

团 体 标 准

T/CAPDA 056-2023

苯唑氟草酮原药

Fenpyrazone technical material

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

中国农药发展与应用协会 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。

本文件由中国农药发展与应用协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省农药检定所、山东清原农冠作物科学有限公司、沈阳沈化测评技术有限公司。

本文件主要起草人：高传杰、张耀中、李向阳、高艳、段元红、马克娥、连磊、路兴涛、赵德、丁琦、陈爽、张兆真、刘莹、牛永芳。

苯唑氟草酮原药

1 范围

本文件规定了苯唑氟草酮原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了苯唑氟草酮原药的试验方法。

本文件适用于苯唑氟草酮原药产品的质量控制。

注：苯唑氟草酮的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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—2021 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药pH值的测定方法

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

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

黄色固体粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

苯唑氟草酮原药应符合表 1 要求。

表 1 苯唑氟草酮原药技术指标

项 目	指 标
苯唑氟草酮质量分数/%	≥95.0
水分/%	≤1.0
丙酮不溶物/%	≤0.5
pH值	4.0~6.0

5 试验方法

警告：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，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。

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

5.3.1 红外光谱法

试样与标样在4000 cm⁻¹~400 cm⁻¹波数范围内的红外光谱图应无明显差异，苯唑氟草酮标样红外光谱图见图1。

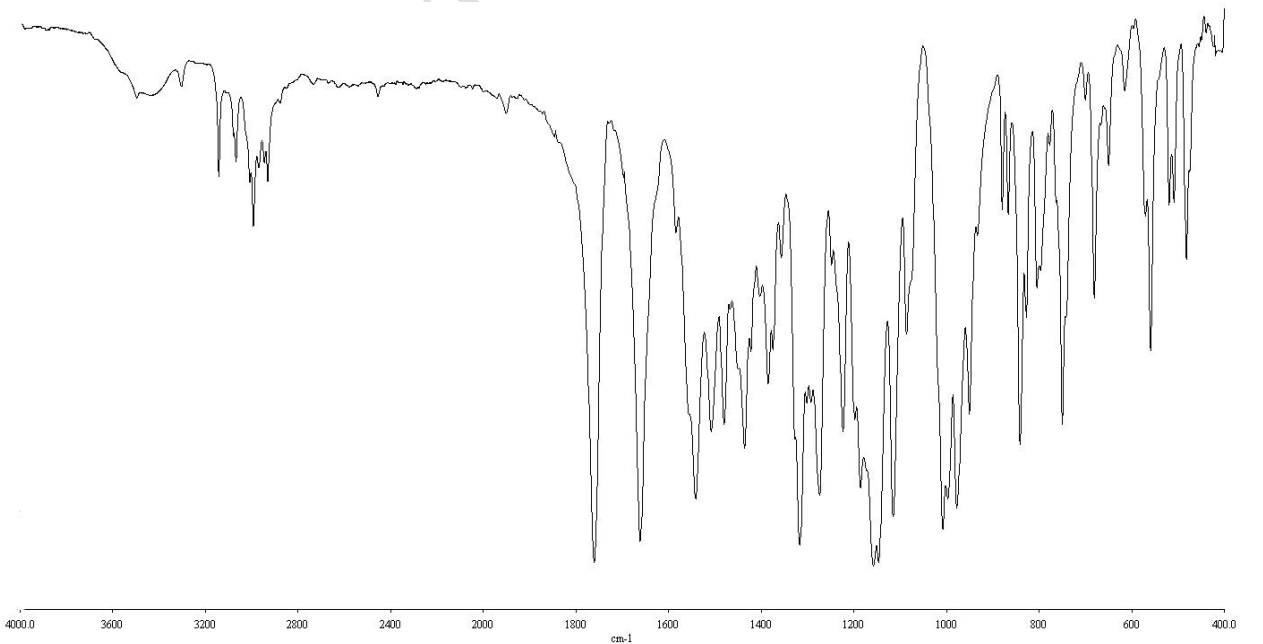


图1 苯唑氟草酮标样红外光谱图

5.3.2 高效液相色谱法

本鉴别试验可与苯唑氟草酮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苯唑氟草酮色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 苯唑氟草酮质量分数

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 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的苯唑氟草酮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：色谱纯。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸溶液：用磷酸将水的 pH 值调至 3。

5.5.2.5 苯唑氟草酮标样：已知苯唑氟草酮质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

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：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 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： $\phi_{\text{（乙腈：磷酸溶液）}} = 60:40$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

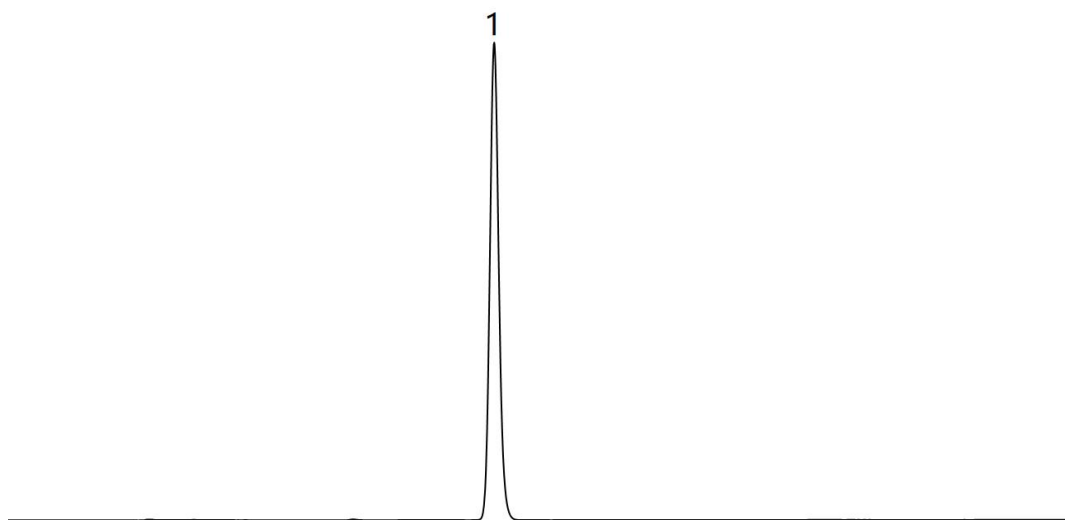
5.5.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：苯唑氟草酮约 6.7 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 的操作参数是典型的，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。典型的苯唑氟草酮原药高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:

1——苯唑氟草酮。

图 2 苯唑氟草酮原药的液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g (精确至 0.000 01 g) 苯唑氟草酮标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 30 mL 乙腈, 超声振荡 5 min, 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 0.02 g (精确至 0.000 01 g) 苯唑氟草酮原药试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 30 mL 乙腈, 超声振荡 5 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.3 测定

在 5.5.4 的操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针苯唑氟草酮的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苯唑氟草酮峰面积分别进行平均, 试样中苯唑氟草酮的质量分数按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中苯唑氟草酮的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中, 苯唑氟草酮峰面积的平均值;

m_1 ——苯唑氟草酮标样的质量的数值, 单位为克(g);

w ——标样中苯唑氟草酮的质量分数, %;

A_1 ——标样溶液中, 苯唑氟草酮峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克(g)。

5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

GB/T 1600—2021中4.2进行。

5.7 丙酮不溶物

按 GB/T 19138进行。

5.8 pH 值

按 GB/T 1601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章中外观、苯唑氟草酮质量分数、水分、pH值。

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。

出厂检验和型式检验中,任一项目不符合第4章的技术要求,则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,苯唑氟草酮原药的质量保证期从生产日期算起为 3 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、包装

苯唑氟草酮原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

苯唑氟草酮原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量不超过 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

苯唑氟草酮原药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，不应与食物、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)

苯唑氟草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

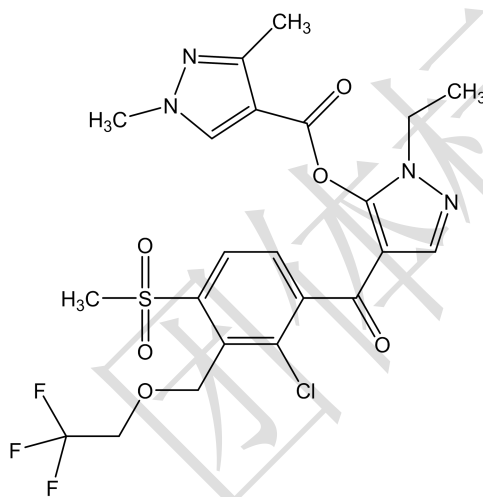
苯唑氟草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Fenpyrazone；

——CAS登录号：1992017-55-6；

——化学名称：4-(2-氯-4-(甲磺酰基)-3-((2,2,2-三氟乙氧基)甲基)苯甲酰基)-1-乙基-1*H*-吡唑-5-基 1,3-二甲基-1*H*-吡唑-4-甲酸酯；

——结构式：



——分子式：C₂₂H₂₂ClF₃N₄O₆S；

——相对分子质量：562.95；

——熔点：144.5 °C ~ 149.2 °C；

——生物活性：除草；

——蒸气压 (25 °C)：0.03 mPa；

——溶解度 (20 °C)：水中 3.2 mg/L；正庚烷和二甲苯中小于 10 g/L、1,2-二氯乙烷和丙酮中大于 250 g/L、甲醇中 10~14 g/L、乙酸乙酯中 80~100 g/L；

——稳定性：酸性条件下稳定，中性和碱性条件下易发生水解。