4. 5%高效氯氰菊酯水乳剂
前言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。
本标准由安徽陆野农化有限责任公司提出并负责起草。
本标准主要起草人：陆合文。
本标准与旧标准区别在于：标准号由Q/ALY 06-2017变为Q/ALY 06-2021。
本标准所代替标准的历次版本发布情况为：
——Q/BZY 06-2008、Q/BZY 06-2012、Q/ALY 06-2017。
4.5%高效氯氰菊酯水乳剂

该产品有效成分高效氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称：Beta-cypermethrin
CIPAC 数字代号：332

化学名称：(S)-α-氰基-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(R)-α-氰基-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:

实验式：C₂₂H₁₉Cl₁NO₃
相对分子质量（按 2001 年国际相对原子质量计）：416.3
生物活性：杀虫
熔点：（63-65）℃
蒸汽压（20℃）：2.3 × 10⁻⁶Pa
溶解度（g/L, 20℃）：水中为1×10⁻⁴；己烷9；二甲苯370；易溶于醇、酮、芳烃类
稳定性：在碱性条件下发生差向异构，强碱性介质中水解。在中性及弱酸性条件下稳定，对空气和日光稳定，热稳定性好

1 范围
本标准规定了4.5%高效氯氰菊酯水乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。
本标准适用于由高效氯氰菊酯原药与助剂制成的4.5%高效氯氰菊酯水乳剂。

2 规范性引用文件
下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括内容的修订版）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。
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 14825 农药悬浮率测定方法
GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法
GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求
3.1 组成和外观：本品应由符合标准的高效氯氰菊酯原药与适宜的助剂在水相中形成的稳定白色乳状液，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应是均匀的。
3.2 4.5%高效氯氰菊酯水乳剂应符合表1要求。

<table>
<thead>
<tr>
<th>项 目</th>
<th>指 标</th>
</tr>
</thead>
<tbody>
<tr>
<td>高效氯氰菊酯质量分数，%</td>
<td>4.5±0.5</td>
</tr>
<tr>
<td>pH 值范围</td>
<td>4.0～7.0</td>
</tr>
<tr>
<td>倾倒性</td>
<td>洗涤后残余物，% ≤ 3.0</td>
</tr>
<tr>
<td>持久起泡性（1min后）, mL</td>
<td>洗涤后残余物，% ≤ 0.5</td>
</tr>
<tr>
<td>乳液稳定性（稀释200倍）</td>
<td>合格</td>
</tr>
<tr>
<td>低温稳定性</td>
<td>合格</td>
</tr>
<tr>
<td>热贮稳定性</td>
<td>合格</td>
</tr>
</tbody>
</table>
注：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。

4 试验方法
4.1 抽样
按GB/T1605-2001中5.3.2“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于200mL。
4.2 鉴别试验
本鉴别试验可与高效氯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，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氰菊酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3 高效氯氰菊酯质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以正己烷+四氢呋喃为流动相，使用以Silica为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，对试样中高效氯氰菊酯进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.3.2 试剂

二氯甲烷：色谱级；
正己烷：色谱级；
四氢呋喃：色谱级；
高效氯氰菊酯标样：已知质量分数，≥99.0%；

4.3.3 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；
色谱柱：150mm×4.6mm（id）不锈钢柱，内装Silica填充物，粒径5μm；
微孔过滤器：滤膜孔径约0.45μm；
超声波振荡器。
微量进样器：50μL。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：正己烷+四氢呋喃=100+0.5（V/V），经0.45μm滤膜过滤，超声15min。
流量：1.0mL/min；
柱温：室温；
检测波长：230nm；
进样体积：5μL；
保留时间：低效顺式氯氰菊酯5.7min，高效顺式氯氰菊酯6.7min，低效反式氯氰菊酯7.7min，高效反式氯氰菊酯8.8min。

上述操作条件，系典型操作参数，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。典型的高效氯氰菊酯高效液相色谱图见图1。

图1 试样中高效氯氰菊酯高效液相色谱图
4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制
称取高效氯氰菊酯标准品约0.05g（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，加入少量二氯甲烷溶解，用流动相定容，摇匀，备用。

4.3.5.2 试样溶液的配制
称取试样1.0g（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，加入少量二氯甲烷溶解，用流动相定容，摇匀，备用。

4.3.5.3 测定
在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）的相对响应值变化小于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。

4.3.5.4 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高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）峰面积分别进行平均。试样中高效氯氰菊酯质量分数W1（%），按式（1）计算:

\[ W_1 = \left( \frac{A_2m_p}{A_1m_2} \right) \times 100 \]  

式中:
\( A_1 \)——标样溶液中，高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）峰面积的平均值；
\( A_2 \)——试样溶液中，高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）峰面积的平均值；
\( m_1 \)——高效氯氰菊酯标样的质量，g；
\( m_2 \)——试样的质量，g；
\( p \)——标样高效氯氰菊酯的质量分数，%。

4.3.6 允许差
两次平行测定结果之差，应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 pH值的测定
按GB/T1601进行。

4.5 倾倒性试验

4.5.1 方法提要
将置于容器中的水乳剂试样放置一定时间后，按照规定程序进行倾倒，测定滞留在容器内试样的量；将容器用水洗涤后，再测定容器内的试样量。

4.5.2 仪器
具磨口塞量筒：500mL±2mL；量筒高度39cm，上、下刻度间距离25cm（或相当的适用于测定倾倒性的其他容器）。

4.5.3 试验步骤
混合好足量样品，及时将其中的一部分置于已称量的量筒中（包括塞子），装到量筒体积的8/10处，塞紧磨口塞，称重，放置确定的时间（如24h）。打开塞子，将量筒由直立位置旋转135°，倾倒60s，再倒置60s，重新称量筒和塞子。
将相当于80%量筒体积的水（20℃）倒入量筒中，塞紧磨口塞，将量筒倾倒10次后，按上述操作倾倒内容物，第三次称量量筒和塞子。

4.5.4 计算
倾倒后的残余物W_{2,1}（%）和洗涤后的残余物W_{2,2}（%）分别按式（2-1）和式（2-2）计算:

\[ W_{2,1} = \left( \frac{m_2-m_0}{m_1-m_0} \right) \times 100 \]
式中：

$m_1$——量筒、磨口塞和试样的质量，g；
$m_2$——倾倒后，量筒、磨口塞和残余物的质量，g；
$m_3$——洗涤后，量筒、磨口塞和残余物的质量，g；
$m_0$——量筒、磨口塞恒重后的质量，g。

4.6 持久起泡性试验

4.6.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合，静置后记录泡沫体积。

4.6.2 试剂

标准硬水：

$$\rho(Ca^{2+}+Mg^{2+}) = 342\text{mg/L}, \quad pH = 6.0 \sim 7.0$$

按GB/T 14825配制。

4.6.3 仪器

具塞量筒：250mL（分度值2mL，0～250mL刻度线20cm～21.5cm，250mL刻度线到塞子低部4cm～6cm）。

工业天平：感量0.1g，载量500g。

4.6.4 测定步骤

将量筒加标准硬水置180mL刻度线处，置量筒于天平上，称入试样1.0g（精确至0.1g），加硬水至距离量筒低部9cm的刻度线处，盖上塞，以量筒低部为中心，上下颠倒30次（每次2s）。放在试验台上静置1min，记录泡沫体积。

4.7 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按GB/T1603进行试验，上无浮油，下无沉淀为合格。

4.8 低温稳定性试验

按GB/T19137中2.1进行。经轻微搅动，应无可见的粒子和油状物。

4.9 热贮稳定性试验

按GB/T19136中2.1进行。热贮后，于24h内，对高效氯氰菊酯质量分数和乳液稳定性进行检验。高效氯氰菊酯分解率不大于5%，乳液稳定性仍应符合本标准要求为合格。

4.10 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604的有关规定，极限数值处理，采用GB/T 1250中的修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 4.5%高效氯氰菊酯水乳剂的标志、标签和包装，应符合GB4838中的有关规定。

5.2 4.5%高效氯氰菊酯水乳剂采用棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶50mL或100mL，外用防震材料，紧密排列于纸箱或钙塑箱内，每箱净含量不超过10kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其它形式的包装，但要符合GB4838中的有关规定。

5.3 4.5%高效氯氰菊酯水乳剂的包装件应存放在通风、干燥的库房中。

5.4 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，防止口鼻吸入。

5.5 安全：在使用说明书或包装容器上，除印有醒目的毒性标志外，还应有毒性说明、使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，4.5%高效氯氰菊酯水乳剂保证期，从生产日期算起为2年。