

# 团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

## 噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油

Metamifop and cyhalofop-butyl 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 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

# 噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油

## 1 范围

本文件规定了噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由符合文件的噁唑酰草胺原药、氰氟草酯原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油。

注：噁唑酰草胺和氰氟草酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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

应为稳定的均相油状液体，无可见的悬浮物和沉淀。

### 4.2 技术指标

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油还应符合表1要求。

表1 噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油控制项目指标

项          目		指标	
		20%	20%
噁唑酰草胺质量分数/%		8.0 <sup>+0.8</sup> <sub>-0.8</sub>	10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
氰氟草酯质量分数/%		12.0 <sup>+0.7</sup> <sub>-0.7</sub>	10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
噁唑酰草胺比例[(R):(R+S)] <sup>a</sup>	≥	0.95	
氰氟草酯比例[(R):(R+S)] <sup>a</sup>	≥	0.95	
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	≤	60	
低温稳定性 <sup>a</sup>		合格	
热储稳定性 <sup>a</sup>		合格	
<sup>a</sup> 正常生产时，噁唑酰草胺比例、氰氟草酯比例、低温稳定性、热储稳定性试验每3个月至少测定一次。			

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5.3.2方法进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于800 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与噁唑酰草胺和氰氟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噁唑酰草胺和氰氟草酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 噁唑酰草胺混合体和氰氟草酯混合体质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长234 nm下对试样中的噁唑酰草胺（R-对映体+S-对映体）和氰氟草酯（R-对映体+S-对映体）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

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

冰乙酸溶液： $\psi$ （水：冰乙酸）=1000：2。

噁唑酰草胺标样：已知噁唑酰草胺混合物（*R*-对映体+*S*-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

氰氟草酯标样：已知氰氟草酯混合物（*R*-对映体+*S*-对映体）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：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

#### 5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=85:15，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

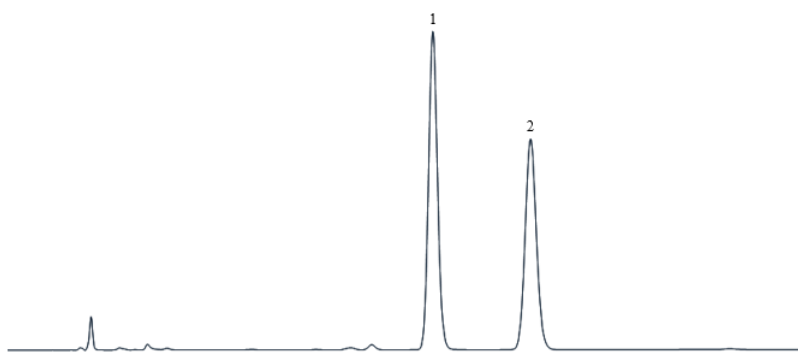
柱温：室温（温差应不大于 2 °C）。

检测波长：234 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：氰氟草酯（*R*-对映体+*S*-对映体）约 8.0 min；噁唑酰草胺（*R*-对映体+*S*-对映体）约 9.6 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，典型的噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油的高效液相色谱图见图1。



说明：

1——氰氟草酯；

2——噁唑酰草胺。

图1 噁唑酰草胺·氰氟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 0.02 g（精确至 0.000 01 g）噁唑酰草胺标样、0.03 g（精确至 0.000 01 g）氰氟草酯标样于 100 mL 容量瓶中，加入 50 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

#### 5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 01 g）噁唑酰草胺的试样于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.4.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针噁唑酰草胺和氰氟草酯峰面积相对变化小于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。

#### 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噁唑酰草胺和氰氟草酯峰面积分别进行平均，试样中噁唑酰草胺（*R*-对映体+*S*-对映体）和氰氟草酯（*R*-对映体+*S*-对映体）的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中噁唑酰草胺（氰氟草酯）的质量分数，以%表示；

$A_2$ ——试样溶液中噁唑酰草胺（氰氟草酯）峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样溶液中噁唑酰草胺（氰氟草酯）的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中噁唑酰草胺（氰氟草酯）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$K$ ——试样中噁唑酰草胺（氰氟草酯）*R*-对映体比例（按5.5方法进行测定）。

#### 5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，噁唑酰草胺质量分数应不大于0.2%，氰氟草酯质量分数应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.5 噁唑酰草胺比例和氰氟草酯比例的测定

#### 5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用Chiralcel AD-H为填充物的不锈钢手性柱和紫外检测器，在波长234 nm下对试样中噁唑酰草胺和噁唑酰草胺*S*-对映体、氰氟草酯和氰氟草酯*S*-对映体进行高效液相色谱分离。

#### 5.5.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

噁唑酰草胺外消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

氰氟草酯外消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 5.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Chiralcel AD-H、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：10 μL。

超声波清洗器。

#### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：异丙醇）=80:20，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

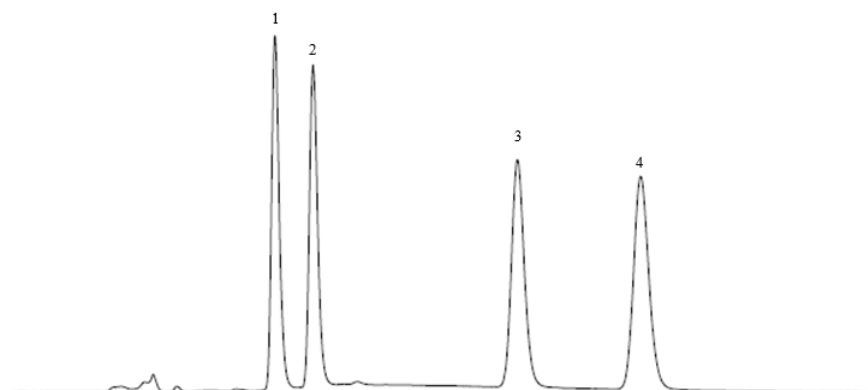
柱温：室温（温差应不大于 2 ℃）。

检测波长：234 nm。

进样体积：10 μL。

保留时间：氰氟草酯-S-对映体约6.4 min，氰氟草酯约7.1 min；噁唑酰草胺约11.2 min，噁唑酰草胺-S-对映体约13.7 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，典型的噁唑酰草胺标样和氰氟草酯标样的高效液相色谱图见图1。



说明：

1——氰氟草酯-S-对映体；

2——氰氟草酯；

3——噁唑酰草胺；

4——噁唑酰草胺-S-对映体。

图2 噁唑酰草胺和氰氟草酯标样高效液相色谱图

#### 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）噁唑酰草胺标样、0.03 g（精确至0.000 01 g）氰氟草酯标样于50 mL容量瓶中，加入30 mL流动相，超声波振荡5 min，冷却至室温，用流动相定容至刻度，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）噁唑酰草胺的试样于50 mL容量瓶中，加入30 mL流动相，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，用流动相定容至刻度，摇匀，过滤。

### 5.5.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针噁唑酰草胺和氰氟草酯峰面积相对变化小于 1.5% 后，即可进行噁唑酰草胺比例和氰氟草酯比例测定。

### 5.5.5.4 计算

将测得的两针试样溶液中噁唑酰草胺和噁唑酰草胺 *S*-对映体、氰氟草酯和氰氟草酯 *S*-对映体峰面积分别进行平均，试样中噁唑酰草胺比例和氰氟草酯比例按式（2）计算：

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

*K*——试样中噁唑酰草胺（氰氟草酯）*R*-对映体比例；

*A<sub>R</sub>*——两针试样溶液中，噁唑酰草胺（氰氟草酯）峰面积的平均值；

*A<sub>S</sub>*——两针试样溶液中，噁唑酰草胺（氰氟草酯）*S*-对映体峰面积的平均值。

## 5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

## 5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 5.8 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行，稀释倍数为 200 倍。上无浮油（膏）、下无沉淀（沉油）为合格。

## 5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行

## 5.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行，储后离心管底部析析物的体积不超过 0.3 mL 合格。

## 5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热储后，噁唑酰草胺和氰氟草酯质量分数应不低于储前的 95%，噁唑酰草胺比例、氰氟草酯比例、pH 值和乳液稳定性符合表 1 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，噁唑酰草胺·氰氟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

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油采用聚酯瓶或玻璃瓶包装，每桶净重5 kg、20 kg、50 kg或200 kg，每瓶净含量一般为50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。外包装为钙塑箱或纸板箱，每箱2.5 kg、5 kg或10 kg；根据用户要求或定货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

### 7.2 储运

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油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，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 (资料性附录)

### 噁唑酰草胺和氰氟草酯的其它名称、结构式和基本物化参数

#### A.1 本产品有效成分噁唑酰草胺的其他名称、结构式和基本物化参数

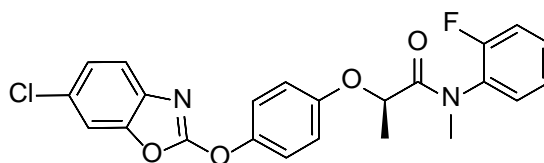
中文通用名：噁唑酰草胺

ISO通用名称：Metamifop

CAS登录号：256412-89-2

化学名称：(R)-2-[4-(6-氯-1,3-苯并噁唑-2-基氧基)苯氧基]-2'-氟-N-甲基丙酰替苯胺

结构式：



实验式：C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>ClFN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

相对分子质量：440.8

生物活性：除草剂

熔点 (°C)：77.5

蒸汽压 (25 °C)：1.51×10<sup>-4</sup> mPa

溶解度 (g/L, 25 °C)：水 6.87×10<sup>-4</sup>，丙酮、甲醇、二甲苯、乙酸乙酯中大于 250

稳定性：在土壤中主要通过化学和微生物两种途径降解，25 °C时正常条件下在土壤中的半衰期为 40~60 d

#### A.2 本产品有效成分氰氟草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

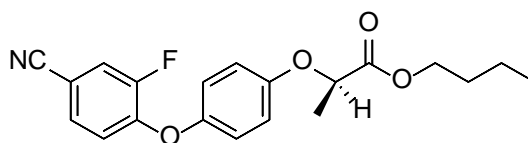
中文通用名：氰氟草酯

ISO通用名称：Cyhalofop-butyl

CAS登录号：122008-85-9

化学名称：(R)-2-[4-(4-氰基-2-氟苯氧基)苯氧基]丙酸丁酯

结构式：



实验式：C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>FNO<sub>4</sub>

相对分子质量：357.4

生物活性：除草剂

熔点 (°C)：48~49

蒸汽压 (20 °C)：1.2×10<sup>-6</sup> Pa

溶解度 (20 °C): 水 0.7 mg/L (pH 7), 二甲苯 47.7%, 丙酮 60.7%, 乙腈 57.3%, 甲醇 37.3%, 三氯甲烷 59.4%

稳定性: pH 4.0 时稳定, pH 7.0 时缓慢分解, pH 1.2 或 9.0 时迅速分解

---