

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4568—2025

氟铃脲原药

Hexaflumuron technical material

2025-01-09 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：德州绿霸精细化工有限公司、沈化测试技术(南通)有限公司、浙江南郊化学有限公司、农业农村部农药检定所、浙江省农业科学院。

本文件主要起草人：俞建忠、段丽芳、张学忠、俞瑞鲜、尹凯、赵学平、梁亚琪。



氟铃脲原药

1 范围

本文件规定了氟铃脲原药的技术要求、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；描述了氟铃脲原药的试验方法。

本文件适用于氟铃脲原药产品的质量控制。

注：氟铃脲的其他名称、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 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法
- GB/T 30361—2013 农药干燥减量的测定方法

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

白色至粉红色粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

氟铃脲原药应符合表 1 的要求。

表 1 氟铃脲原药控制项目指标

项 目	指 标
氟铃脲质量分数，%	≥95.0
干燥减量，%	≤0.5
丙酮不溶物，%	≤0.5
pH	5.0～8.0

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 5.3.1 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 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

氟铃脲原药与氟铃脲标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。氟铃脲标样的红外光谱图见图 1。

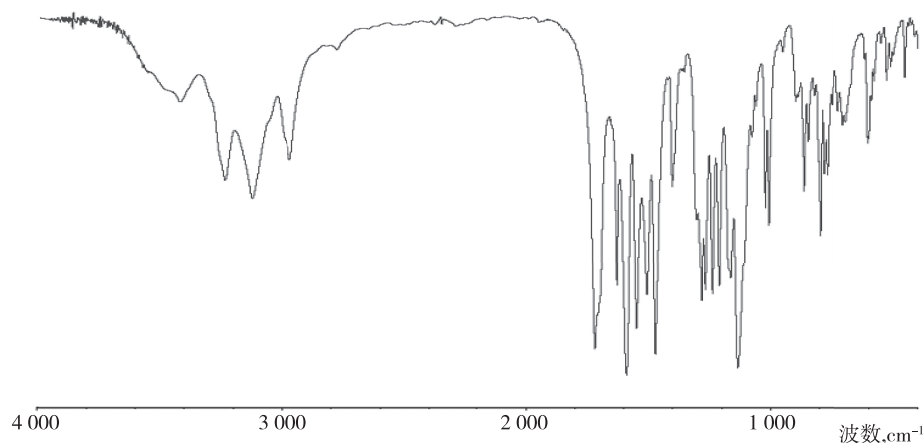


图 1 氟铃脲标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与氟铃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氟铃脲色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 氟铃脲质量分数

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的氟铃脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 氟铃脲标样：已知质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

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 (或具有同等效果的色谱柱)。

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： $\Psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 90:10$ 。

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:254 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.4.6 保留时间:氟铃脲约 3.2 min。

5.5.4.7 上述液相色谱操作条件,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。典型的氟铃脲原药的高效液相色谱图见图 2。

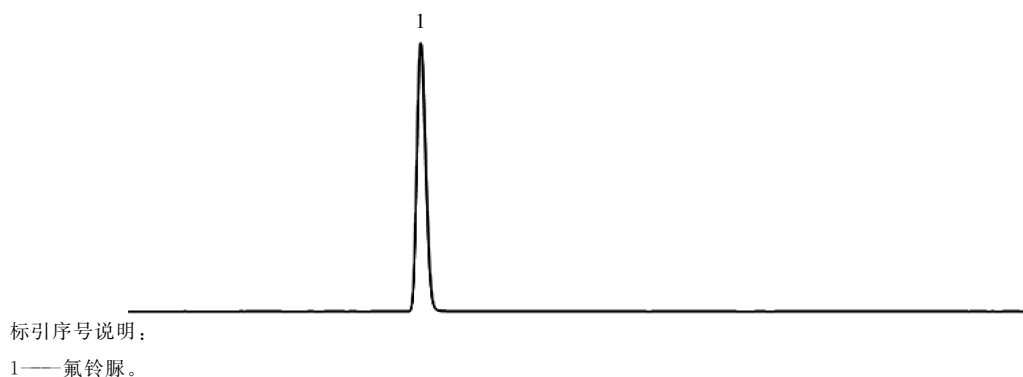


图 2 氟铃脲原药的高效液相色谱图

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)氟铃脲标样,置于 100 mL 容量瓶中;加入 80 mL 乙腈,超声波振荡 5 min;冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟铃脲的试样,置于 100 mL 容量瓶中;加入 80 mL 乙腈,超声波振荡 5 min;冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,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,直至相邻两针氟铃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。

5.5.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中氟铃脲的峰面积分别进行平均。试样中氟铃脲的质量分数按公式(1)计算。

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

式中:

w_1 ——试样中氟铃脲质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中氟铃脲峰面积的平均值;

m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中氟铃脲质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中氟铃脲峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.7 允许差

氟铃脲质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 干燥减量

按 GB/T 30361—2013 中 2.1 的规定执行。

5.7 丙酮不溶物

按 GB/T 19138 的规定执行。

5.8 pH

按 GB/T 1601 的规定执行。

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 章技术指标中外观、氟铃脲质量分数、干燥减量、pH。

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) 国家法定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 的规定判定检验结果是否符合本文件的要求。

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,氟铃脲原药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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

氟铃脲原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。氟铃脲原药采用清洁、干燥内衬塑料袋的编织袋或内衬保护层的铁桶或纸板桶包装,每袋或每桶净含量一般为 10 kg、20 kg、25 kg、50 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 3796 的规定。

8.2 储运

氟铃脲原药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,避免渗入地面;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)

氟铃脲的其他名称、结构式和基本物化参数

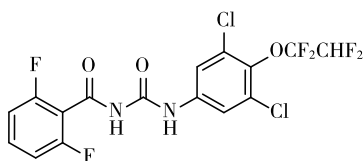
氟铃脲的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Hexaflumuron；

——CAS 登录号：86479-06-3；

——化学名称：1-[3,5-二氯-4-(1,1,2,2-四氟乙氧基)苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲；

——结构式：



——分子式： $C_{16}H_8Cl_2F_6N_2O_3$ ；

——相对分子质量：461.1；

——生物活性：杀虫；

——熔点：202 ℃～205 ℃；

——蒸气压(25 ℃)： 5.9×10^{-6} mPa；

——溶解度(20 ℃)：水 2.7×10^{-5} g/L(pH 9.7, 18 ℃)，丙酮 162 g/L、乙酸乙酯 100 g/L、甲醇 9.9 g/L、二甲苯 9.1 g/L、正庚烷 0.005 g/L、乙腈 15 g/L、辛醇 2 g/L、二氯甲烷 14.6 g/L、甲苯 6.4 g/L、异丙醇 3.0 g/L；

——稳定性：在 33 d 内，在 pH 5 下稳定，在 pH 7 下水解 6%，在 pH 9 下水解 60%；光解 DT_{50} 6.3 d (pH 5.0, 25 ℃)。