

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—XXXX

烯草酮乳油

Clethodim emulsifiable concentrate

（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：浙江中山化工集团股份有限公司、山东先达农化股份有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、青岛金尔农化研制开发有限公司、吴桥农药有限公司、中农立华生物科技股份有限公司。

本文件主要起草人：李彦飞、杨华春、张小军、王广月、王友信、刘会涛、周文斌。

烯草酮乳油

1 范围

本文件规定了烯草酮乳油的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了烯草酮乳油的试验方法。

本文件适用于烯草酮乳油产品的质量控制。

烯草酮的其他名称、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 1600 农药水分测定方法
GB/T 1601 农药pH值测定方法
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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
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 农药热贮稳定性测定方法
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

应为稳定的均相液体，无明显的悬浮物或沉淀。

4.2 技术指标

烯草酮乳油应符合表1的要求。

表1 烯草酮乳油技术指标

项 目	指 标		
	120g/L 规格	240g/L 规格	35%规格
烯草酮质量分数/%	13.0 ^{+1.4} _{-0.7}	25.0 ^{+3.0} _{-1.5}	35.0 ^{+3.4} _{-1.7}
烯草酮质量浓度 ^a （20℃）/（g/L）	120 ⁺¹⁴ ₋₇	240 ⁺²⁸ ₋₁₄	360 ⁺³⁶ ₋₁₈
水分（质量分数）/%	≤0.4		
pH值	4.0～7.0		
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	≤ 40		
低温稳定性	离析物的体积不超过 0.3 mL		
热储稳定性	热储后，烯草酮质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%，pH 值、乳液稳定性仍应符合要求，热储前后质量变化应不大于 1.0%。		
^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5.3.2进行，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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与烯草酮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烯草酮色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 烯草酮质量分数、质量浓度

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+乙酸乙酯+冰乙酸为流动相，使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的烯草酮进行正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 正己烷：色谱级。

5.5.2.2 乙酸乙酯：色谱级。

5.5.2.3 冰乙酸。

5.5.2.4 烯草酮锂盐标样：已知质量分数且不低于 97.0%。

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：150 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装硅胶、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： ψ （正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸）=94：4：2。

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℃）。

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：烯草酮约 8.6 min。

5.5.4.7 5.5.4.1～5.5.4.6 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。典型的烯草酮乳油高效液相色谱图见图 1～3。

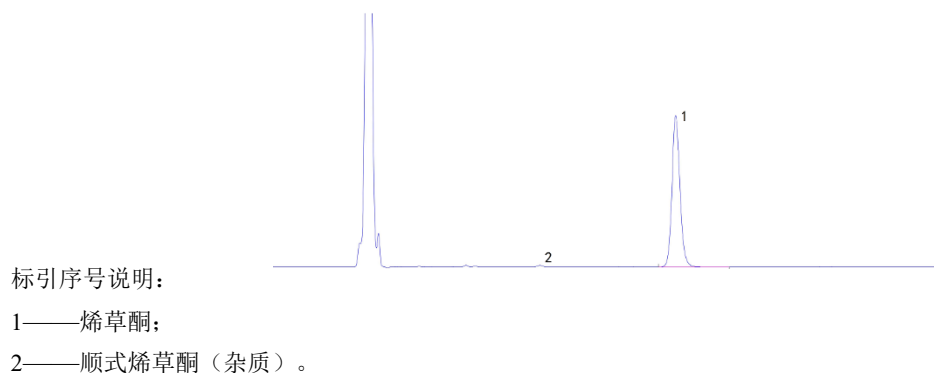
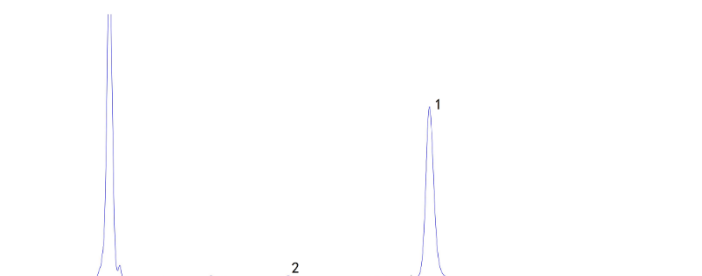


图1 120g/L 烯草酮乳油高效液相色谱图

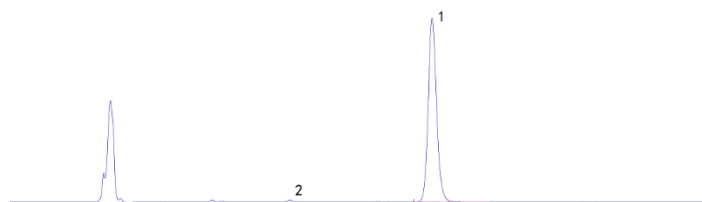


标引序号说明:

1——烯草酮;

2——顺式烯草酮(杂质)。

图2 240g/L 烯草酮乳油高效液相色谱图



标引序号说明:

1——烯草酮;

2——顺式烯草酮(杂质)。

图3 35% 烯草酮乳油高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g(精确至0.000 01 g)烯草酮锂盐标样于50 mL容量瓶中,加流动相和3 滴冰乙酸使之溶解,超声波振荡5 min,冷却至室温后,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g(精确至0.000 01 g)烯草酮的试样于50 mL容量瓶中,用流动相溶解,超声波振荡5 min,冷却至室温后,用流动相稀释至刻度,摇匀,过滤。

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,直至相邻两针烯草酮峰面积相对变化小于1.2%时,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的烯草酮峰面积分别进行平均,试样中烯草酮的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots(1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

w_1 ——试样中烯草酮的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中烯草酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中烯草酮的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中烯草酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

359.90——烯草酮的相对分子质量；

365.84——烯草酮锂盐的相对分子质量。

ρ_1 ——20℃时试样中烯草酮质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.1或3.2进行测定）；

10——换算系数。

5.5.7 允许差

烯草酮质量分数两次平行测定结果之差，120g/L 烯草酮乳油应不大于 0.4%；240g/L 烯草酮乳油应不大于 0.5%；35%烯草酮乳油应不大于 0.7%。烯草酮质量浓度两次平行测定结果之差，120g/L 烯草酮乳油应不大于 4g/L；240g/L 烯草酮乳油应不大于 5g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.8 乳液稳定性

按 GB/T 1603 进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.10 低温稳定性

按GB/T 19137—2003 中2.1进行。

5.11 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中4.4.1进行。热储条件为（54±2）℃储存7 天或（35±2）℃储存12 周。

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章中外观、烯草酮质量分数、烯草酮质量浓度、pH值、水分、乳液稳定性和持久起泡性。

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判定检验结果是否符合本文件要求。

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章的要求则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

在规定的储运条件下，烯草酮乳油的质量保证期，从生产日期算起为2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

烯草酮乳油的标志、标签和包装，应符合GB 4838 的规定。

烯草酮乳油用聚酯瓶包装，大包装每桶净含量不大于200 kg；小包装每瓶净含量为100 mL、200 mL、250 mL、500 mL，外用纸箱或钙塑箱包装，每箱净含量不超过15 kg。也可以根据用户要求和订货协议，可以采用其它形式的包装，但应符合GB 3796和GB 4838中的有关规定。

8.2 储运

烯草酮包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，应严防潮湿和日晒，不应与食物、种子和饲料混放，应避免与皮肤、眼睛接触，并防止由口鼻吸入。

附 录 A

(资料性)

烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

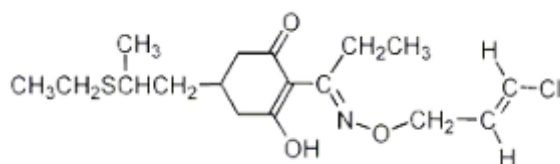
——ISO 通用名称：Clethodim；

——CAS 登录号：99129-21-2；

——CIPAC 数字代码：147

——化学名称：(±)-2-[(E)-3-氯烯丙氧基亚氨基]丙基-5-[2-(乙硫基)丙基]-3-羟基环己-2-烯酮

——结构式：



——分子式：C₁₇H₂₆ClNO₃S；

——相对分子质量：359.9；

——生物活性：除草；

——沸点：沸腾前分解；

——蒸气压（25℃）：1×10⁻² mPa；

——溶解度（g/L，20~25℃）：水 0.053（pH 4），5.45（pH 7），58.9（pH 9）；丙酮>900，二氯甲烷>100，DMF>900，乙烷>900，正己烷>900，甲醇>100，二甲苯>100

——稳定性：水解 DT₅₀ 28 d（pH 5）、300 d（pH 7）、310 d（pH 9）；水中光解：DT₅₀（无菌缓冲液，pH 5、7、9）1.7~9.6 d（不含光敏剂）、0.5~1.2 d（含光敏剂）

——稳定性：在紫外线、强酸、强碱条件下不稳定，热稳定性差。