

团 体 标 准

T/CCPIA 067—2021

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油

Metamifop and cyhalofop-butyl emulsifiable concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 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：安徽众邦生物工程有限公司、安徽美程化工有限公司、江苏富田农化有限公司、浙江省农业科学院。

本文件主要起草人：赵学平、马伦东、曹晓晓、钟娉婷、张习奇、崔雨华。



CCPIA

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·氰氟草酯乳油的技术要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油产品的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

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 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 技术要求

4.1 外观

稳定的均相液体，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%规格	20%规格
噁唑酰草胺质量分数/%	8.0 ^{-0.8} _{-0.8}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
氰氟草酯质量分数/%	12.0 ^{+0.7} _{-0.7}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
噁唑酰草胺比例[(R):(R+S)] ^a /%	≥96	
氰氟草酯比例[(R):(R+S)] ^a /%	≥95	
水分/%	≤0.5	
pH值	4.0~7.0	
乳液稳定性(稀释200倍)	上无浮油(膏)、下无沉淀(沉油)为合格。	
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL	≤60	
低温稳定性 ^a	冷储后, 储后离心管底部析物的体积不超过0.3 mL合格。	
热储稳定性 ^a	热储后, 噁唑酰草胺和氰氟草酯质量分数应不低于储前测得质量分数的95%, 噁唑酰草胺比例、氰氟草酯比例、pH值和乳液稳定性仍应符合本文件要求。	
^a 正常生产时, 噁唑酰草胺比例、氰氟草酯比例、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

警示：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，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

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800 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噁唑酰草胺、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或氰氟草酯色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 噁唑酰草胺质量分数和噁唑酰草胺异构体比例的测定、氰氟草酯质量分数和氰氟草酯异构体比例的测定(直接法)(仲裁法)

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氰氟草酯进行高效液相色谱分离，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 异丙醇：色谱级。

5.5.2.3 噁唑酰草胺标样：已知噁唑酰草胺质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 氰氟草酯标样：已知氰氟草酯质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：10 μL 。

5.5.3.5 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：体积比 Ψ (正己烷:异丙醇)=80:20。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

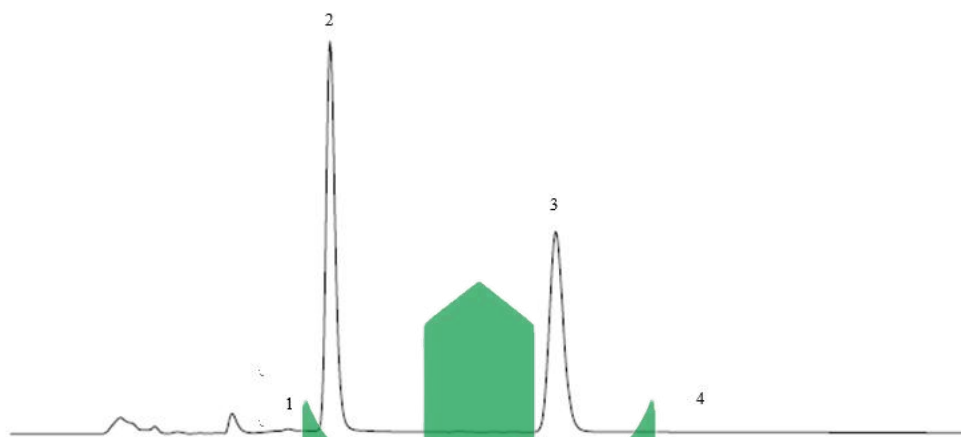
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长：234 nm。

5.5.4.5 进样体积：10 μL 。

5.5.4.6 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。

5.5.4.7 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·氰氟草酯乳油正相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1 噁唑酰草胺和氰氟草酯乳油正相高效液相色谱图

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，置于50 mL容量瓶中，加入30 mL流动相，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，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）噁唑酰草胺的试样，置于50 mL容量瓶中，加入30 mL流动相，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，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1.2%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。

5.5.5.4 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（氰氟草酯）的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

- ω_1 ——噁唑酰草胺（氰氟草酯）的质量分数，以百分数（%）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，单位为克（g）；
- ω ——标样溶液中噁唑酰草胺（氰氟草酯）的质量分数，以百分数（%）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，单位为克（g）。

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，以百分数（%）表示；

A_R ——两针试样溶液中，噁唑酰草胺（氰氟草酯）峰面积的平均值；

A_S ——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。

5.5.6 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 0.3%，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。

5.6 噁唑酰草胺质量分数和噁唑酰草胺异构体比例的测定、氰氟草酯质量分数和氰氟草酯异构体比例的测定（间接法）

5.6.1 噁唑酰草胺混合体和氰氟草酯总酯质量分数的测定

5.6.1.1 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 C_{18} 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混合体（噁唑酰草胺+*S*-对映体）和氰氟草酯总酯（氰氟草酯+*S*-对映体）进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.6.1.2 试剂和溶液

5.6.1.2.1 甲醇：色谱级。

5.6.1.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.1.2.3 冰乙酸溶液： $\Psi_{(水:冰乙酸)} = 1000:2$ 。

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

5.6.1.2.5 氰氟草酯体标样：已知氰氟草酯总酯（氰氟草酯体+*S*-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.1.3 仪器

5.6.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.6.1.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.6.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.1.3.4 定量进样管：5 μL 。

T/CCPIA 067—2021

5.6.1.3.5 超声波清洗器。

5.6.1.4 仪器高效液相色谱操作条件

5.6.1.4.1 流动相：体积比 ψ （甲醇：冰乙酸溶液）=85:15。

5.6.1.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.6.1.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于 2 °C）。

5.6.1.4.4 检测波长：234 nm。

5.6.1.4.5 进样体积：5 μ L。

5.6.1.4.6 保留时间：氰氟草酯总酯（氰氟草酯+S-对映体）约 8.0 min、噁唑酰草胺混合体（噁唑酰草胺+S-对映体）约 9.6 min。

5.6.1.4.7 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·氰氟草酯乳油反相高效液相色谱图见图 2。



图 2 噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油反相高效液相色谱图

5.6.1.5 测定步骤

5.6.1.5.1 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，置于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.6.1.5.2 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，置于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.6.1.5.3 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 1.2% 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。

5.6.1.6 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，试样中噁唑酰草胺混合物（噁唑酰草胺+S-对映体）和氰氟草酯总酯（氰氟草酯+S-对映体）的质量分数按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega}{A_3 \times m_4} \times K \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω_2 ——噁唑酰草胺混合物（氰氟草酯总酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_4 ——试样溶液中，噁唑酰草胺混合物（氰氟草酯总酯）峰面积的平均值；

m_3 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样溶液中噁唑酰草胺混合物（氰氟草酯总酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_3 ——标样溶液中，噁唑酰草胺混合物（氰氟草酯总酯）峰面积的平均值；

m_4 ——试样的质量，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5.6.2方法进行测定）。

5.6.1.7 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 0.3%，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。

5.6.2 噁唑酰草胺比例和氰氟草酯比例的测定（同 5.5）

5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.9 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行，稀释倍数为 200 倍。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。

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章技术指标中除热储稳定性和低温稳定性以外的所有项目。

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) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标要求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,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,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 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 4838 的规定。

噁唑酰草胺·氰氟草酯乳油应采用聚酯瓶、聚乙烯瓶包装或高阻隔瓶包装,并应有铝箔封口,每瓶的净含量可以为50 g(mL)、100 g (mL)、250 g (mL)、500 g (mL)、1 kg (L)等,也可采取更大包装;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱,每箱的净含量不应超过15 kg,也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 4838的规定。

8.2 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)

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

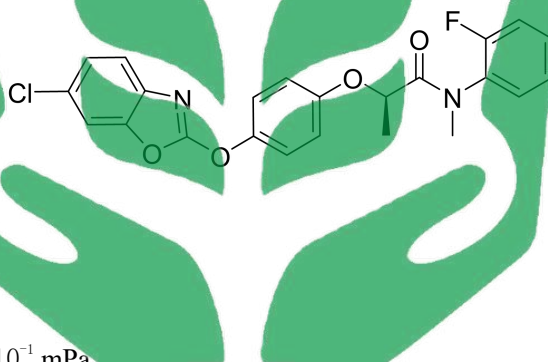
噁唑酰草胺、氰氟草酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 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]-N-(2-氟苯)-N-甲基丙酰胺

结构式：



分子式：C₂₃H₁₈ClFN₂O₄

相对分子质量：440.9

生物活性：除草

熔点 (°C)：77.0~78.5

蒸气压 (25 °C)：1.51×10⁻¹ mPa

溶解度 (g/L, 20 °C)：水 6.87×10⁻⁴ (pH 7)，丙酮>250，1,2-二氯乙烷>250，乙酸乙酯>250，甲醇>250，二甲苯>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

(2) 氰氟草酯

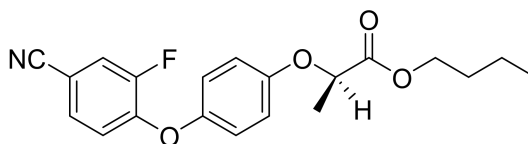
ISO通用名称：Cyhalofop-butyl

CAS登录号：122008-85-9

CIPAC数字代码：596

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：



分子式：C₂₀H₂₀FNO₄

相对分子质量：357.4

生物活性：除草

熔点 (°C)：49.5

蒸气压 (25 °C)：5.3×10⁻² mPa

溶解度 (g/L, 20 °C)：在水中 0.44 mg/L (非缓冲溶液)，0.46 mg/L (pH 5)，0.44 mg/L (pH

T/CCPIA 067—2021

7); 乙腈>250, 正庚烷 6.06, 正辛醇 16.0, 二氯甲烷>250, 甲醇>250, 丙酮>250, 乙酸乙酯>250
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

