

团 体 标 准

T/CCPIA 063—2021

5%唑啉草酯乳油

5%Pinoxaden 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、河北临港化工有限公司、海利尔药业集团股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：段丽芳、陈银银、毕超、熊攀、张磊、刘素良、葛家成、李晓静。



CCPIA

5%唑啉草酯乳油

1 范围

本文件规定了5%唑啉草酯乳油的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于5%唑啉草酯乳油产品生产的质量控制，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：唑啉草酯、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 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，无可见悬浮物和沉淀物。

4.2 技术指标

5%唑啉草酯乳油还应符合表1要求。

表 1 5%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}
解毒啞质量分数 ^a /%	1.25 ^{+0.18} _{-0.18}
水分/%	≤0.5
pH 值	4.0~7.0
乳液稳定性（稀释 200 倍）	无浮油（膏）、沉油和沉淀析出。
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL	≤45
低温稳定性 ^a	冷储后，离心管底部离析物体积不大于 0.3 mL。
热储稳定性 ^a	热储后，唑啉草酯和解毒啞质量分数不低于储前测得质量分数的 95%，pH 值和乳液稳定性仍符合本文件要求。
^a 正常生产时，解毒啞质量分数、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 200 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 唑啉草酯鉴别的高效液相色谱法

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色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

5.3.2 解毒啞鉴别的高效液相色谱法

本鉴别试验可与解毒啞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解毒啞的色谱峰的保留时间，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 唑啉草酯和解毒啞质量分数的测定

5.5.1 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 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和解毒唑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 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸溶液：体积比 $\Psi_{\text{（磷酸：水）}}=2:1000$ 。

5.5.2.5 唑啉草酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 解毒唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：5 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 A：乙腈。

5.5.4.2 流动相 B：磷酸溶液。

5.5.4.3 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/%
0.0	45	55
23.0	45	55
23.1	90	10
31.0	90	10
31.1	45	55
35.0	45	55

5.5.4.4 流速：1.5 mL/min。

5.5.4.5 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2$ $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.6 检测波长：242 nm。

5.5.4.7 进样体积：5 μL 。

5.5.4.8 保留时间：唑啉草酯约 12.3 min、解毒唑约 21.0 min。

5.5.4.9 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5%唑啉草酯乳油高效液相色谱图见图1。

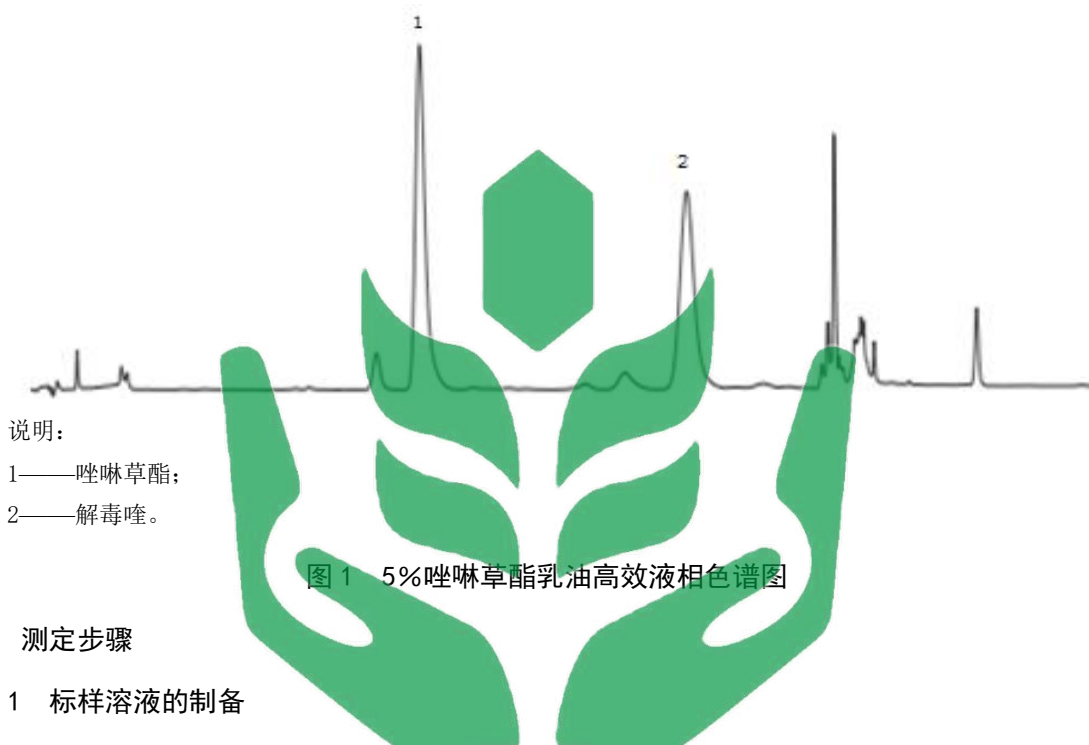


图1 5%唑啉草酯乳油高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 01 g）唑啉草酯标样和0.01 g（精确至0.000 01 g）解毒啞标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL乙腈，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）唑啉草酯的试样，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。

5.5.5.3 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，直至相邻两针唑啉草酯（解毒啞）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。

5.5.6 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唑啉草酯（解毒啞）峰面积分别进行平均，试样中唑啉草酯（解毒啞）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 ——试样中唑啉草酯（解毒啞）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中唑啉草酯（解毒啞）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中唑啉草酯（解毒啞）质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中唑啉草酯（解毒啉）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

唑啉草酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.3%；解毒啉质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%，各取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.8 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。

5.9 持久起泡性试验

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。

5.11 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章技术指标中除解毒啉质量分数、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，5%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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

5%唑啉草酯乳油的标志、标签和包装，应符合 GB 4838 的规定。

5%唑啉草酯乳油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，但应符合 GB 4838 的规定。

8.2 储运

5%唑啉草酯乳油包装件应储存在通风、干燥的仓库中；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。



CCPIA

附录 A

(资料性)

唑啉草酯、解毒啉的其他名称、结构式和基本物化参数

唑啉草酯、解毒啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

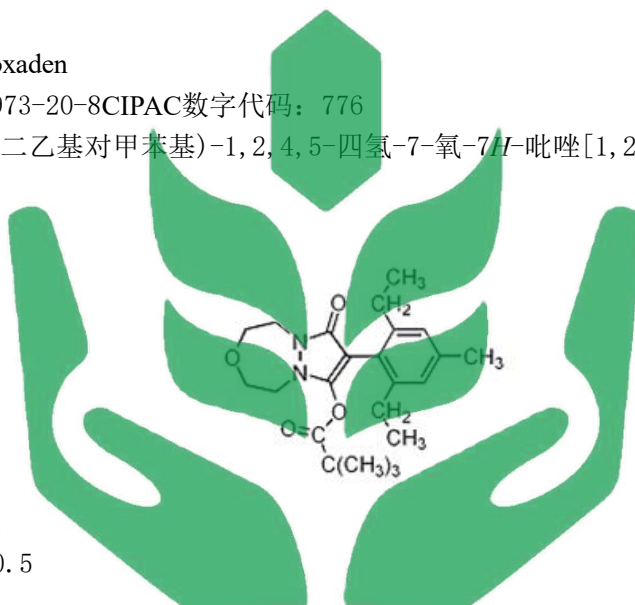
(1) 唑啉草酯

ISO通用名称：Pinoxaden

CAS登录号：243973-20-8 CIPAC数字代码：776

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：



分子式： $C_{23}H_{32}N_2O_4$

相对分子质量：400.5

生物活性：除草

熔点(°C)：120.5~121.6

蒸气压(20 °C)： 2.0×10^{-4} mPa

密度(20 °C~25 °C)：1.16 g/cm³

溶解度(20 °C~25 °C, g/L)：水中200 mg/L；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

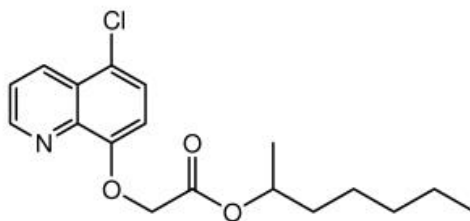
稳定性：水解DT₅₀ 24.1 d (pH 4)、25.3 d (pH 5)、14.9 d (pH 7)、0.3 d (pH 9)

(2) 解毒啉

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-喹啉氧基)乙酸酯

结构式：



分子式： $C_{18}H_{22}ClNO_3$

相对分子质量：335.8

生物活性：除草剂安全剂

熔点(°C)：69.4

蒸气压(80.5 °C)：18 mPa

密度 (20 °C~25 °C) : 1.05 g/cm³

溶解度(20 °C~25 °C, g/L) :水中0.47 mg/L (pH 9.0)、0.54 mg/L (pH 5.0)、0.6 mg/L (pH 7.0) ; 丙酮340, 正己烷11, 乙醇190, 正辛醇140, 甲苯360

稳定性: 在酸性和中性介质中稳定; DT₅₀ (pH 7, 25 °C) 133.7 d

