

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

唑啉草酯乳油

Pinoxaden emulsifiable concentrate

（征求意见稿）

2020-XX-XX 发布

2020-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》给出的规则起草。

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。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

唑啉草酯乳油

1 范围

本文件规定了唑啉草酯乳油的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本文件适用于由唑啉草酯原药与乳化剂、助剂溶解在适宜的溶剂中配制成的唑啉草酯乳油。

注：唑啉草酯、安全剂解毒唑的其他名称、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—2001 农药水分测定方法
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 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—2003 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

应为稳定的均相液体，无可见悬浮物和沉淀物。

4.2 技术指标

唑啉草酯乳油还应符合表 1 要求。

表1 唑啉草酯乳油控制项目指标

项 目	指 标
唑啉草酯质量分数，%	5.0 ^{+0.5} _{-0.5}
解毒啉质量分数，%	1.25 ^{+0.18} _{-0.18}
水分，% ≤	0.5
pH 范围	4.0~7.0
乳液稳定性（稀释 200 倍）	合格
持久起泡性（1 min 后泡沫量），mL ≤	45
低温稳定性 ^a	合格
热储稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。	

5 试验方法

安全提示：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，并保证符合国家有关法规的规定。

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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.2 进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与唑啉草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唑啉草酯的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 唑啉草酯（解毒啉）质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 ZORBAX SB-C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 242 nm 下对试样中的唑啉草酯（解毒啉）进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。
磷酸。

磷酸溶液： Ψ （磷酸：水）=2:1000。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

唑啉草酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

解毒啞标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 ZORBAX SB-C₁₈、5 μ m 填充物(或同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相 A：乙腈，经滤膜过滤，并进行脱气。

流动相 B：磷酸溶液，经滤膜过滤，并进行脱气。

梯度洗脱条件见表 2。

表2 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A	流动相 B	流速/mL/min
0.0	45	55	1.5
23.0	45	55	1.5
23.1	80	20	2.0
28.0	80	20	2.0
28.1	45	55	1.5
32.0	45	55	1.5

流速：1.5 mL/min；

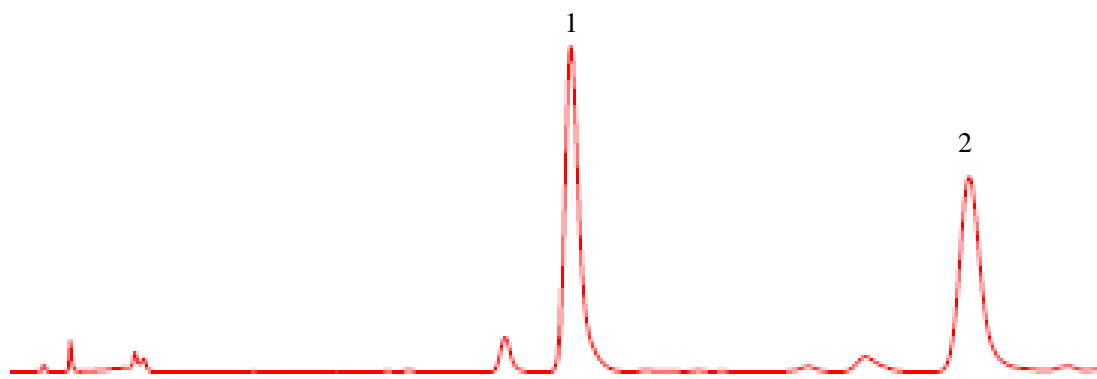
柱温：30 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C；

检测波长：242 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：唑啉草酯约 12.3 min，解毒啞约 21.0 min。

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。
典型的唑啉草酯乳油高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——啉啉草酯。

2——解毒啉。

图1 啉啉草酯乳油高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 01 g) 啉啉草酯标样和 0.01 g (精确至 0.000 01 g) 解毒啉标样, 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。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 啉啉草酯的试样, 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, 过滤。

5.4.5.3 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, 直至相邻两针啉啉草酯 (解毒啉) 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。

5.4.5.4 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啉啉草酯 (解毒啉) 峰面积分别进行平均, 试样中啉啉草酯 (解毒啉) 质量分数按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中啉啉草酯 (解毒啉) 的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中啉啉草酯 (解毒啉) 峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中啉啉草酯 (解毒啉) 质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中啉啉草酯 (解毒啉) 峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

5.4.6 允许差

质量分数两次平行测定结果之差，唑啉草酯应不大于 0.3%，解毒唑应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.7 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行试验。量筒中无浮油（膏）、沉油和沉淀析出为合格。

5.8 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

5.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

5.10 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热储后，唑啉草酯和解毒唑质量分数不低于储前的 95%，pH 值和乳液稳定性仍符合文件要求为合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，唑啉草酯乳油的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

唑啉草酯乳油的标志、标签和包装，应符合 GB 4838 的规定。

唑啉草酯乳油包装采用塑料瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量 100 mL 等，外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，

每箱净含量不超过 12 kg；也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB4838 的规定。

7.2 储运

唑啉草酯乳油储运时，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。包装件储存在通风、干燥的仓库中。

附 录 A

(资料性)

唑啉草酯、解毒唑的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分唑啉草酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

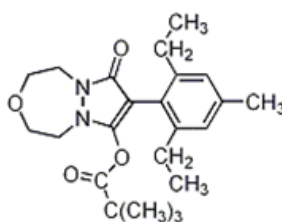
ISO通用名称: Pinoxaden

CAS登录号: 243973-20-8

CIPAC数字代号: 657

化学名称: 8-(2,6-二乙基对甲苯基)-1,2,4,5-四氢-7-氧-7H-吡唑[1,2-d][1,4,5]噁二氮杂卓-9-基-2,2-二甲基丙酸酯

结构式:



实验式: $C_{23}H_{32}N_2O_4$

相对分子质量: 400.511

生物活性: 除草

熔点: $120.5\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 121.6\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): $2.0 \times 10^{-9}\text{ mPa}$

密度($21\text{ }^{\circ}\text{C}$): 1.16 g/cm^3

溶解度: 水中溶解度 (mg/L , $25\text{ }^{\circ}\text{C}$) 200; 有机溶剂中溶解度 (g/L , $20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 丙酮250, 二氯甲烷>500, 乙酸乙酯130, 正己烷1.0, 甲醇260, 辛醇140, 甲苯130

稳定性: 水解 DT_{50} 24.1 d ($\text{pH } 4$)、25.3 d ($\text{pH } 5$)、14.9 d ($\text{pH } 7$)、0.3 d ($\text{pH } 9$)

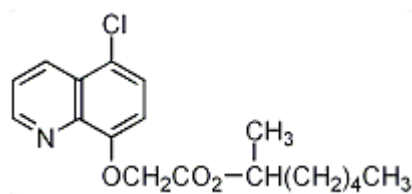
A.2 本产品安全剂解毒唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Cloquintocet-mexyl

CAS登录号: 99607-70-2

化学名称: 1-甲基己基(5-氯-8-唑啉氧基)乙酸酯; (5-氯唑啉-8-基氧基)乙酸(1-甲基己)酯

结构式:



实验式: $C_{18}H_{22}ClNO_3$

相对分子质量: 335.8

生物活性: 除草剂安全剂

沸点 (760 mmHg): $448.4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 30.0\text{ }^{\circ}\text{C}$

熔点: $69\text{ }^{\circ}\text{C}$
