

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 65372—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5436—2018

虱螨脲乳油

Lufenuron emulsifiable concentrate

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC133) 归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：安徽美兰农业发展股份有限公司、浙江世佳科技有限公司。

本标准主要起草人：谷兵、张丕龙、毛堂富、徐丽娟、王海霞。

虱螨脲乳油

1 范围

本标准规定了虱螨脲乳油的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。本标准适用于由虱螨脲原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的虱螨脲乳油。

注：虱螨脲的其他名称、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 1600—2001 农药水分测定方法

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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 要求

3.1 外观

稳定的均相液体，无可见悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

虱螨脲乳油还应符合表 1 的要求。

表 1 虱螨脲乳油控制项目指标

项 目	指 标
虱螨脲质量分数 ^a / % 或质量浓度 (20 ℃)/(g/L)	5.3 ^{+0.5} _{-0.5} 50 ^{+5.0} _{-5.0}
水分/ % ≤	0.5
pH 范围	5.0~9.0
持久起泡性 (1 min 后泡沫量)/mL ≤	40
乳液稳定性 (稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^b	合格
^a 当质量发生争议时,以虱螨脲质量分数为仲裁。 ^b 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验每 3 个月至少进行一次测定。	

4 试验方法

4.1 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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

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,最终抽样量应不少于 200 mL。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与虱螨脲质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中虱螨脲色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 虱螨脲质量分数 (质量浓度) 的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 255 nm 下对试样中的虱螨脲进行反相高效液相色谱分离,以外标法定量。也可采用正相液相色谱法对虱螨脲质量分数进行测定,正相色谱操作条件参见附录 B。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

虱螨脲标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装粒径 5 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：水)=75：25，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

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

检测波长：255 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：虱螨脲约 18.6 min。

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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的虱螨脲乳油的反相高效液相色谱图见图 1。

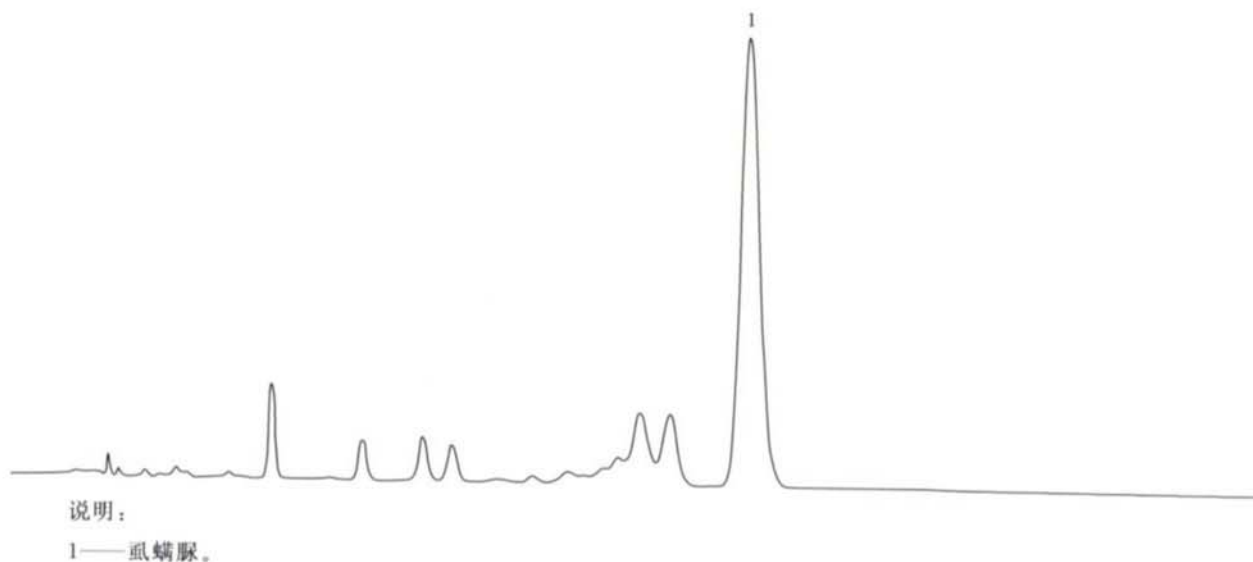


图 1 虱螨脲乳油的反相高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）虱螨脲标样于 50 mL 容量瓶中，加入 45 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 虱螨脲的试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入 45 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

4.5.5.3 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，直至相邻两针虱螨脲峰面积的相对变化小于 1.2 % 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。

4.5.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中虱螨脲峰面积分别进行平均。试样中虱螨脲质量分数按公式（1）计算、质量浓度按公式（2）计算：

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

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

式中：

w_1 ——试样中虱螨脲质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中虱螨脲峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中虱螨脲质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中虱螨脲峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃时试样中虱螨脲质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定）；

10——换算系数。

4.5.6 允许差

虱螨脲质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.4 %，质量浓度两次平行测定结果之差应不大于 4 g/L，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.7 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.9 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行试验。量筒中无浮油（膏）、沉油和沉淀析出为

合格。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热贮后，虱螨脲质量分数不应低于热贮前测得虱螨脲质量分数的 95 %，pH 范围和乳液稳定性应符合标准要求。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的贮运条件下，虱螨脲乳油的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

虱螨脲乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。虱螨脲乳油采用玻璃瓶或高密度聚乙烯氟化瓶包装，每瓶净含量 100 g、200 g、500 g。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。

6.2 贮运

虱螨脲乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，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)

虱螨脲的其他名称、结构式和基本物化参数

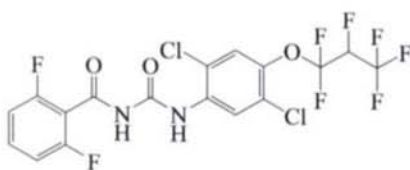
本产品有效成分虱螨脲的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Lufenuron

CAS 登录号：103055-07-8

CIPAC 数字代号：704

化学名称：(RS)-1-[2,5-二氯-4-(1,1,2,3,3,3-六氟丙氧基)苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲
结构式：



实验式：C₁₇H₈Cl₂F₈N₂O₃

相对分子质量：511.2

生物活性：杀虫

熔点：168.7℃~169.4℃

蒸气压 (25℃, mPa)：小于 4×10⁻³

密度 (20℃, g/mL)：1.66

溶解度 (25℃, g/L)：水 4.8×10⁻⁵ (pH 7.7)，甲醇 52、丙酮 460、甲苯 66、正己烷 0.10、正辛醇 8.2、二氯甲烷 84、乙酸乙酯 330

稳定性：在 pH 5~7、25℃下是稳定的，DT₅₀ 512 d (pH 9, 25℃)