

团 体 标 准

T/CCPIA 198—2022

17%氧氟·草铵膦微乳剂

17% Oxyfluorfen and glufosinate ammonium micro-emulsion

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：四川利尔作物科学有限公司、河北临港化工有限公司、农业农村部农药检定所、四川省农业农村厅农药检定所。

本文件主要起草人：刘莹、石凯威、武鹏、胡细佳、毕超、许艳秋、刘素良。



17%氧氟·草铵膦微乳剂

1 范围

本文件规定了17%氧氟·草铵膦微乳剂的技术要求、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17%氧氟·草铵膦微乳剂产品的质量控制。

注：乙氧氟草醚、草铵膦的其他名称、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 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
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

透明或半透明均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

17%氧氟·草铵膦微乳剂应符合表1要求。

表1 17%氧氟·草铵膦微乳剂控制项目指标

项 目	指 标
乙氧氟草醚质量分数 ^a /%	2.8 ^{+0.28} _{-0.28}
草铵膦质量分数 ^a /%	14.2 ^{+0.8} _{-0.8}
乙氧氟草醚质量浓度（20℃）/（g/L）	29 ^{+2.9} _{-2.9}
草铵膦质量浓度（20℃）/（g/L）	149 ^{+8.9} _{-8.9}

表1 17%氧氟·草铵膦微乳剂控制项目指标（续）

项 目	指 标
pH值	4.0~7.0
乳液稳定性（稀释200倍）	上无浮油（膏）、下无沉油和沉淀析出。
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL	≤60
低温稳定性 ^b	冷储后，离析物体积不超过0.3 mL。
热储稳定性 ^b	热储后，乙氧氟草醚、草铵膦质量分数应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。
^a 当质量发生争议时，以乙氧氟草醚（草铵膦）质量分数测定结果为仲裁依据。 ^b 正常生产时，低温稳定性、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。

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5.3.2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

液相色谱法——本鉴别试验可与乙氧氟草醚（草铵膦）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乙氧氟草醚（草铵膦）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 乙氧氟草醚和草铵膦质量分数的测定

5.5.1 乙氧氟草醚质量分数的测定

5.5.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长330 nm下对试样中的乙氧氟草醚进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.1.2.2 甲醇：色谱级。

5.5.1.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.4 乙氧氟草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

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

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.1.3.4 定量进样管：5 μL。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相： $\Psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 65:35$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.1.4.2 流速：1.0 mL/min。

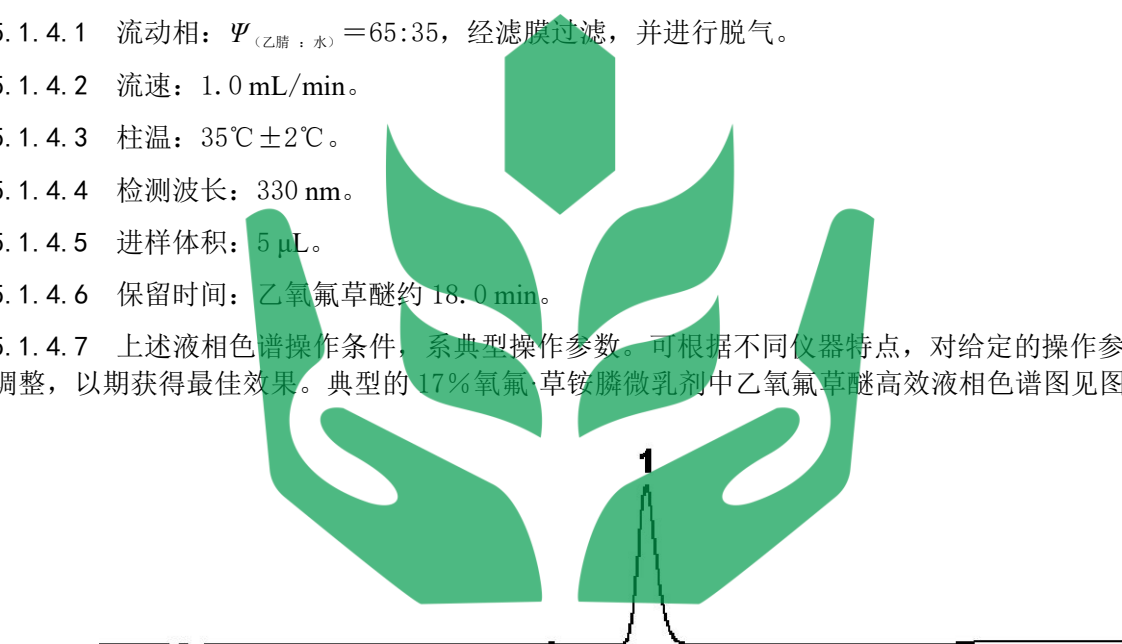
5.5.1.4.3 柱温：35℃±2℃。

5.5.1.4.4 检测波长：330 nm。

5.5.1.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.1.4.6 保留时间：乙氧氟草醚约 18.0 min。

5.5.1.4.7 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 17% 乙氧氟草醚·草铵膦微乳剂中乙氧氟草醚高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明：

1——乙氧氟草醚。

图 1 17% 乙氧氟草醚·草铵膦微乳剂中乙氧氟草醚高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g（精确至 0.000 01 g）乙氧氟草醚标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.02 g（精确至 0.000 01 g）乙氧氟草醚的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.1.5.3 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，直至相邻两针乙氧氟草醚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。

5.5.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中乙氧氟草醚峰面积分别进行平均，试样中乙氧氟草醚质量分数按式（1）计算，乙氧氟草醚质量浓度按式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times d \times 10 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

- ω_1 ——试样中乙氧氟草醚的质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中乙氧氟草醚峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω ——标样中乙氧氟草醚质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中乙氧氟草醚峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- ρ_1 ——试样中乙氧氟草醚的质量浓度，单位为克每升（g/L）；
- d ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.1或3.2进行）。

5.5.1.7 允许差

乙氧氟草醚质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于2%，取其算数平均值作为测定结果。

5.5.2 草铵膦质量分数的测定

5.5.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+缓冲溶液为流动相，使用以ZORBAX SAX为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长195 nm下对试样中的草铵膦进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.3 磷酸。

5.5.2.2.4 磷酸二氢钾。

5.5.2.2.5 缓冲溶液：称取 1.7 g 磷酸二氢钾，用 980 mL 水溶解，加入 4 mL 磷酸，再加入 20 mL 甲醇，超声波振荡 20 min，摇匀，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.2.2.6 草铵膦标样：已知草铵膦质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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 ZORBAX SAX（强阴离子交换柱）、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：20 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 A：甲醇。

5.5.2.4.2 流动相 B：缓冲溶液。

5.5.2.4.3 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	0	100
5.0	0	100
5.1	20	80
8.0	20	80
8.1	0	100
20.0	0	100

5.5.2.4.4 流速：1.0 mL/min。

5.5.2.4.5 柱温：40 °C±2 °C。

5.5.2.4.6 检测波长：195 nm。

5.5.2.4.7 进样体积：20 μL。

5.5.2.4.8 保留时间：草铵膦约 4.0 min。

5.5.2.4.9 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 17%氧氟·草铵膦微乳剂中草铵膦高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：
1——草铵膦。

图 2 17%氧氟·草铵膦微乳剂中草铵膦高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）草铵膦标样，置于 25 mL 容量瓶中，加入 20 mL 流动相，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）草铵膦的试样，置于 25 mL 容量瓶中，加入 20 mL 流动相，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.2.5.3 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，直至相邻两针草铵膦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。

5.5.2.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中草铵膦峰面积分别进行平均，试样中草铵膦质量分数按式（3）计算，草铵膦质量浓度按式（4）计算：

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_3}{A_3 \times m_4} \dots \dots \dots (1)$$

$$\rho_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_3}{A_3 \times m_4} \times d \times 10 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

- ω_2 ——试样中草铵膦的质量分数，以%表示；
- A_4 ——试样溶液中草铵膦峰面积的平均值；
- m_3 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω_3 ——标样中草铵膦质量分数，以%表示；
- A_3 ——标样溶液中草铵膦峰面积的平均值；
- m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- ρ_2 ——试样中草铵膦的质量浓度，单位为克每升（g/L）；
- d ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.1或3.2进行）。

5.5.2.7 允许差

草铵膦质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于1.8%，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 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.8 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按 GB/T 1603 进行。

5.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.1进行。

5.10 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 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,17%氧氟·草铵膦微乳剂的质量保证期,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

17%氧氟·草铵膦微乳剂的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定;17%氧氟·草铵膦微乳剂采用聚酯瓶或乙烯瓶包装,每瓶净含量为50 g (mL)、100 g (mL)、250 g (mL)或500 g (mL),外包装为纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱,每箱净含量不超过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

17%氧氟·草铵膦微乳剂包装应储存在通风、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。



CCPIA

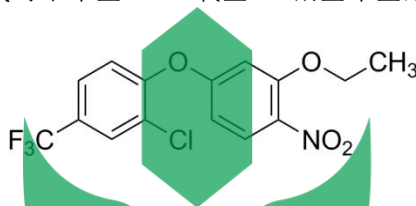
附录 A

(资料性)

乙氧氟草醚、草铵磷的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分乙氧氟草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

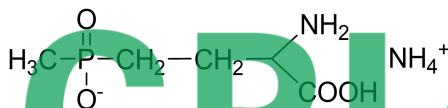
- ISO通用名称：Oxyfluorfen；
- CAS登录号：[42874-03-3]；
- 化学名称：2-氯- α, α, α -三氟对甲苯基-3'-乙氧基-4'-硝基苯基醚；
- 结构式：



- 分子式： $C_{15}H_{11}ClF_3NO_4$ ；
- 相对分子质量：361.7；
- 生物活性：除草；
- 熔点（ $^{\circ}C$ ）：84.5~86；
- 水中溶解度（ mg/L , $25^{\circ}C$ ）：0.116；
- 有机溶剂中溶解度（ g/L , $25^{\circ}C$ ）：丙酮134、二氯乙烷>323、乙酸乙酯132、正庚烷3.8、甲醇30、辛醇10.1、二甲苯>244；
- 稳定性：大于 $240^{\circ}C$ 分解，28 d没有明显水解（ pH 5~9, $25^{\circ}C$ ），在紫外光照射下分解。

A.2 本产品有效成分草铵磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Glufosinate-ammonium；
- CAS登录号：[77182-82-2]；
- 化学名称：(3RS)-3-氨基-3-羧丙基-甲基磷酸铵；
- 结构式：



- 分子式： $C_5H_{15}N_2O_4P$ ；
- 相对分子质量：198.2；
- 生物活性：除草；
- 熔点（ $^{\circ}C$ ）：215；
- 水中溶解度（ mg/L , $20^{\circ}C \sim 25^{\circ}C$, pH 5~9）：3.8；
- 有机溶剂中溶解度（ g/L , $20^{\circ}C \sim 25^{\circ}C$ ）：丙酮18.0、二氯甲烷6.0、甲醇28.7、庚烷 $<3.1 \times 10^{-3}$ 、乙酸乙酯5.5；
- 稳定性：加热至 $400^{\circ}C$ 以上稳定。

中华人民共和国
团体标准
17%氧氟·草铵膦微乳剂
T/CCPIA 198—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