



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20696—2021  
代替 GB/T 20696—2006

## 高效氯氟氰菊酯乳油

Lambda-cyhalothrin emulsifiable concentrate

2021-03-09 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20696—2006《高效氯氟氰菊酯乳油》，本标准与 GB/T 20696—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了关于外观的描述(见 3.1, 2006 年版的 3.1)；
- 删除了高效氯氟氰菊酯质量分数的标示值, 增加了具体质量分数值, 并规定上下限(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 修改了 pH 值指标(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 删除了水分控制项目、指标和分析方法(见 2006 年版的 3.2 和 4.4)；
- 修改了乳液稳定性、低温稳定性、热储稳定性指标(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 增加了持久起泡性控制项目、指标和分析方法(见 3.2 和 4.6)；
- 修改了气相色谱法内标溶液的溶剂(见 4.3.2.2.5, 2006 年版的 4.3.2.2)；
- 修改了关于热储稳定性的描述(见 4.8, 2006 年版的 4.8)；
- 增加了“检验规则”一章(见第 5 章)；
- 将“抽样”调整至“检验规则”一章, 标题改为“采样”(见 5.1, 2006 年版的 4.1)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准起草单位: 广西田园生化股份有限公司、先正达南通作物保护有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、济南天邦化工有限公司、江西正邦作物保护有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、宜兴兴农化工制品有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人: 杨闻翰、胡全保、张丹、王福君、薛刚、姜友法、丁绍武、吕渊文、宋国庆、丁培芳、王建新、毛堂富、张嘉月。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20696—2006。



# 高效氯氟氰菊酯乳油

## 1 范围

本标准规定了高效氯氟氰菊酯乳油的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由高效氯氟氰菊酯原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制而成的高效氯氟氰菊酯乳油。

注：高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

## 3 技术要求

### 3.1 外观

均相油状液体，无明显的悬浮物和沉淀。

### 3.2 技术指标

高效氯氟氰菊酯乳油应符合表 1 要求。

表 1 高效氯氟氰菊酯乳油技术指标

项 目	指 标			
	0.6 % 规格	2.5 % 规格	25 g/L 规格	50 g/L 规格
高效氯氟氰菊酯质量分数 <sup>a</sup> / %	0.60 <sup>+0.09</sup> <sub>-0.09</sub>	2.5 <sup>+0.4</sup> <sub>-0.4</sub>	2.8 <sup>+0.4</sup> <sub>-0.4</sub>	5.6 <sup>+0.6</sup> <sub>-0.6</sub>
高效氯氟氰菊酯质量浓度 <sup>b</sup> (20 ℃) / (g/L)	—	—	25 <sup>+4</sup> <sub>-4</sub>	50 <sup>+6</sup> <sub>-6</sub>
pH 值	3.0~7.0			
乳液稳定性(200 倍)	量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出			
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤60			
低温稳定性 <sup>c</sup>	离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL			
热储稳定性 <sup>c</sup>	热储后, 高效氯氟氰菊酯质量分数不低于热储前的 95 %, 乳液稳定性和 pH 值仍应符合表 1 要求			
<sup>a</sup> 若同时测定了质量浓度和质量分数, 发生质量争议时, 以高效氯氟氰菊酯质量分数为仲裁。				
<sup>b</sup> 高效氯氟氰菊酯质量浓度的测定仅适用于标识质量浓度的产品。				
<sup>c</sup> 正常生产时, 低温稳定性、热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。				

4 试验方法

警示: 使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施, 并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 进行。

4.2 鉴别试验

下列方法任选其一。当用一种方法不能确定时, 应再使用另一种方法加以确定。

- a) 高效液相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5 % 以内。
- b) 气相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5 % 以内。

4.3 高效氯氟氰菊酯质量分数(质量浓度)的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 原理

试样用流动相溶解定容, 以正己烷+四氢呋喃为流动相, 使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测

器,在波长 278 nm 下,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 4.3.1.2 试剂或材料

4.3.1.2.1 正己烷:色谱纯。

4.3.1.2.2 四氢呋喃。

4.3.1.2.3 高效氯氟氰菊酯标样:已知高效氯氟氰菊酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

#### 4.3.1.3 仪器设备

4.3.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

4.3.1.3.2 色谱数据处理机或工作站。

4.3.1.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装硅胶、5  $\mu\text{m}$  填充物(或同等效果的色谱柱)。

4.3.1.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

4.3.1.3.5 定量进样管:10  $\mu\text{L}$ 。

4.3.1.3.6 超声波清洗器。

#### 4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

4.3.1.4.1 流动相: $\phi$ (正己烷:四氢呋喃)=99.3:0.7,经滤膜过滤,并进行脱气。

4.3.1.4.2 流速:2.0 mL/min。

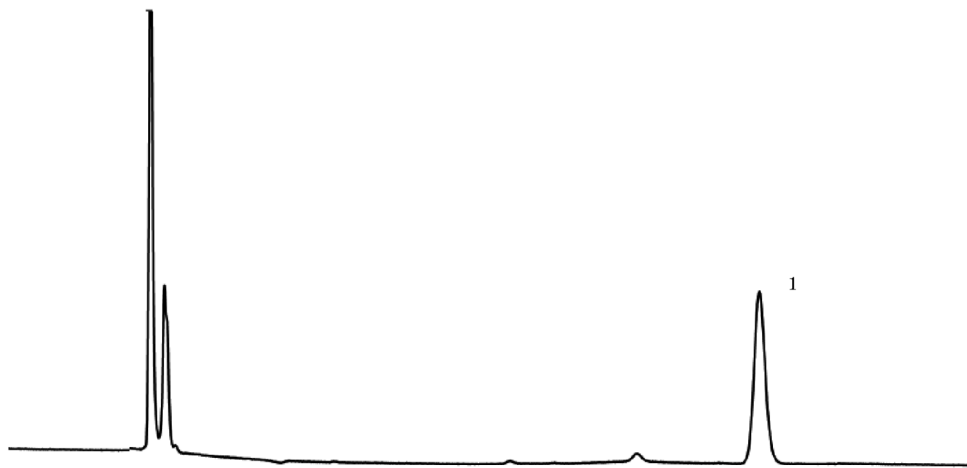
4.3.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2  $^{\circ}\text{C}$ )。

4.3.1.4.4 检测波长:278 nm。

4.3.1.4.5 进样体积:10  $\mu\text{L}$ 。

4.3.1.4.6 保留时间:高效氯氟氰菊酯约 15 min。

4.3.1.4.7 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的高效氯氟氰菊酯乳油高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯。

图 1 高效氯氟氰菊酯乳油的高效液相色谱图

## 4.3.1.5 试验步骤

## 4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯标样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,超声波振荡 10 min 使之溶解,冷却至室温,用流动相定容至刻度,摇匀。

## 4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯的乳油试样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用流动相定容至刻度,摇匀。

## 4.3.1.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针高效氯氟氰菊酯的峰面积相对变化小于 1.5% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

## 4.3.1.6 试验数据处理

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中高效氯氟氰菊酯的峰面积分别进行平均,试样中高效氯氟氰菊酯质量分数按式(1)计算,质量浓度按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_1$ ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数,以%表示;

$A_2$ ——试样溶液中,高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值;

$m_1$ ——高效氯氟氰菊酯标样的质量,单位为克(g);

$w$ ——高效氯氟氰菊酯标样的质量分数,以%表示;

$A_1$ ——标样溶液中,高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$\rho_1$ ——试样中高效氯氟氰菊酯质量浓度,单位为克每升(g/L);

$\rho$ ——试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

高效氯氟氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差,0.6% 规格应不大于 0.1%,25 g/L 和 2.5% 规格应不大于 0.3%,50 g/L 规格应不大于 0.4%;高效氯氟氰菊酯质量浓度两次平行测定结果之差,25 g/L 规格应不大于 3 g/L,50 g/L 规格应不大于 4 g/L,各取其算术平均值作为测定结果。

## 4.3.2 气相色谱法

## 4.3.2.1 原理

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用键合 DB-5 的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的高效氯氟氰菊酯进行气相色谱的分离,内标法定量。

## 4.3.2.2 试剂或材料

## 4.3.2.2.1 丙酮。

## 4.3.2.2.2 三氟乙酸。



4.3.2.2.3 高效氯氟氰菊酯标样:已知高效氯氟氰菊酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.2.2.4 内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应没有干扰分析的杂质。

4.3.2.2.5 内标溶液:称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯于 1 000 mL 的容量瓶中,加入 2 mL 三氟乙酸后用丙酮定容,摇匀。

#### 4.3.2.3 仪器设备

4.3.2.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

4.3.2.3.2 色谱数据处理机或工作站。

4.3.2.3.3 色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,键合 DB-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ (或同等效果的色谱柱)。

#### 4.3.2.4 气相色谱操作条件

4.3.2.4.1 温度( $^{\circ}\text{C}$ ):柱温 230、气化室 280、检测室 280。

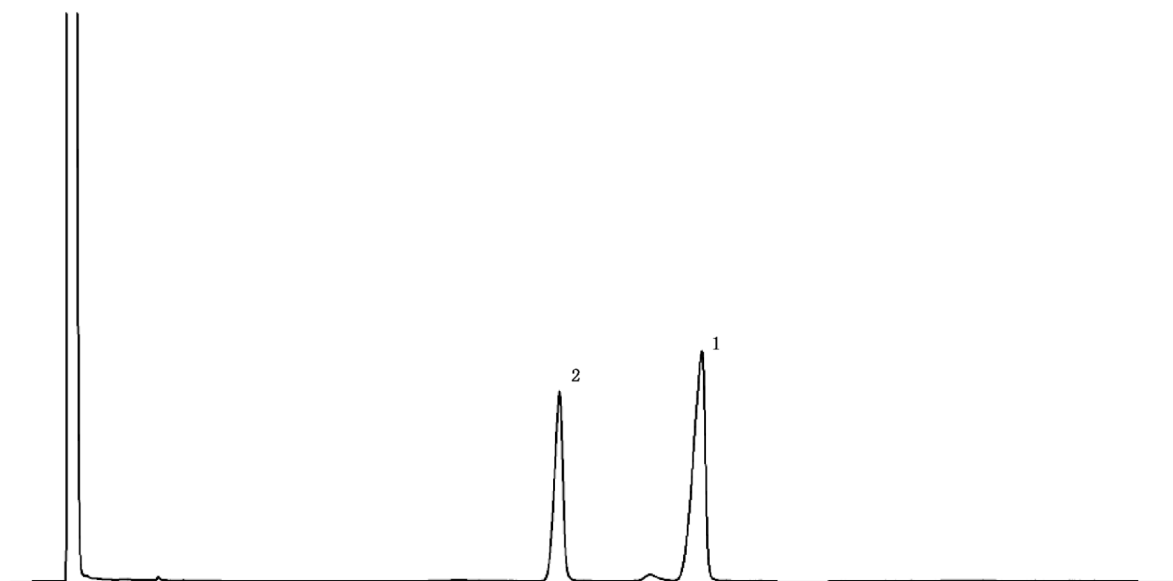
4.3.2.4.2 气体流量( $\text{mL}/\text{min}$ ):载气( $\text{N}_2$ )2.0、氢气 30、空气 300。

4.3.2.4.3 分流比:30:1。

4.3.2.4.4 进样体积:1.0  $\mu\text{L}$ 。

4.3.2.4.5 保留时间:高效氯氟氰菊酯约 9.0 min、内标物约 7.0 min。

4.3.2.4.6 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的高效氯氟氰菊酯乳油与内标物的气相色谱图见图 2。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯;

2——内标物。

图2 高效氯氟氰菊酯乳油与内标物的气相色谱图

## 4.3.2.5 试验步骤

## 4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯标样于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

## 4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯的试样于 15 mL 具塞小瓶中,用与 4.3.2.5.1 的同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

## 4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积之比相对变化小于 1.5% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

## 4.3.2.6 试验数据处理

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积之比分别进行平均,试样中高效氯氟氰菊酯质量分数按式(3)计算,质量浓度按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{r_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$w_1$ ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数,以%表示;

$r_2$ ——试样溶液中,高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的平均值;

$m_1$ ——高效氯氟氰菊酯标样的质量,单位为克(g);

$w$ ——高效氯氟氰菊酯标样的质量分数,以%表示;

$r_1$ ——标样溶液中,高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的平均值;

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$\rho_1$ ——试样中高效氯氟氰菊酯质量浓度,单位为克每升(g/L);

$\rho$ ——试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

高效氯氟氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差,0.6%规格应不大于 0.1%,25 g/L 和 2.5%规格应不大于 0.3%,50 g/L 规格应不大于 0.4%;高效氯氟氰菊酯质量浓度两次平行测定结果之差,25 g/L 规格应不大于 3 g/L,50 g/L 规格应不大于 4 g/L,各取其算术平均值作为测定结果。

## 4.4 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 4.5 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行。

## 4.6 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

#### 4.8 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。

### 5 检验规则

#### 5.1 采样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终样品量应不少于 200 mL。

#### 5.2 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为高效氯氟氰菊酯质量分数（或高效氯氟氰菊酯质量浓度）、pH 范围、乳液稳定性和持久起泡性。

#### 5.3 型式检验

型式检验项目为第 3 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

#### 5.4 判定规则

按第 3 章要求检验项目，任一项不符合规定的产品均判为该批次产品不合格。

### 6 验收和质量保证期

#### 6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

#### 6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，高效氯氟氰菊酯乳油的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

### 7 标志、标签、包装、储运

#### 7.1 标志、标签、包装

高效氯氟氰菊酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定；高效氯氟氰菊酯乳油采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装，每瓶净含量为 50 g(mL)、100 g(mL)、250 g(mL) 或 500 g(mL)，外包装为纸箱、瓦楞

纸板箱或钙塑箱,每箱净含量不超过 15 kg;也可采用塑料桶包装,每桶净含量 25 kg(L)、200 kg(L);根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但需符合 GB 4838 的规定。

## 7.2 储运

高效氯氟氰菊酯乳油包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

## 附录 A

(资料性附录)

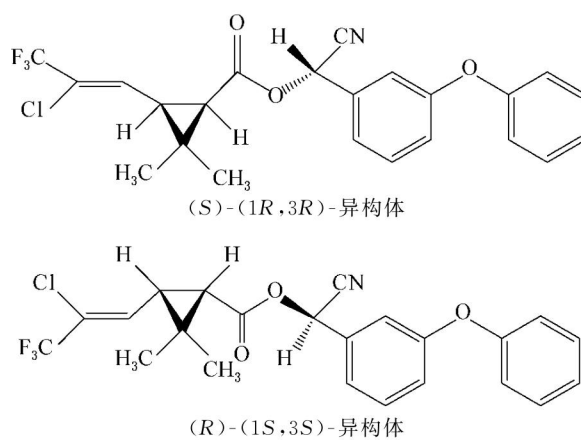
## 高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: lambda-cyhalothrin

CAS 号: 91465-08-6

化学名称: 为混合物, 含等量的 (*S*)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基-(*Z*)-(1*R*, 3*R*)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和 (*R*)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基-(*Z*)-(1*S*, 3*S*)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:

实验式:  $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$ 

相对分子质量: 449.9

生物活性: 杀虫

熔点( $^{\circ}C$ ): 49.2溶解度(20  $^{\circ}C$  ~ 25  $^{\circ}C$ ): 水中 0.005 mg/L (pH 6.5); 丙酮、甲醇、甲苯、正己烷和乙酸乙酯中  $>500$  g/L

稳定性: 对光稳定; 在 15  $^{\circ}C$  ~ 25  $^{\circ}C$  条件下可稳定储存 6 个月以上; 在酸性条件下稳定; 在碱性介质中水解





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

高效氯氟氰菊酯乳油

GB/T 20696—2021

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: [www.spc.org.cn](http://www.spc.org.cn)

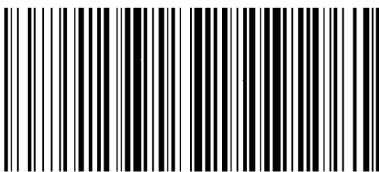
服务热线: 400-168-0010

2021年3月第一版

\*

书号: 155066 · 1-66971

版权专有 侵权必究



GB/T 20696-2021



码上扫一扫 正版服务到