

ICS 65.100
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4404—2023

抗倒酯微乳剂

Trinexapac-ethyl micro-emulsion

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



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。

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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

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：安道麦辉丰(江苏)有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、沈化测试技术(南通)有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：戚晶晶、张佳庆、梁克印、朱维玉、侯德粉、张明、季红进。



抗倒酯微乳剂

1 范围

本文件规定了抗倒酯微乳剂的技术要求、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。

本文件适用于抗倒酯微乳剂产品的质量控制。

注：抗倒酯的其他名称、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—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—2016 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，无可见的悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

抗倒酯微乳剂应符合表 1 的要求。

表 1 抗倒酯微乳剂技术指标

项目	指标
抗倒酯质量分数，%	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}
抗倒酯质量浓度 ^a ，g/L	260 ⁺¹⁵ ₋₁₅
pH	3.0~6.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	上无浮油、下无沉淀
持久起泡性(1 min 后泡沫量)，mL	≤50
低温稳定性	离心管底部析出物体积不大于 0.3 mL
热储稳定性	热储后，抗倒酯质量分数应不低于热储前的 95%，pH、乳液稳定性仍符合本文件的要求
^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

警示: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 的规定执行。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

本鉴别试验可与抗倒酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中抗倒酯的色谱峰的保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 抗倒酯质量分数、质量浓度的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+磷酸水溶液为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 280 nm 下对试样中的抗倒酯进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇:色谱纯。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸水溶液:1 000 mL 水中加入 0.5 mL 磷酸。

5.5.2.5 抗倒酯标样:已知抗倒酯质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 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)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相: ψ (甲醇:磷酸水溶液)=70:30。

5.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

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

5.5.4.4 检测波长:280 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

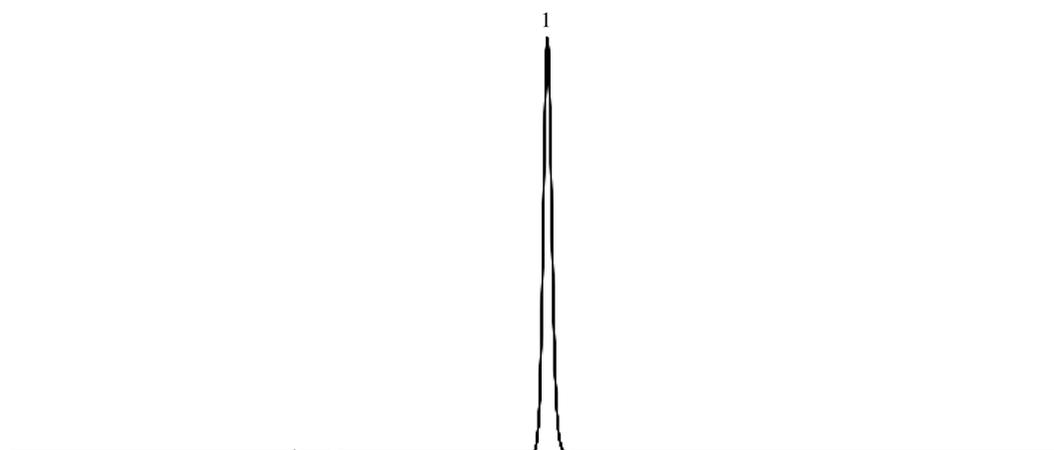
5.5.4.6 保留时间:抗倒酯约 7.6 min。

5.5.4.7 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。典型的抗倒酯微乳剂的高效液相色谱图见图 1。

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)抗倒酯标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 甲醇超声振荡 3 min 使之溶解,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。



标引序号说明：
1——抗倒酯。

图 1 抗倒酯微乳剂的高效液相色谱图

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含抗倒酯 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 甲醇,超声振荡 3 min使之溶解,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 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,直至相邻两针抗倒酯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、标样溶液的顺序进行测定。

5.5.6 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抗倒酯峰面积分别进行平均,试样中抗倒酯的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

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

式中:

ω_1 ——抗倒酯质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中抗倒酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);

ω_{b1} ——标样中抗倒酯质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中抗倒酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中抗倒酯质量浓度的数值,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 的规定执行);

10 ——质量分数转换为质量浓度的换算系数。

5.5.7 允许差

抗倒酯质量分数(质量浓度)2次平行测定结果之差应不大于 0.4%(4 g/L),取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 乳液稳定性的测定

按 GB/T 1603 的规定执行。

5.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定执行。

5.10 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储前后质量变化应不大于 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。出厂检验项目为第 4 章技术要求中外观、抗倒酯质量分数、抗倒酯质量浓度、pH、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 1 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) 国家质量监督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的要求。

按第 5 章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,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,从生产日期算起抗倒酯微乳剂的质量保证期为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

抗倒酯微乳剂的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定;抗倒酯微乳剂的包装应采用清洁干燥的聚酯瓶包装,外用瓦楞纸箱包装。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

抗倒酯微乳剂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)

抗倒酯的其他名称、结构式和基本物化参数

抗倒酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

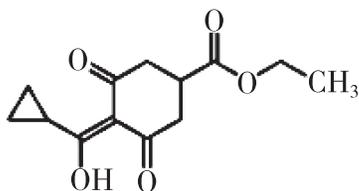
——ISO 通用名称: Trinexapac-ethyl;

——其他名称: 抗倒酯;

——CAS 登录号: 95266-40-3;

——化学名称: 4-环丙基(羟基)亚甲基-3,5-二氧代环己烷甲酸乙酯;

——结构式:



——分子式: $C_{13}H_{16}O_5$;

——相对分子质量: 252.3;

——生物活性: 植物生长调节剂;

——熔点: $36\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 36.6\text{ }^{\circ}\text{C}$;

——沸点: 大于 $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ (760 mmHg);

——蒸气压($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 2.16 mPa;

——溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水中 1.1 g/L (pH 3.5)、2.8 g/L (pH 4.9)、10.2 g/L (pH 5.5)、21.1 g/L (pH 8.2), 丙酮中 1 000 g/L、乙醇中 1 000 g/L、正己烷中 50 g/L、正辛醇中 1 000 g/L、甲苯中 1 000 g/L;

——稳定性: 沸点温度以下稳定, 碱性条件不稳定。