

# 团 体 标 准

T/CGPIA 087—2021

---

## 20%氟铃脲·辛硫磷乳油

20%Hexaflumuron and phoxim 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：海利尔药业集团股份有限公司、连云港立本作物科技有限公司、贵州健安德科技有限公司。

本文件主要起草人：聂天莹、肖飞、葛家成、李士翠、张桂婷、龚建。



CCPIA

# 20%氟铃脲·辛硫磷乳油

## 1 范围

本文件规定了20%氟铃脲·辛硫磷乳油的技术要求、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20%氟铃脲·辛硫磷乳油产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定及管理活动等的依据。

注：氟铃脲和辛硫磷的其他名称、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，无可见的悬浮物或沉淀。

### 4.2 技术指标

20%氟铃脲·辛硫磷乳油还应符合表1要求。

表 1 20%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 <sup>+0.3</sup> <sub>-0.3</sub>
辛硫磷质量分数/%	18.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
水分/%	≤0.5
pH值	5.0~8.0
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL	≤40
乳液稳定性（稀释200倍）	量筒中无浮油（膏）、沉油和沉淀析出为合格
低温稳定性 <sup>a</sup>	离心管底部析出物的体积不超过0.3 mL为合格
热储稳定性 <sup>a</sup>	热储后，氟铃脲质量分数、辛硫磷质量分数不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、乳液稳定性仍应符合本文件要求。
<sup>a</sup> 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性每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

按照 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 氟铃脲鉴别的高效液相色谱法

本鉴别试验可与氟铃脲质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中氟铃脲的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

#### 5.3.2 辛硫磷鉴别的高效液相色谱法

本鉴别试验可与辛硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中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 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 氟铃脲和辛硫磷质量分数的测定

### 5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟铃脲和辛硫磷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 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.5.2.3 氟铃脲标样：已知氟铃脲质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 辛硫磷标样：已知辛硫磷质量分数， $\omega \geq 96.0\%$ 。

### 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C<sub>18</sub>、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：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：体积比 $V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}=75:25$ ，经滤膜过滤，并超声脱气。

5.5.4.2 流量：1.0 mL/min。

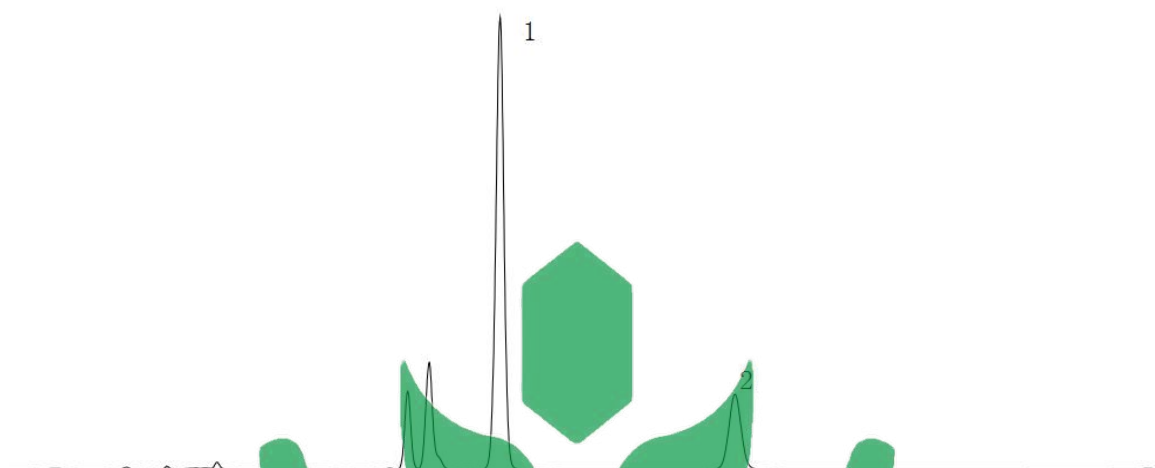
5.5.4.3 柱温：30 °C±2 °C。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样量：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：辛硫磷约10.7 min、氟铃脲约15.8 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20%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 20%氟铃脲·辛硫磷乳油中氟铃脲和辛硫磷的高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）辛硫磷标样和 0.01 g（精确至 0.000 01 g）氟铃脲标样，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。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.5 g（精确至 0.000 1 g）试样，置于 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，摇匀，过滤。

#### 5.5.5.3 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（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。

#### 5.5.6 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和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：

$\omega_1$ ——试样中氟铃脲（辛硫磷）质量分数，以百分数（%）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）；  
 $\omega$ ——标样中氟铃脲（辛硫磷）的质量分数，以百分数（%）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）。

### 5.5.7 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%，取其算术平均值作为测定结果。

### 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。

### 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。

### 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,20%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,各项指标均应符合本文件要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

20%氟铃脲·辛硫磷乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

20%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,但应符合 GB 4838 中的有关规定。

### 8.2 储运

20%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)

## 氟铃脲和辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数

氟铃脲和辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

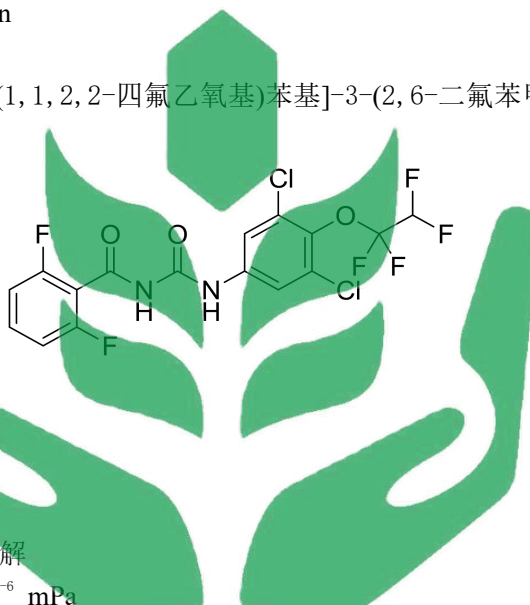
## (1) 氟铃脲

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：



分子式： $C_{16}H_8Cl_2F_6N_2O_3$

相对分子质量：461.1

生物活性：杀虫

熔点(°C)：202~205

沸点(°C)：大于300 °C分解

蒸气压(25 °C)： $5.9 \times 10^{-6}$  mPa

溶解度(g/L, 20 °C~25 °C)：水中0.027 mg/L (pH 9.7, 18 °C)；丙酮162，乙腈15，二氯甲烷14.6，乙酸乙酯100，正庚烷0.005，异丙醇3.0，甲醇9.9，辛醇2，甲苯6.4，二甲苯9.1

稳定性：在pH 5条件下可稳定储存33天，pH 7条件下水解6%，pH 9条件下水解60%；光解DT<sub>50</sub> 6.3 d (pH 5.0, 25 °C)

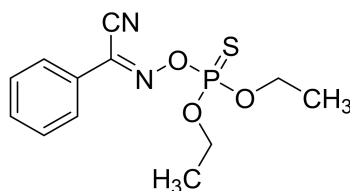
## (2) 辛硫磷

ISO通用名称：Phoxim

CAS登录号：14816-18-3

化学名称：*O*- $\alpha$ -氰基亚苄氨基-*O*,*O*-二乙基硫代磷酰酯

结构式：



分子式： $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$

相对分子质量：298.3

生物活性：杀虫

熔点(°C)：<-23

蒸气压(20 °C)：0.18 mPa

CCPIA

T/CCPIA 087—2021

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C) : 水中3.4 mg/L; 丙酮>250, 二氯甲烷>250, 乙酸乙酯>250, 乙腈>250, 二甲苯>250, 异丙醇>250, 聚乙二醇>250, 正辛醇>250, DMSO>250, 正庚烷136

稳定性: 水解缓慢,  $DT_{50}$  26.7 d (pH 4)、7.2 d (pH 7)、3.1 d (pH 9), 紫外线照射下逐渐分解

