

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2020

氟铃脲·辛硫磷乳油

Hexaflumuron and phoxim emulsifiable concentrate

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《文件化工作导则 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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：XXX

本标准主要起草人：XXX

氟铃脲·辛硫磷乳油

1 范围

本标准规定了氟铃脲·辛硫磷乳油的要求、试验方法、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运。

本标准适用于符合标准的氟铃脲原药、辛硫磷原药、助剂和填料加工而成的氟铃脲·辛硫磷乳油。

注：氟铃脲、辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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

稳定的均相液体，无可见的悬浮物或沉淀。

4.2 技术指标

氟铃脲·辛硫磷乳油还应符合表1要求。

表1 氟铃脲·辛硫磷乳油控制项目指标

项 目	指 标
氟铃脲质量分数/%	2.0 ^{+0.2} _{-0.2}
辛硫磷质量分数/%	18.0 ^{+1.0} _{-1.0}
水分/% ≤	0.5
pH范围	5.0~8.0
持久起泡性（1 min后的泡沫量）/mL ≤	40
乳液稳定性（稀释200倍）	合格
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、热储稳定性每 3 个月至少测定一次。	

5 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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

本标准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

按照GB/T 1605—2001中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1000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与氟铃脲、辛硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中氟铃脲、辛硫磷的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 氟铃脲和辛硫磷质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以TC-C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在检测波长254 nm下，对试样中的氟铃脲、辛硫磷进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

- 甲醇：色谱纯。
- 水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。
- 氟铃脲标样：已知氟铃脲质量分数 $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 辛硫磷标样：已知辛硫磷质量分数 $\omega \geq 96.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C₁₈、5 μm填充物（或具同等效果的色谱柱）。

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 液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=75:25，经滤膜过滤，并超声脱气。

流量：1.0 mL/min。

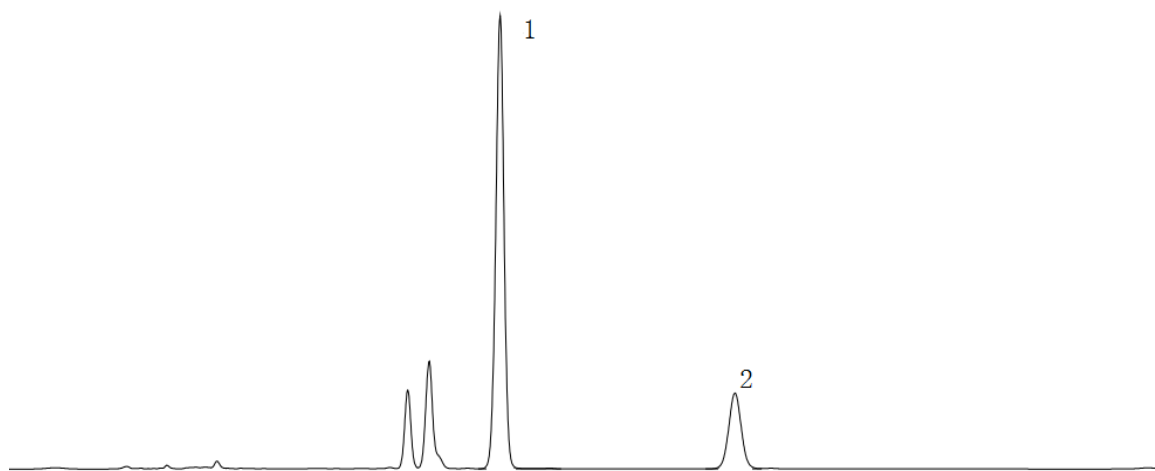
柱温：30±2℃。

检测波长：254 nm。

进样量：5 μL。

保留时间：辛硫磷约10.7 min；氟铃脲约15.8 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。
典型的氟铃脲·辛硫磷乳油高效液相色谱图（见图1）。



说明：

1——辛硫磷；

2——氟铃脲。

图1 氟铃脲·辛硫磷乳油中氟铃脲和辛硫磷的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 辛硫磷标样（精确至 0.000 1 g）和 0.01 g 氟铃脲标样（精确至 0.000 01 g），置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡 5 min 使标样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取 0.5 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，过滤。

5.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氟铃脲与辛硫磷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前后两针标样溶液中氟铃脲与辛硫磷峰面积分别进行平均。试样中氟铃脲（辛硫磷）质量分数按式（1）计算：

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

式中：

- ω_1 ——试样中氟铃脲（辛硫磷）质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中氟铃脲（辛硫磷）峰面积的平均值；
- m_1 ——氟铃脲（辛硫磷）标样的质量，单位为克（g）；
- ω ——标样中氟铃脲（辛硫磷）的质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中氟铃脲（辛硫磷）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

氟铃脲和辛硫磷质量分数两次平行测定结果之差应分别不大于0.2%和0.6%，取其算数平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按GB/T 1600—2001中的2.1进行。

5.6 pH 值的测定

按GB/T 1601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 持久起泡性的测定

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，离心管底部析析物的体积不超过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，氟铃脲质量分数、辛硫磷质量分数不低于储前的95%，pH值、乳液稳定性符合标准要求为合格。

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，氟铃脲·辛硫磷乳油的质量保证期，从生产日期起为2年，质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装和储运

7.1 标志、标签和包装

氟铃脲·辛硫磷乳油的标志、标签和包装应符合GB 4838的规定。

氟铃脲·辛硫磷乳油应用聚酯瓶包装，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，但要符合 GB 4838中的有关规定。

7.2 储运

氟铃脲·辛硫磷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)

氟铃脲和辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数

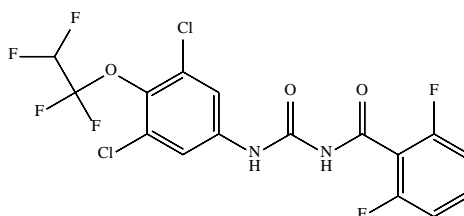
A.1 本产品有效成分氟铃脲的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Hexaflumuron

CAS登录号：86479-06-3

化学名称：1-[3,5-二氯-4-(1,1,2,2-四氟乙氧基)苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲

结构式：



实验式： $C_{16}H_8Cl_2F_6N_2O_3$

相对分子质量：461.14

生物活性：杀虫

熔点：202℃~205℃

蒸气压（25℃）： 5.9×10^{-6} mPa

溶解度（20℃-25℃）：水中 0.027 mg/L（pH值9.7）；丙酮 162 g/L、乙腈 15 g/L、二氯甲烷 14.6 g/L、乙酸乙酯100 g/L、正庚烷 0.005 g/L、异丙醇 3.0 g/L、甲醇 9.9 g/L、正辛醇 2 g/L、甲苯 6.4 g/L、二甲苯 9.1 g/L

稳定性：33天后，在pH 5条件下稳定，pH 7条件下水解6%，pH 9条件下水解60%；光解DT₅₀ 6.3 d（pH 5.0，25℃）

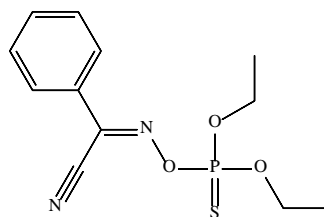
A.2 本产品有效成分辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Phoxim

CAS登录号：14816-18-3

化学名称：*o,o*-二乙基-*o*- α -氰基亚苄胺基硫代磷酸酯

结构式：



实验式: $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}$

相对分子质量: 298.3

生物活性: 杀虫

熔点: $5^{\circ}\text{C}\sim 6^{\circ}\text{C}$

蒸气压 (20°C): 0.18 mPa

溶解度 (室温): 水 7 mg/L; 二氯甲烷大于500 g/kg, 异丙醇大于60 g/kg, 稍溶于石油醚

稳定性: 原药在室温为浅红色油状物。蒸馏时分解, 对水和酸性介质稳定
