

# 团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2026

## 溴虫氟苯双酰胺类似物含量测定分析方法

Analysis method for determination of Broflanilide analogues content

（征求意见稿）

2026 – XX – XX 发布

2026 – XX – XX 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：XXX。

本文件主要起草人：XXX。



# 溴虫氟苯双酰胺类似物含量测定分析方法

## 1 范围

本文件描述了农业投入品中溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2的定性及含量测定的分析方法。

本文件适用于如甲氨基阿维菌素苯甲酸盐等农药制剂中溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2含量的测定。

注：溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

如应用该方法测定其他农药产品中的溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2含量，应按4.3.5进行方法特异性确认。

## 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。

NY/T 2887—2016 农药产品质量分析方法确认指南

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 试验方法

**警告：**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。

### 4.1 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。

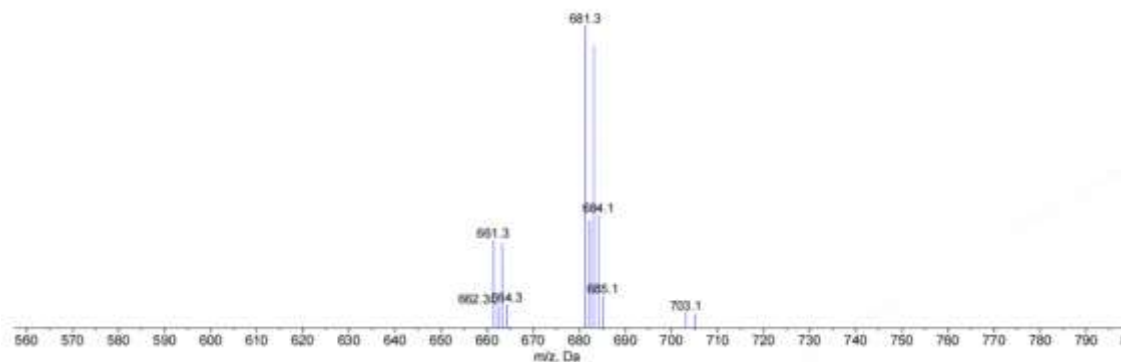
### 4.2 鉴别试验

#### 4.2.1 液相色谱法

本鉴别试验可与溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2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溴虫氟苯双酰胺类似物1（溴虫氟苯双酰胺类似物2）色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

#### 4.2.2 液质联用法

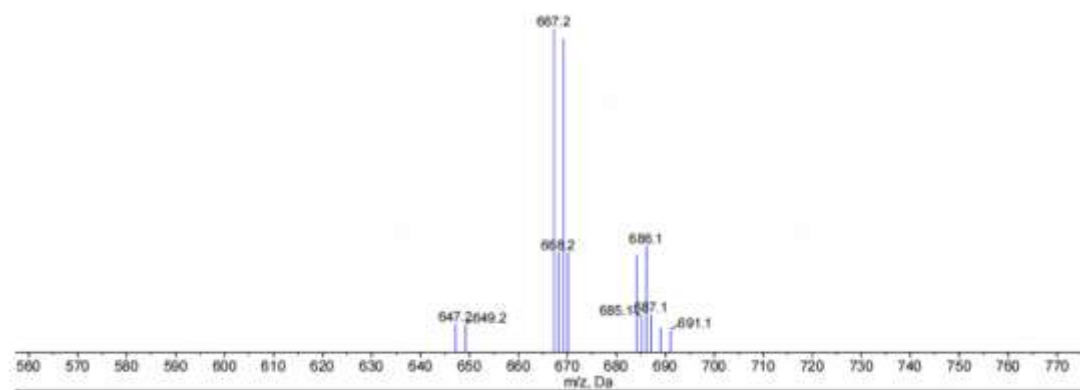
本鉴别试验可与溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2质量分数的测定同时进行。在与标样相同的操作条件下，试样与溴虫氟苯双酰胺类似物1（溴虫氟苯双酰胺类似物2）标样的保留时间和准分子离子峰( $M+H^+$ )及主要峰碎片峰的质荷比应没有明显区别，试样无其他杂质干扰。溴虫氟苯双酰胺类似物1溴虫氟苯双酰胺类似物2标样的典型质谱图见图1和图2。



标引序号说明：

1——溴虫氟苯双酰胺类似物1。

图1 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样典型质谱图



标引序号说明：

1——溴虫氟苯双酰胺类似物2。

图2 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样典型质谱图

4.3 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和可调波长紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

- 4.3.2.1 乙腈：色谱级。
- 4.3.2.2 甲酸。
- 4.3.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 4.3.2.4 甲酸溶液：ψ（甲酸：水）=1：1000。
- 4.3.2.5 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样：已知质量分数且不低于 98.0%。
- 4.3.2.6 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样：已知质量分数且不低于 98.0%。

4.3.3 仪器

- 4.3.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
- 4.3.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C<sub>18</sub>、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
- 4.3.3.3 过滤器：滤膜孔径为 0.22 μm。

4.3.3.4 超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

4.3.4.1 流动相梯度洗脱条件见表 1。

表1 流动相梯度洗脱条件

时间 min	乙腈 (V/V) %	甲酸溶液 (V/V) %
0.00	65	35
15.00	65	35
15.01	95	5
22.00	95	5
22.01	65	35
30.00	65	35

4.3.4.2 流速：1.2 mL/min。

4.3.4.3 柱温：30 ℃。

4.3.4.4 检测波长：254 nm。

4.3.4.5 进样体积：5 μL。

4.3.4.6 目标组分推荐浓度：溴虫氟苯双酰胺类似物 1：500 mg/L，线性范围为 20 mg/L~1000 mg/L；  
溴虫氟苯双酰胺类似物 2：100 mg/L，线性范围为 20 mg/L~1000 mg/L。

4.3.4.7 保留时间：溴虫氟苯双酰胺类似物 1 约 12.2 min，溴虫氟苯双酰胺类似物 2 约 12.9 min。

4.3.4.8 4.3.4.1~4.3.4.7 液相色谱操作条件，系典型操作参数。在实际应用中除流动相组分、检测器类型和检测波长不得改变外，可根据不同仪器特点，对给定的其他操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐可溶液剂中溴虫氟苯双酰胺类似物 1（类似物 2）高效液相色谱图见图 3。

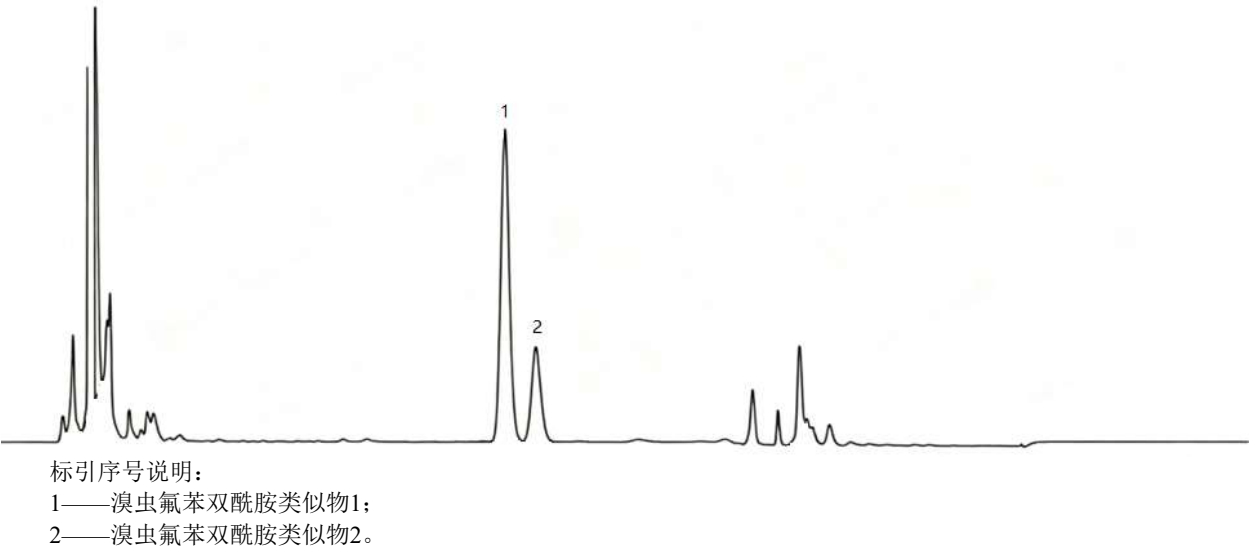


图3 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐可溶液剂中溴虫氟苯双酰胺类似物典型高效液相色谱图

4.3.5 液质联用仪操作条件（定性试验）

4.3.5.1 试剂和溶液：同 4.3.2。

4.3.5.2 仪器：Sciex QTRAP 4500 液相色谱-质谱联用仪。

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

4.3.5.4 液相条件同 4.3.4。

4.3.5.5 MS 条件

4.3.5.5.1 离子源：ESI源。

4.3.5.5.2 扫描极性：正离子。

4.3.5.5.3 扫描模式：EMS。

4.3.5.5.4 扫描范围：70-1050 Da。

4.3.5.5.5 气帘气：45 psi。

4.3.5.5.6 碰撞气：High。

4.3.5.5.7 喷雾电压：5500 V。

4.3.5.5.8 温度：550 V。

4.3.5.5.9 Gas 1/ Gas 2：55 °C。

4.3.5.5.10 去簇电压：100 V。

4.3.5.6 目标组分推荐浓度：10 mg/L。

4.3.5.7 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的 M+H<sup>+</sup>峰为 681，保留时间约为 14.8 min；溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的 M+H<sup>+</sup>峰为 667，保留时间约为 15.7 min。

4.3.5.8 以上液质联用条件中的参数系典型操作参数。在实际应用中可根据不同仪器特点，对给定的其他操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

#### 4.3.6 测定步骤

##### 4.3.6.1 标样溶液的制备

4.3.6.2 称取 0.025 g（精确至 0.000 01 g）溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入适量乙腈，超声振荡至溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀，记作溶液 A；

4.3.6.3 称取 0.025 g（精确至 0.000 01 g）溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样，置于另一个 50 mL 容量瓶中，并用移液管移取 10 mL 上述溶液 A 置于此 50 mL 容量瓶中，再加入适量乙腈，超声振荡至溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀，记作溶液 B。

##### 4.3.6.4 试样溶液的制备

4.3.6.5 称取约 1 g（精确至 0.000 01 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加入适量乙腈，超声振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

##### 4.3.6.6 方法特异性确认

在测定前，按 NY/T 2887—2016 中 3.3.1 a) 进行特异性确认，确认方法特异性适用。如不能达到要求，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，直至方法特异性确认通过。

##### 4.3.6.7 测定

在 4.3.4 操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）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。

#### 4.3.7 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溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）的峰面积分别进行平均。试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）质量分数按式（1）计算：

$$w_I = \frac{A_2 \times m_I \times \omega}{A_I \times m_2 \times n} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$w_I$ ——试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）的质量分数，%；

$A_2$ ——试样溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）峰面积的平均值；

$m_I$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；



- $\omega$  ——标样中溴虫氟苯双酰胺类似物1（溴虫氟苯双酰胺类似物2）的质量分数，%；
- $A_I$  ——标样溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物1（溴虫氟苯双酰胺类似物2）峰面积的平均值；
- $m_2$  ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- $n$  ——标准溶液的稀释倍数，当计算溴虫氟苯双酰胺类似物1时， $n=1$ ；当计算溴虫氟苯双酰胺类似物2时， $n=5$ 。

## 附录 A

(资料性)

## 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的其他名称、结构式和基本物化参数

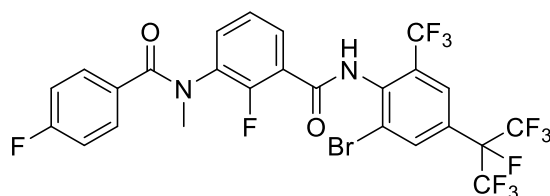
A.1 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：N/A；

——CAS登录号：1207727-08-9；

——化学名称：N-[3-[[[2-溴-4-[1,2,2,2-四氟-1-(三氟甲基)乙基]-6-(三氟甲基)苯基]氨基]羰基]-2-氟苯基]-4-氟-N-甲基苯甲酰胺)；

——结构式：

——分子式：C<sub>25</sub>H<sub>13</sub>BrF<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>；

——相对分子质量：681.27；

——生物活性：杀虫。

——溶解度(20 °C)：N/A。

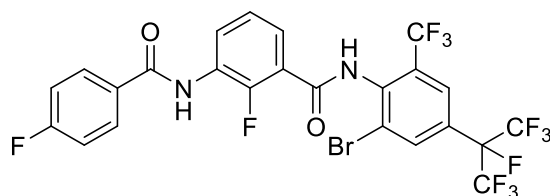
A.2 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：N/A；

——CAS登录号：1207977-87-4；

——化学名称：N-(2-溴-4-(全氟丙-2-基)-6-(三氟甲基)苯基)-2-氟-3-(4-氟苯甲酰胺基)苯甲酰胺；

——结构式：

——分子式：C<sub>24</sub>H<sub>11</sub>BrF<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>；

——相对分子质量：667.24；

——生物活性：杀虫；

——溶解度(20 °C)：N/A。