

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX
代替 GB/T 34159—2017

高效氟吡甲禾灵乳油

Haloxypop-P-methyl emulsifiable concentrate

征求意见稿

(本稿完成日期：2025 年 11 月)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 34159—2017《高效氟吡甲禾灵乳油》，与 GB/T 34159—2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除 240 g/L 规格；增加 158 g/L、22%和 48%三个规格（见 4.2，2017 版的 3.2）；
 - 增加了高效氟吡甲禾灵异构体比例项目和指标（见 4.2）；
 - 更改了 pH 值项目和指标（见 4.2）；
 - 增加了持久起泡性项目和指标（见 4.2）；
 - 更改了高效氟吡甲禾灵质量分数的测定方法，增加了反相高效液相色谱法加手性高效液相色谱法并以手性高效液相色谱法为仲裁法（见 5.5，2017 年版的 4.4）；
 - 增加了检验规则（见6）；
 - 更改了高效氟吡甲禾灵的基本物化参数（见附录A.1，2017年版的附录A）；
 - 增加了氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数（见附录A.2）。
- 请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。
- 本文件由中华人民共和国农业农村部提出。
- 本文件由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。
- 本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司等。
- 本文件主要起草人：牛永芳等。
- 本文件所代替文件的历次版本发布情况为：
- 2017年首次发布为GB/T 34159—2017；
 - 本次为首次修订。

高效氟吡甲禾灵乳油

1 范围

本文件规定了高效氟吡甲禾灵乳油的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了高效氟吡甲禾灵乳油的试验方法。

本文件适用于高效氟吡甲禾灵乳油产品的质量控制。

注：高效氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 农药热储稳定性测定方法

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 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

稳定的均相液体，无可见的悬浮物或沉淀。

4.2 技术指标

高效氟吡甲禾灵乳油应符合表1要求。

表 1 高效氟吡甲禾灵乳油技术指标

项 目	指 标			
	108 g/L规格	158 g/L规格	22%规格	48%规格
高效氟吡甲禾灵质量分数 ^a /%	10.6±0.6	15.8±0.9	22±1.3	48.0±2.4
高 效 氟 吡 甲 禾 灵 质 量 浓 度 (20 ℃)/(g/L)	108±6	158±9	220±13	540±25
高效氟吡甲禾灵异构体比例/%	≥95.0			
pH值	4.0~8.0			
乳液稳定性（稀释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	冷储后，离心管底部离析物的体积不大于0.3 mL。			
热储稳定性	热储后，高效氟吡甲禾灵质量分数应不低于热储前的95%，pH值、乳液稳定性仍应符合本文件要求。			
^a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时，按质量分数的结果判定产品是否合格。				

5 试验方法

警告：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001中5.3.2进行。用随机数表法确定取样的包装件，最终取样量应不少于200 mL。

5.3 鉴别试验

手性高效液相色谱法—本鉴别试验可与高效氟吡甲禾灵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高效氟吡甲禾灵的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 高效氟吡甲禾灵质量分数、质量浓度和异构体比例

5.5.1 手性高效液相色谱法（仲裁法）

5.5.1.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正庚烷+异丙醇为流动相，使用内装纤维素-三（3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯）的手性色谱柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的高效氟吡甲禾灵进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 正庚烷：色谱级。

5.5.1.2.2 异丙醇：色谱级。

5.5.1.2.3 高效氟吡甲禾灵标样：已知高效氟吡甲禾灵质量分数且不低于98.0%。

5.5.1.2.4 氟吡甲禾灵消旋体标样：已知氟吡甲禾灵质量分数且不低于98.0%。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装纤维素-三（3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯）、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相： ψ 正庚烷：异丙醇=98:2。

5.5.1.4.2 流速：1.0 mL/min。

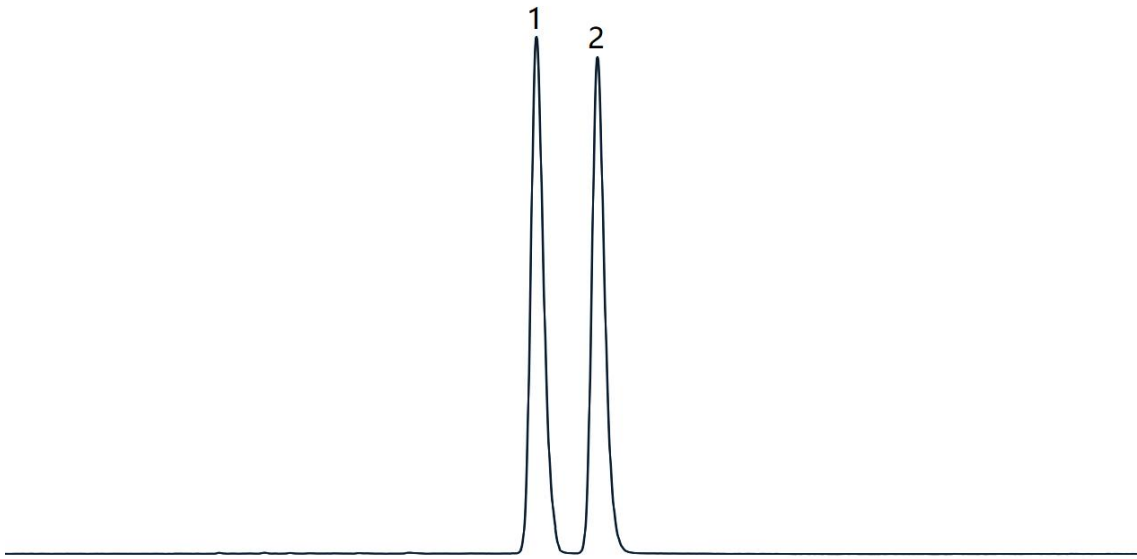
5.5.1.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

5.5.1.4.4 检测波长：280 nm。

5.5.1.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.1.4.6 保留时间：*S*-对映异构体约7.2 min，高效氟吡甲禾灵约8.0 min。

5.5.1.4.7 5.5.1.4.1~5.5.1.4.6的操作参数是典型的。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。典型的氟吡甲禾灵消旋体标样和高效氟吡甲禾灵乳油的手性高效液相色谱图见图2和图3。

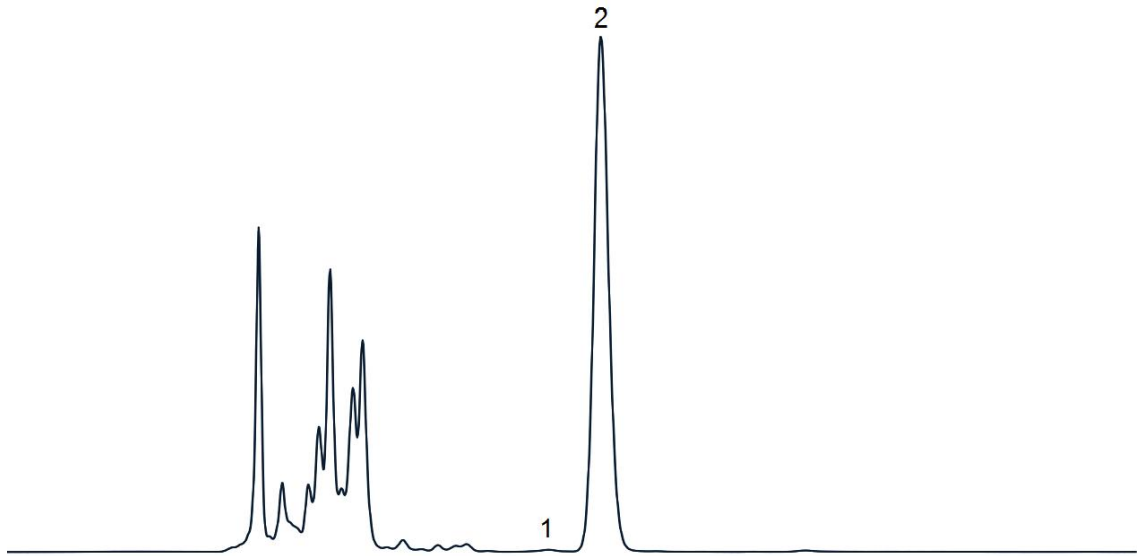


标引序号说明：

1——*S*-对映异构体。

2——高效氟吡甲禾灵。

图1 氟吡甲禾灵消旋体标样的手性高效液相色谱图



标引序号说明：

1——*S*-对映异构体。

2——高效氟吡甲禾灵。

图2 高效氟吡甲禾灵乳油的手性高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）氟吡甲禾灵标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL流动相，超声振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）高效氟吡甲禾灵标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL流动相，超声振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氟吡甲禾灵0.05 g（精确至0.000 1 g）的试样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL流动相，超声振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.1.5.3 测定

在5.5.1.4的操作条件下，连续注入数针氟吡甲禾灵消旋体标样，待氟吡甲禾灵消旋体标样中高效氟吡甲禾灵和*S*-对映异构体峰面积比在的0.95~1.05之间，连续注入数针高效氟吡甲禾灵标样溶液，直至相邻两针高效氟吡甲禾灵的峰面积相对变化小于1.2%后，按照高效氟吡甲禾灵标样溶液、试样溶液、试样溶液、高效氟吡甲禾灵标样溶液的顺序进行测定。

5.5.1.6 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高效氟吡甲禾灵的峰面积和分别进行平均。试样中高效氟吡甲禾灵的质量分数按公式（1）计算，质量浓度按公式（2）计算，高效氟吡甲禾灵异构体比例按公式（3）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \dots \dots \dots (2)$$

$$K = \frac{A_3}{A_3 + A_4} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

w_1 ——试样中高效氟吡甲禾灵质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中高效氟吡甲禾灵峰面积的平均值；

m_1 ——高效氟吡甲禾灵标样质量的数值，单位为克（g）；

w_{b1} ——高效氟吡甲禾灵标样中高效氟吡甲禾灵质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中高效氟吡甲禾灵峰面积的平均值；

m_2 ——试样质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃时试样中高效氟吡甲禾灵质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样密度的数值，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——单位换算系数。

K ——高效氟吡甲禾灵异构体比例，%；

A_3 ——试样溶液中高效氟吡甲禾灵的峰面积；

A_4 ——试样溶液中*S*-对映异构体的峰面积；

5.5.1.7 允许差

高效氟吡甲禾灵质量分数（质量浓度）两次平行测定结果之差，108 g/L规格和158 g/L规格应不大于0.3%（3 g/L），22%规格应不大于0.4%（4 g/L），48%规格应不大于0.7%（7 g/L）。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 反相高效液相色谱法加手性高效液相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的氟吡甲禾灵进行高效液相色谱分离，外标法定量，并采用手性高效液相色谱法测定高效氟吡甲禾灵和*S*-对映异构体峰面积，计算高效氟吡甲禾灵质量分数。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2.2 磷酸。

5.5.2.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.4 磷酸溶液： $\psi_{\text{磷酸:水}}=1:1000$ 。

5.5.2.2.5 高效氟吡甲禾灵标样：已知氟吡甲禾灵质量分数且不低于 98.0%。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.2.3.4 超声波清洗器。

5.5.2.4 液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相梯度洗脱条件详见表 2。

表 2 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	ψ (乙腈) (%)	ψ (磷酸溶液) (%)
0.0	1.3	60	40
18.0	1.3	60	40
18.5	1.3	90	10
25.0	1.3	90	10
25.5	1.3	60	40
35.0	1.3	60	40

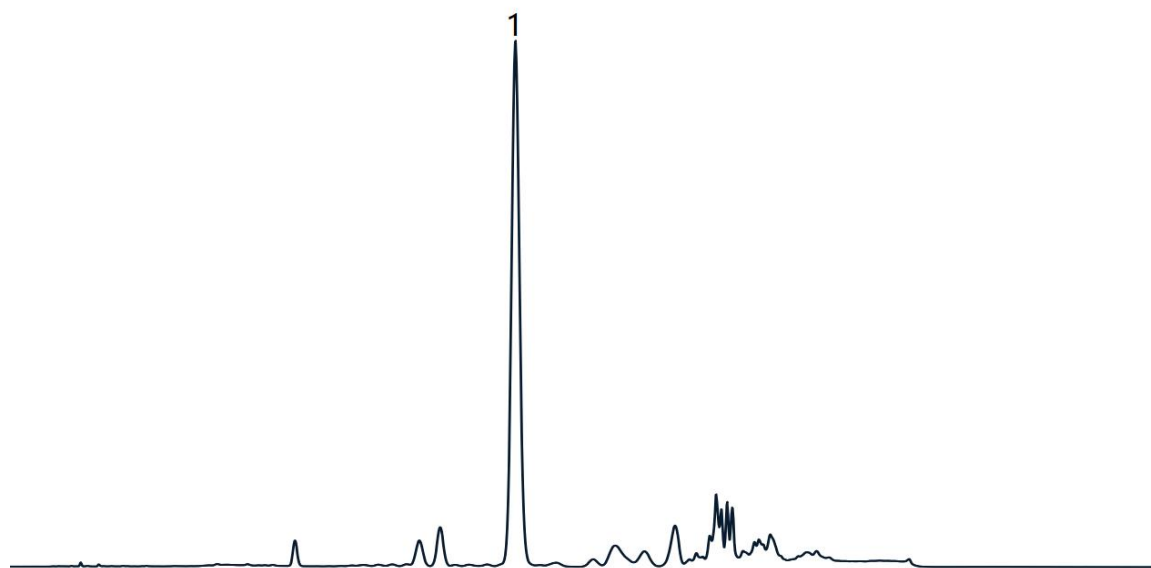
5.5.2.4.2 柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

5.5.2.4.3 检测波长：240 nm。

5.5.2.4.4 进样体积：5 μL 。

5.5.2.4.5 保留时间：氟吡甲禾灵约 15.3 min。

5.5.2.4.6 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6 的操作参数是典型的。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。典型的高效氟吡甲禾灵乳油的高效液相色谱图见图 3。



标引序号说明：

1—氟吡甲禾灵。

图 3 高效氟吡甲禾灵乳油的反相高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）高效氟吡甲禾灵标样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 乙腈，超声振荡 2 min 使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氟吡甲禾灵 0.05 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 乙腈，超声振荡 2 min 使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.2.5.3 测定

在 5.5.2.4 的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针高效氟吡甲禾灵标样溶液，直至相邻两针氟吡甲禾灵的峰面积相对变化小于 1.2% 后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定氟吡甲禾灵质量分数。再按照 5.5.1 的方法测定高效氟吡甲禾灵乳油中高效氟吡甲禾灵和 *S*-对映异构体峰面积。

5.5.2.6 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氟吡甲禾灵的峰面积和分别进行平均。试样中氟吡甲禾灵的质量分数按公式（4）计算，高效氟吡甲禾灵的质量分数按公式（5）计算，高效氟吡甲禾灵的质量浓度按公式（6）计算，高效氟吡甲禾灵异构体比例按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{A_6 \times m_3 \times w_{b2}}{A_5 \times m_4} \dots\dots\dots (4)$$

$$w_1 = w_2 \times \frac{A_3}{A_3 + A_4} \dots\dots\dots (5)$$

$$\rho_1 = w_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

w_2 ——试样中氟吡甲禾灵质量分数，%；

A_6 ——试样溶液中氟吡甲禾灵峰面积的平均值；

m_3 ——高效氟吡甲禾灵标样质量的数值，单位为克（g）；

w_{b2} ——高效氟吡甲禾灵标样中氟吡甲禾灵质量分数，%；

A_5 ——标样溶液中氟吡甲禾灵峰面积的平均值；

m_4 ——试样质量的数值，单位为克（g）；

w_1 ——试样中高效氟吡甲禾灵质量分数，%；

A_3 ——试样溶液中高效氟吡甲禾灵的峰面积；

A_4 ——试样溶液中*S*-对映异构体的峰面积；

ρ_1 ——20℃时试样中高效氟吡甲禾灵质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样密度的数值，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——单位换算系数。

5.5.2.7 允许差

高效氟吡甲禾灵质量分数（质量浓度）两次平行测定结果之差，108 g/L 规格和 158 g/L 规格应不大于 0.3%（3 g/L），22% 规格应不大于 0.4%（4 g/L），48% 规格应不大于 0.7%（7 g/L）。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.7 乳液稳定性

按 GB/T 1603 进行。

5.8 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.9 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

5.10 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021中4.4.1进行。热储时，样品应密封储存，热储前后质量变化率应不大于1.0%。

6 检验规则

6.1 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。出厂检验项目为外观、高效氟吡甲禾灵质量分数、高效氟吡甲禾灵质量浓度、高效氟吡甲禾灵异构体比例、pH值、乳液稳定性、持久起泡性。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4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) 质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

7.2 质量保证期

在8.2的储运条件下，高效氟吡甲禾灵乳油的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

高效氟吡甲禾灵乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838的规定；高效氟吡甲禾灵乳油的包装应采用清洁、干燥的聚酯瓶或塑料瓶包装，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量应不超过20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但应符合 GB 4838的规定。

8.2 储运

高效氟吡甲禾灵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)

高效氟吡甲禾灵和氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数

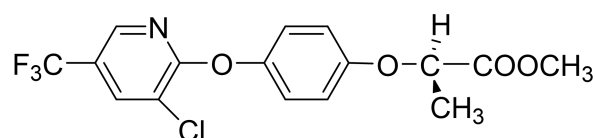
A.1 高效氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Haloxypop-P-methyl；

——CAS登录号：72619-32-0；

——化学名称：(R)-2-[4-(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸甲酯；

——结构式：



——分子式：C₁₆H₁₃ClF₃NO₄；

——相对分子质量：375.7；

——生物活性：除草；

——熔点：-12.4 °C；

——沸点：大于 280 °C；

——蒸气压 (25°C)：0.055 mPa；

——溶解度 (20 °C~25 °C, mg/L)：水中 6.9 (pH5)、7.9 (pH7)、9.1 (未缓冲)；与丙酮、乙腈、二氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、甲醇和二甲苯混溶；

——稳定性：自然条件下，在水中，DT₅₀ 3 d (20°C)；在pH4下稳定，在pH7下DT₅₀ 43 d，在pH9下DT₅₀ 0.63 d (均在20°C)。

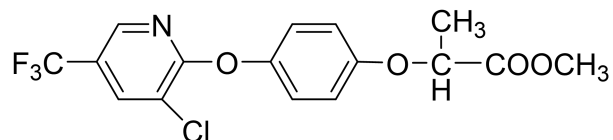
A.2 氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Haloxypop-methyl；

——CAS登录号：69806-40-2；

——化学名称：(RS)-2-[4-(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸甲酯；

——结构式：



——分子式：C₁₆H₁₃ClF₃NO₄；

——相对分子质量：375.7；

——生物活性：除草；