

ICS 65.100.20
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4389—2023

丙炔氟草胺原药

Flumioxazin technical material

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：山东滨农科技有限公司、沈化测试技术(南通)有限公司、浙江南郊化学有限公司、浙江吉泰新材料股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：石凯威、武鹏、魏民、段丽芳、孟令涛、尹凯、吴文良、柴华强、杨江宇。



丙炔氟草胺原药

1 范围

本文件规定了丙炔氟草胺原药的技术要求、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。

本文件适用于丙炔氟草胺原药产品的质量控制。

注：丙炔氟草胺的其他名称、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

GB3796 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

白色至淡黄色固体粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

丙炔氟草胺原药应符合表 1 的要求。

表 1 丙炔氟草胺原药技术指标

项 目	指 标
丙炔氟草胺质量分数，%	≥99.2
水分，%	≤0.3
丙酮不溶物 ^a ，%	≤0.3
pH	5.0~8.0

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 的规定执行。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

试样与丙炔氟草胺标样在 4 000/cm⁻¹~650/cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。丙炔氟草胺标样的红外光谱图见图 1。

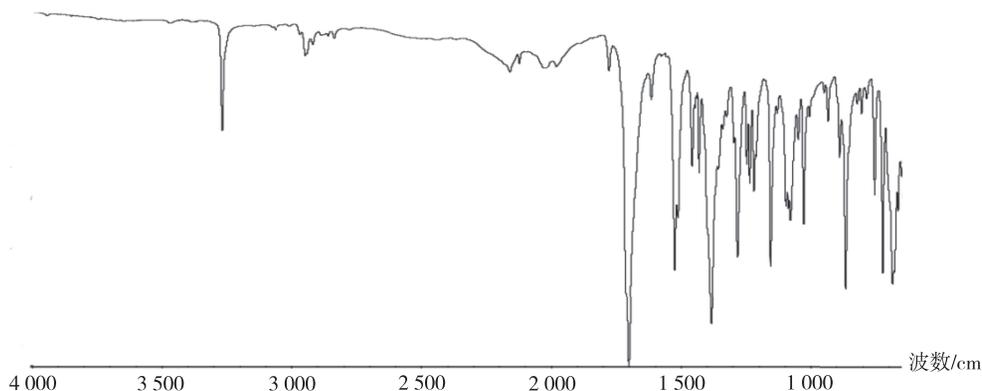


图 1 丙炔氟草胺标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与丙炔氟草胺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丙炔氟草胺色谱峰的保留时间，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 丙炔氟草胺质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，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 288 nm 下对试样中的丙炔氟草胺进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 丙炔氟草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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 C₁₈、5 μm 填充物 (或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 定量进样管：10 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： $\psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 50 : 50$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

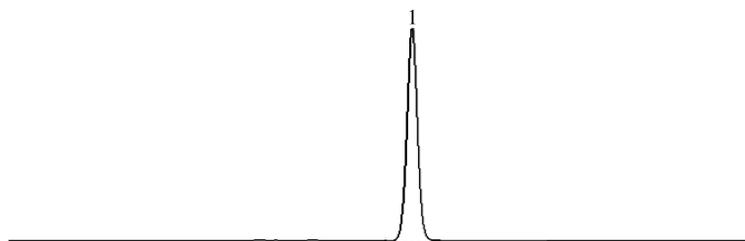
5.5.4.3 柱温： (40 ± 2) °C。

5.5.4.4 检测波长：288 nm。

5.5.4.5 进样体积：10 μL。

5.5.4.6 保留时间:丙炔氟草胺约 8.0min。

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。典型的丙炔氟草胺原药高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:
1——丙炔氟草胺。

图 2 丙炔氟草胺原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙炔氟草胺标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 乙腈,超声波振荡 10 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

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙炔氟草胺的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 乙腈,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针丙炔氟草胺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丙炔氟草胺峰面积分别进行平均。试样中丙炔氟草胺的质量分数按公式(1)计算。

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

式中:

ω_1 —— 试样中丙炔氟草胺质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 —— 试样溶液中丙炔氟草胺峰面积的平均值;

m_1 —— 标样质量的数值,单位为克(g);

ω —— 标样中丙炔氟草胺质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 —— 标样溶液中丙炔氟草胺峰面积的平均值;

m_2 —— 试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.7 允许差

丙炔氟草胺质量分数 2 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 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定执行。

5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 的规定执行。

5.8 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.9 检验规则

6 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章技术要求中外观、丙炔氟草胺质量分数、水分、pH。

6.1 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1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的要求。

按第5章的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 8.2 的储运条件下,丙炔氟草胺原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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

丙炔氟草胺原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定;丙炔氟草胺原药可用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每袋净含量一般为 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

丙炔氟草胺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,避免渗入地面;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)

丙炔氟草胺的其他名称、结构式和基本物化参数

丙炔氟草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

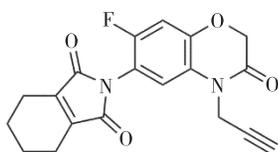
——ISO 通用名称: Flumioxazin;

——CAS 登录号: [103361-09-7];

——CIPAC 数字代码: 355;

——化学名称: *N*-(7-氟-3,4-二氢-3-氧代-4-丙炔-2-基-2*H*-1,4-苯并噁嗪-6-基)环己烯-1-基-1,2-二甲酰胺;

——结构式:



——分子式: $C_{19}H_{15}FN_2O_4$;

——相对分子质量: 354.3;

——生物活性: 除草;

——蒸气压: 0.32 mPa(22 °C);

——溶解度(g/L, 20 °C~25 °C): 水中 7.86×10^{-4} 、丙酮中 17、乙腈中 32.3、二氯甲烷中 191、乙酸乙酯中 17.8、正己烷中 0.025、甲醇中 1.6、正辛醇中 0.16;

——稳定性: 不易水解和光解。