

# 团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2020

## 呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂

Dinotefuran and spirotetramat suspension concentrate

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-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《文件化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

**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。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

# 呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂

## 1 范围

本文件规定了呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由符合文件要求的呋虫胺原药、螺虫乙酯原药与适宜的助剂和填料加工成的呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂。

注：呋虫胺、螺虫乙酯的其他名称、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 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法  
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定  
GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法  
GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法  
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 31737 农药倾倒性测定方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

### 4.1 外观

应为可流动的，易测量体积的悬浮液体，在储存过程中可能出现分层或沉淀，经手摇动应恢复原状，不应有结块。

### 4.2 技术指标

呋虫胺•螺虫乙酯悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
呋虫胺质量分数/%			10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
螺虫乙酯质量分数/%			10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
pH 范围			6.0~9.0
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%			≥ 98
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
呋虫胺悬浮率/%			≥ 90
螺虫乙酯悬浮率/%			≥ 90
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL			≤ 25
低温稳定性 <sup>a</sup>			合格
热储稳定性 <sup>a</sup>			合格
<sup>a</sup> 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验，每 3 个月至少进行一次。			

5 试验方法

安全提示：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，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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 的规定执行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.2 的规定执行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 1000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与呋虫胺（螺虫乙酯）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呋虫胺（螺虫乙酯）的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 呋虫胺和螺虫乙酯质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 Tc-C<sub>18</sub>(2)为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 240 nm 下对试样中的呋虫胺和螺虫乙酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

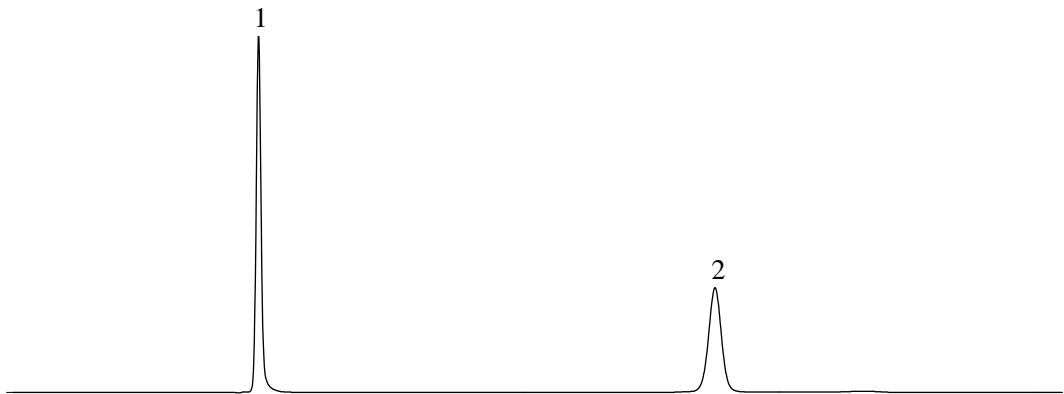
甲醇：色谱纯。  
水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。  
呋虫胺标样：已知呋虫胺质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。  
螺虫乙酯标样：已知螺虫乙酯质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。  
色谱数据处理机或色谱工作站。  
色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 Tc-C<sub>18</sub>(2)、5 μm填充物（或具有同等效果的色谱柱）。  
过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。  
微量进样器：50 μL。  
定量进样管：5 μL。  
超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相：Ψ（甲醇：水）=70：30，经滤膜过滤，并进行脱气。  
流速：1.0 mL/min；  
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；  
检测波长：240 nm；  
进样体积：5 μL；  
保留时间：呋虫胺约 3.3 min、螺虫乙酯约 9.4 min。  
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。  
典型的呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明：  
1——呋虫胺。  
2——螺虫乙酯。

图1 呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

#### 5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺标样和 0.05g（精确至 0.000 1 g）螺虫乙酯标样于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使标样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀。

#### 5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺的试样于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使标样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.4.5.3 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，直至相邻两针呋虫胺（螺虫乙酯）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。

#### 5.4.5.4 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草酮峰面积分别进行平均，试样中苯唑草酮质量分数按式（1）计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中呋虫胺（螺虫乙酯）质量分数，以%表示；

$A_2$ ——试样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；

$m_1$ ——呋虫胺（螺虫乙酯）标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中呋虫胺（螺虫乙酯）质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

#### 5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，呋虫胺应不大于 0.3%、螺虫乙酯应不大于 0.3%，以其算术平均值为测定结果。

#### 5.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

#### 5.6 悬浮率的测定

称取 2.0g 试样(精确至 0.000 1 g)，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定执行。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移至 50 mL 容量瓶中，用 25 mL 甲醇分 3 次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5min，恢复至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 4.4 的规定测定呋虫胺（螺虫乙酯）质量，并计算悬浮率。

#### 5.7 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 的规定执行。

#### 5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定执行。

#### 5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

#### 5.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定执行。悬浮率和湿筛试验符合文件要求为合格。

#### 5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 的规定执行。热储后，呋虫胺（螺虫乙酯）质量分数应不低于储前的 95%，pH、湿筛试验、悬浮率和倾倒性符合文件要求为合格。

### 6 验收和质量保证期

#### 6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

#### 6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，呋虫胺•螺虫乙酯悬浮剂的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

### 7 标志、标签、包装、储运

#### 7.1 标志、标签和包装

呋虫胺•螺虫乙酯悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

呋虫胺•螺虫乙酯悬浮剂采用聚酯阻隔瓶包装，每瓶净含量通常为 200mL，外包装为瓦楞纸箱，每箱净含量 6Kg；也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

#### 7.2 储运

呋虫胺•螺虫乙酯悬浮剂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 (资料性附录)

### 呋虫胺和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

#### A.1 本产品有效成分呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

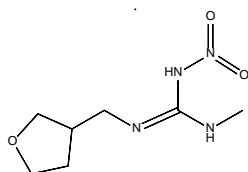
中文通用名：呋虫胺

ISO 通用名称：Dinotefuran。

CAS 登录号：165252-70-0。

化学名称：N-甲基-N'-硝基-N''-[(四氢-3-呋喃) 甲基]胍。

结构式：



分子式：C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>。

相对分子质量：202.2。

生物活性：杀虫。

熔点：107.5℃。

蒸汽压(30℃)：小于 1.7×10<sup>-3</sup> mpa。

溶解度 (20℃)：水 39.8g/L、正己烷 9×10<sup>-6</sup>g/L、庚烷 11×10<sup>-6</sup>g/L、二甲苯 72×10<sup>-3</sup>g/L、甲苯 150×10<sup>-3</sup>g/L、二氯甲烷 61 g/L、丙酮 58 g/L、甲醇 57 g/L、乙醇 19 g/L、乙酸乙酯 5.2 g/L。

稳定性：在150℃下稳定；水解半衰期大于1年 (pH4,7,9)；光解半衰期3.8h (灭菌/天然水)。

#### A.2 本产品有效成分螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

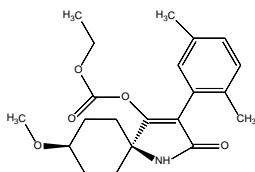
中文通用名：螺虫乙酯。

ISO通用名称：spirotetramat。

CAS登录号：203313-25-1。

化学名称：顺-4-(乙氧基羰基氧基)-8-甲氧基-3-(2,5-二甲苯基)-1-氮杂螺[4,5]癸-3-烯-2-酮。

结构式：



分子式：C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>5</sub>。

相对分子质量：373.5。

生物活性：杀虫。

熔点：142℃。

蒸气压：5.6×10<sup>-6</sup> mPa (20℃)，1.5×10<sup>-5</sup> mPa (25℃)。



溶解度：水中溶解22.9mg/L (pH7,20℃)；有机溶剂中溶解度 (g/L, 20℃)：正己烷0.055、二氯甲烷>600、二甲基亚砩200-300、甲苯60、丙酮100-200、乙酸乙酯67、乙醇44。

---