

团 体 标 准

T/CCPIA XXXX—2025

农药产品中氟草啞含量测定分析方法

Analysis Method for determination of flufenoximacil 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：王江涛、赵德、商洪溢、张兆真、张天星、郭瑞峰。

农药产品中氟草啶含量测定分析方法

1 范围

本文件描述了液相色谱法测定农药产品中氟草啶混合体含量的定量分析方法。

本文件适用于农药产品中氟草啶混合体含量的测定。

注：氟草啶混合体、氟草啶的其他名称、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

液相色谱法——本鉴别试验可与氟草啶混合体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草啶混合体色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

4.3 氟草啶混合体质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+0.1%甲酸水为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和可调波长紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟草啶混合体-进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 乙腈：色谱级。

4.3.2.2 甲酸。

4.3.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

4.3.2.4 0.1%甲酸水溶液： ψ （甲酸：水）=1:1000。

4.3.2.5 氟草啶体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

4.3.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物（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 高效液相色谱操作条件

4.3.4.1 流动相梯度洗脱条件见表 1。

表1 流动相梯度洗脱条件

| 时间 min | 乙腈 (V/V) % | 0.1%甲酸水溶液 (V/V) % |
|-----------|---------------|----------------------|
| 0.0 | 55 | 45 |
| 20.0 | 55 | 45 |
| 20.5 | 85 | 15 |
| 35.0 | 85 | 15 |
| 35.5 | 55 | 45 |
| 45 | 55 | 45 |

4.3.4.2 流速：1.0 mL/min。

4.3.4.3 柱温：30 °C±2°C。

4.3.4.4 检测波长：254 nm。

4.3.4.5 进样体积：5 μL。

4.3.4.6 有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围为 60 mg/L~780 mg/L。

4.3.4.7 保留时间：氟草啶混合物约 15.7 min。

4.3.4.8 4.3.4.1~4.3.4.7 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。典型的氟草啶混合物高效液相色谱图见图 1。

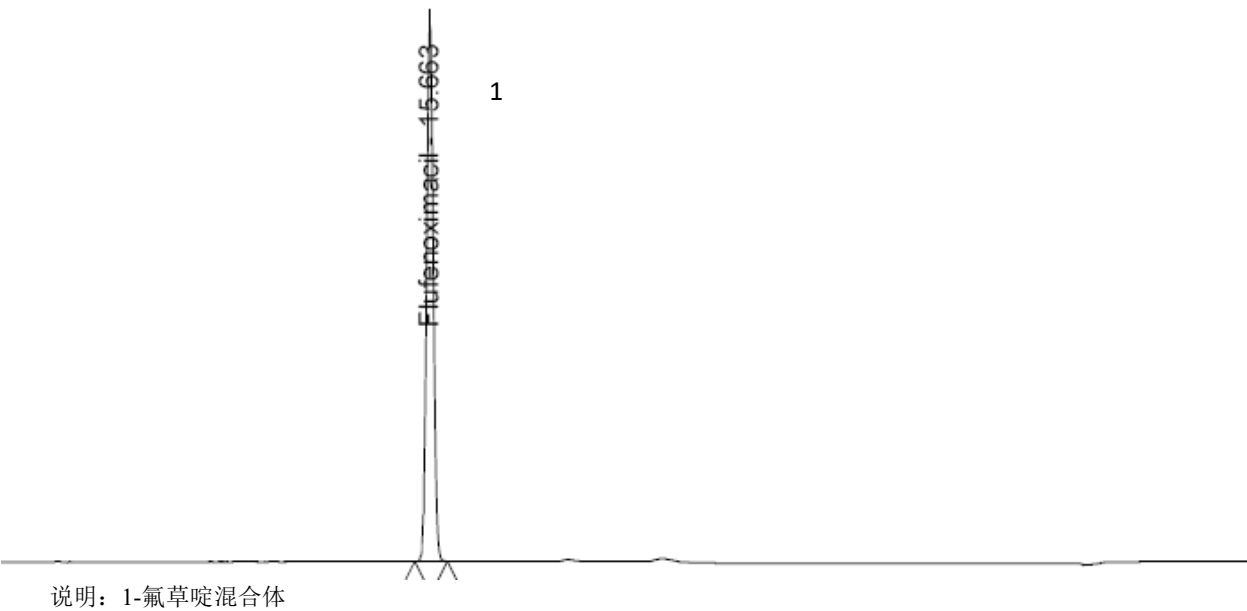


图1 氟草啶混合物标样高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取0.03 g（精确至0.000 01 g）氟草啶混合物标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡1 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氟草啶混合体0.03 g（精确至0.000 01 g）的试样于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，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，首先进行峰纯度确认，峰纯度达标表示方法适用。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：不同厂家仪器峰纯度指标可能存在差异，测试结果应符合峰纯度要求。
- 注2：在实际应用中除流动相组分、检测器类型和检测波长不得改变外，其余如色谱柱内径与长度、填料粒径、流动相流速、流动相组分比例、柱温、进样量等，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，直至相邻两针氟草啶混合体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。

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草啶混合体的峰面积分别进行平均。试样中氟草啶混合体质量分数按式（1）计算：

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

- 式中：
- w_1 ——试样中氟草啶混合体的质量分数，%；
 - A_2 ——试样溶液中氟草啶混合体峰面积的平均值；
 - m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 - ω ——标样中氟草啶混合体的质量分数，%；
 - A_1 ——标样溶液中氟草啶混合体峰面积的平均值；
 - m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

附录 A

(资料性)

氟草啶混合体、氟草啶的其他名称、结构式和基本物化参数

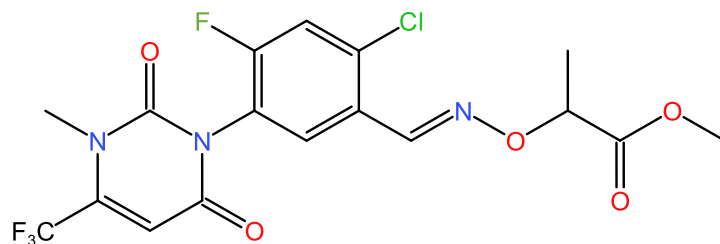
A.1 氟草啶消旋体的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：/

——CAS登录号：2669111-31-1

——化学名称：2-(2-氯-4-氟-5-(3-甲基-2,6-二氧-4-三氟甲基-3,6-二氢嘧啶-1(2H)-基)苯甲醛肟基)丙酸甲酯

——结构式：



——分子式：C₁₇H₁₄ClF₄N₃O₅

——相对分子质量：451.76 (按2009年国际相对原子质量计)

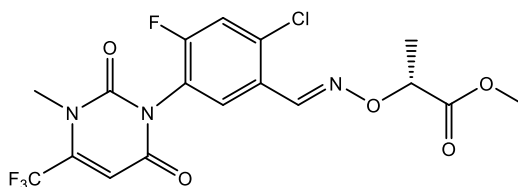
A.2 氟草啶的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：flufenoximacil

——CAS登录号：2759011-88-4

——化学名称：(R,E)-2-(2-氯-4-氟-5-(3-甲基-2,6-二氧-4-三氟甲基-3,6-二氢嘧啶-1(2H)-基)苯甲醛肟基)丙酸甲酯

——结构式：



——分子式：C₁₇H₁₄ClF₄N₃O₅

——相对分子质量：451.76 (按2009年国际相对原子质量计)