

团 体 标 准

T/CCPIA XXXX—2025

农药产品中氟溴草醚含量测定分析方法

Analysis Method for determination of cinflubrolin content of pesticides

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国农药工业协会 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这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东清原农冠作物科学有限公司、青岛清原作物科学集团有限公司、江苏清原农冠作物科学有限公司。

本文件主要起草人：郭瑞峰、王江涛、赵德、商洪溢、张兆真、张天星。

农药产品中氟溴草醚含量测定分析方法

1 范围

本文件描述了气相色谱法测定农药产品中氟溴草醚含量的定量分析方法。
本文件适用于农药产品中氟溴草醚含量的测定。
注：氟溴草醚的其他名称、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 603—2023 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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。

4.1 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。

4.2 鉴别实验

气相色谱法——本鉴别试验可与氟溴草醚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溴草醚色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

4.3 氟溴草醚质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，使用以HP-5毛细管柱和带氢火焰离子化检测器的气相色谱仪，对试样中氟溴草醚进行气相色谱分离和测定，内标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 丙酮。

4.3.2.2 内标物：邻苯二甲酸正二丁酯。

4.3.2.3 内标溶液：称取邻苯二甲酸二正丁酯 1.0 g(精确至 0.01 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加适量的丙酮溶解，并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.3.2.4 氟溴草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

4.3.3.2 色谱柱：30 m×0.25 mm(i.d.)毛细管柱，内壁涂 HP-5 固定液，膜厚 0.25 μm （或具有同等效果的色谱柱）。

4.3.3.3 过滤器：滤膜孔径为 0.45 μm 。

4.3.3.4 超声波清洗器。

4.3.4 气相色谱操作条件

4.3.4.1 温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）：柱温 210 保持 12 min，50 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 260，保持 2 min；气化室 250；检测室 270。

4.3.4.2 气体流量（ mL/min ）：载气（ N_2 ）1.0，氢气 40，空气 400，补偿气（ N_2 ）30。

4.3.4.3 分流比：30:1。

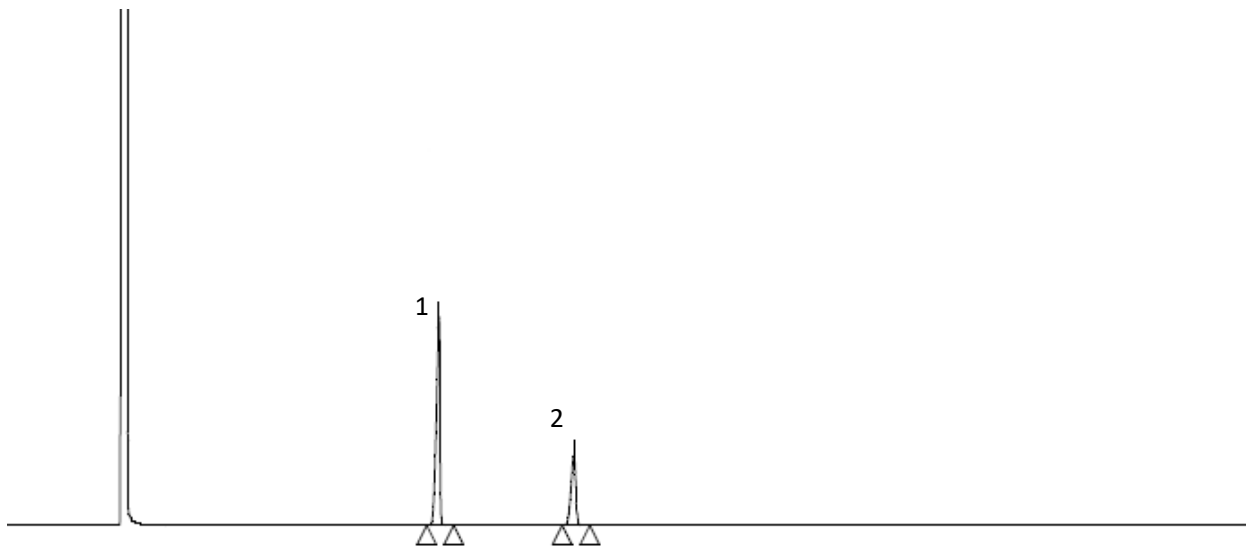
4.3.4.4 进样体积：1.0 μL 。

4.3.4.5 运行时间：30 min。

4.3.4.6 有效成分推荐浓度：1000 mg/L ，线性范围为 110 mg/L ~2000 mg/L 。

4.3.4.7 保留时间：内标物约 5.2 min，氟溴草醚约 6.8 min。

4.3.4.8 4.3.4.1~4.3.4.7 气相色谱操作条件，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。典型的氟溴草醚气相色谱图见图 1。



说明：1-内标物，2-氟溴草醚

图1 氟溴草醚标样典型气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

准确称取0.01 g（精确至0.000 01 g）氟溴草醚标样于10 mL容量瓶中，用移液管准确加入1.0 mL内标溶液，用丙酮定容，摇匀，备用。

4.3.5.2 试样溶液的制备

准确称取含氟溴草醚0.01 g（精确至0.000 01 g）的试样于10 mL容量瓶中，用移液管准确加入1.0 mL内标溶液，用丙酮定容，摇匀，备用。进样前用0.45 μm 孔径过滤器过滤。

注1：对于低含量固体样品，称样量对定容体积有影响的，应采用添加定量溶剂法。

注2：部分剂型需采用特殊的前处理方法，如水分散粒剂、悬浮剂，通常需要先添加少量水使试样分散后再溶解定容，颗粒剂、片状制剂等不均匀固体制剂通常需要研磨后再取样。

4.3.6 方法适用性确认

为确保该方法适用于被分析物，在测定前，对标样和试样中氟溴草醚进行GC-MS谱图和质谱图比对，标样和试样的保留时间和主要峰的质核比相同，试样无其他杂质干扰，表示方法适用。如不能达到要求，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。

注1：在实际应用中除载气类型和检测器类型不得改变外，其余如色谱柱内径与长度、液膜厚度、气体流量、进样口温度、柱温、进样量、分流比等，均可根据不同仪器、不同剂型产品特点作适当调整，以期获得最佳效果。

4.3.6.1 测定

在4.3.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氟溴草醚和内标物峰面积比值相对变化小于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。

4.3.7 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溴草醚的峰面积分别进行平均。试样中氟溴草醚质量分数按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——试样中氟溴草醚的质量分数，%；

r_2 ——试样溶液中氟溴草醚与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中氟溴草醚的质量分数，%；

r_1 ——标样溶液中氟溴草醚峰面积与内标物峰面积比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

附 录 A

(资料性)

氟溴草醚的其他名称、结构式和基本物化参数

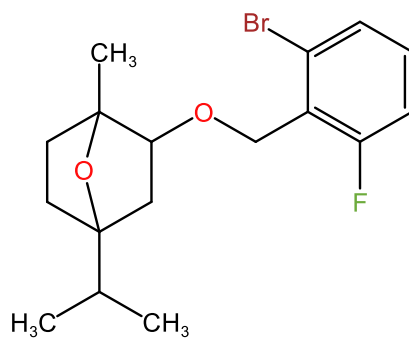
氟溴草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：cinflubrolin

——CAS登录号：2892524-04-6

——化学名称：2-((2-溴-6-氟苄基)氧)-4-异丙基-1-甲基-7-噁二环[2.2.1]庚烷

——结构式：



——分子式：C₁₇H₂₂BrFO₂

——相对分子质量：357.26（按2009年国际相对原子质量计）