

团 体 标 准

T/CCPIA 200—2022

14% 氯氟醚菊酯母药

14% Meperfluthrin technical concentrate

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 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：江苏扬农化工股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：姜宜飞、高杰、毕超、武鹏、姜友法、史卫莲。



14%氯氟醚菊酯母药

1 范围

本文件规定了14%氯氟醚菊酯母药的技术要求、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14%氯氟醚菊酯母药产品的质量控制。

注：氯氟醚菊酯的其他名称、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 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB/T 28135 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

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

均相透明液体，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

14%氯氟醚菊酯母药应符合表1要求。

表1 14%氯氟醚菊酯母药控制项目指标

项 目	指 标
氯氟醚菊酯质量分数/%	14.0 ^{+0.8} _{-0.8}
氯氟醚菊酯总酯质量分数/%	15.0 ^{+0.9} _{-0.9}
氯氟醚菊酯比例/%	≥93
水分/%	≤0.3
酸度（以H ₂ SO ₄ 计）/%	≤0.3
丙酮不溶物 ^a /%	≤0.5

^a 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。

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。

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。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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 100 g。

5.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与氯氟醚菊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氯氟醚菊酯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 氯氟醚菊酯质量分数的测定

5.5.1 氯氟醚菊酯总酯质量分数的测定

5.5.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用以 100% 二甲基聚硅氧烷为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的氯氟醚菊酯总酯进行气相色谱分离，内标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 丙酮。

5.5.1.2.2 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

5.5.1.2.3 内标溶液：称取 0.7 g（精确至 0.01 g）邻苯二甲酸二丁酯，置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.2.4 氯氟醚菊酯标样：已知氯氟醚菊酯总酯质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：30 m × 0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，内涂 100% 二甲基聚硅氧烷，膜厚 0.25 μm（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.1.3.3 超声波清洗器。

5.5.1.4 气相色谱操作条件

5.5.1.4.1 温度（℃）：柱室 210，气化室 250，检测器室 280。

5.5.1.4.2 气体流量（mL/min）：载气（N₂）1.5，氢气 40，空气 300。

5.5.1.4.3 分流比：30:1。

5.5.1.4.4 进样体积：1 μL。

5.5.1.4.5 保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约 4.0 min，氯氟醚菊酯总酯约 7.7 min。

5.5.1.4.6 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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 14% 氯氟醚菊酯母药与内标物气相色谱图见图 1。

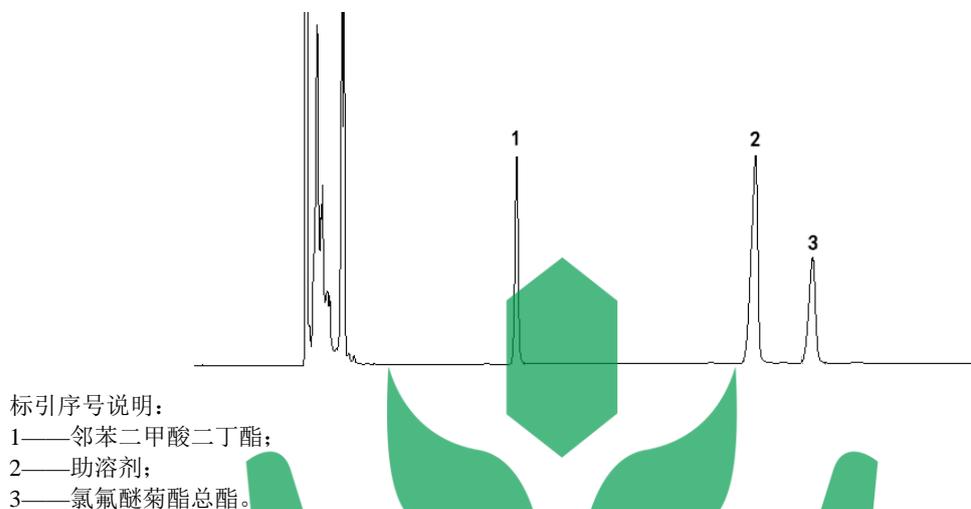


图1 14%氯氟醚菊酯母药与内标物气相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）氯氟醚菊酯标样，置于25 mL容量瓶中，用移液管移入5 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）氯氟醚菊酯的试样，置于25 mL容量瓶中，用与5.5.1.5.1同一支移液管移入5 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.3 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，直至相邻两针氯氟醚菊酯总酯与内标物峰面积比相对变化小于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。

5.5.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中氯氟醚菊酯总酯峰面积分别进行平均，试样中氯氟醚菊酯总酯质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ω_1 ——试样中氯氟醚菊酯总酯的质量分数，以%表示；

r_2 ——试样溶液中氯氟醚菊酯总酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中氯氟醚菊酯总酯质量分数，以%表示；

r_1 ——标样溶液中氯氟醚菊酯总酯与内标物峰面积比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.1.7 允许差

氯氟醚菊酯总酯质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 氯氟醚菊酯比例的测定

5.5.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以OD-H为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氯氟醚菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 正己烷：色谱级。

5.5.2.2.2 异丙醇：色谱级。

5.5.2.2.3 氯氟醚菊酯标样：已知氯氟醚菊酯质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

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

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.2.3.4 定量进样管：10 μL 。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相： Ψ （正己烷：异丙醇）=500:1。

5.5.2.4.2 流速：0.8 mL/min。

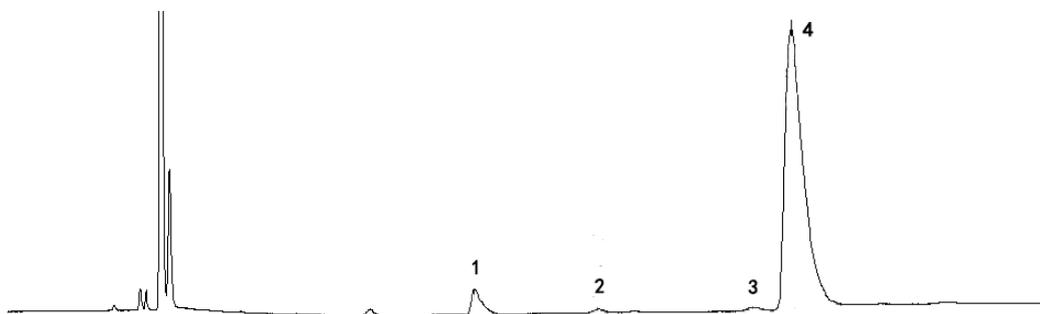
5.5.2.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2$ $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.2.4.4 检测波长：230 nm。

5.5.2.4.5 进样体积：10 μL 。

5.5.2.4.6 保留时间：左旋顺式体约 26.7 min，左旋反式体约 33.7 min，右旋顺式体约 42.6 min，氯氟醚菊酯约 44.7 min。

5.5.2.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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 14% 氯氟醚菊酯母药手性拆分高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：

- 1——左旋顺式体；
- 2——左旋反式体；
- 3——右旋顺式体；
- 4——氯氟醚菊酯。

图2 14%氯氟醚菊酯母药手性拆分高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g（精确至0.000 01 g）氯氟醚菊酯标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL正己烷，超声波振荡5 min，冷却至室温，用正己烷稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 01 g）氯氟醚菊酯的试样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL正己烷，超声波振荡5 min，冷却至室温，用正己烷稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.2.6 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，直至相邻两针氯氟醚菊酯峰面积相对变化小于1.2%后，注入两针试样溶液。

5.5.2.7 计算

试样中氯氟醚菊酯比例按式（2）计算：

$$K = \frac{A_4}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

K ——试样中氯氟醚菊酯比例；

A_4 ——两针试样溶液中氯氟醚菊酯峰面积的平均值；

A_1 ——两针试样溶液中氯氟醚菊酯左旋顺式体峰面积的平均值；

A_2 ——两针试样溶液中氯氟醚菊酯左旋反式体峰面积的平均值；

A_3 ——两针试样溶液中氯氟醚菊酯右旋顺式体峰面积的平均值。

5.5.3 氯氟醚菊酯质量分数的计算

试样中氯氟醚菊酯质量分数按式（3）计算：

$$\omega_2 = \omega_1 \times K \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω_1 ——试样中氯氟醚菊酯总酯的质量分数，以%表示；

ω_2 ——试样中氯氟醚菊酯的质量分数，以%表示；

K ——试样中氯氟醚菊酯比例。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

5.7 酸度的测定

按 GB/T 28135 进行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 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章技术指标中除丙酮不溶物以外的所有项目。

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 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术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，14%氯氟醚菊酯母药的质量保证期，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

14%氯氟醚菊酯母药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定；14%氯氟醚菊酯母药采用干燥、清洁、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量一般为25 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 3796 的规定。

8.2 储运

14%氯氟醚菊酯母药包装应储存在通风、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)

氯氟醚菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

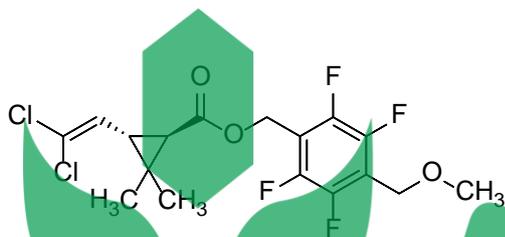
本产品有效成分氯氟醚菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Meperfluthrin；

——CAS登录号：[915288-13-0]；

——化学名称：2,3,5,6-四氟-4-甲氧基甲基苄基(1*R*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯；

——结构式：



——分子式：C₁₇H₁₆Cl₂F₄O₃；

——相对分子质量：415.2；

——生物活性：杀虫；

——熔点(℃)：72~75；

——溶解度：难溶于水，易溶于甲苯、氯仿、丙酮、二氯甲烷、二甲基甲酰胺等有机溶剂；

——稳定性：在酸性和中性条件下稳定，在碱性条件下水解较快。

CCPIA

中华人民共和国
团体标准
14%氯氟醚菊酯母药
T/CCPIA 200—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183