

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂

Abamectin 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《标准化工作导则 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

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂

1 范围

本文件规定了阿维菌素·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的阿维菌素原药、螺虫乙酯原药、适宜的助剂和填料加工制成的阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂。

注：阿维菌素、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 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、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后应恢复原状，不应有结块。

4.2 技术指标

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
阿维菌素(B _{1a} +B _{1b})质量分数/%			2.0 ^{+0.3} _{-0.3}
螺虫乙酯质量分数/%			10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
阿维菌素 B _{1a} 与 B _{1b} 的比值		≥	10.0
pH 范围			6.0~9.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
阿维菌素悬浮率/%		≥	90
螺虫乙酯悬浮率/%		≥	90
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%		≥	98
持久起泡性 (1 min 后泡沫量) /mL		≤	60
低温稳定性 ^a			合格
热储稳定性 ^a			合格
^a 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 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.2 进行, 用随机数表法确定抽样的包装件, 最终抽样量应不少于 800 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分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阿维菌素 B_{1a} 和 B_{1b} (螺虫乙酯) 色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 阿维菌素质量分数以及阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的阿维菌素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。

乙腈：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

阿维菌素标样：已知质量分数， $\omega \geq 95.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Shim-pack GIST- C_{18} 、5 μm 不锈钢柱(或同等效果的色谱柱)。

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 : 乙腈 : 水) = 40 : 35 : 25，经滤膜过滤，并进行脱气；

流量：1.0 mL/min；

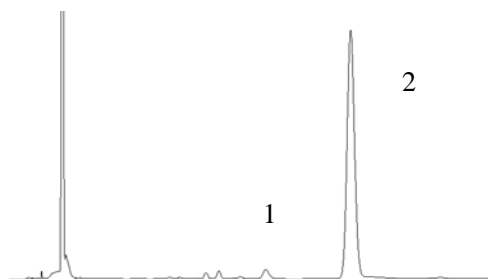
柱温：40 $^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ ；

检测波长：245 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：阿维菌素 B_{1b} 约 26.4 min，阿维菌素 B_{1a} 约 35.0 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。典型的阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——阿维菌素 B_{1b} ；

2——阿维菌素 B_{1a} 。

图1 阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）阿维菌素标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 30 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。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含阿维菌素 0.05 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 水使试样分散均匀，再加入 30 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。

5.4.5.3 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，直至相邻两针阿维菌素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阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 峰面积和分别进行平均，试样中阿维菌素质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中阿维菌素的质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中，阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 峰面积和的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中阿维菌素的质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中，阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 峰面积和的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值按式（2）计算：

$$\alpha(B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_{B1a}}{A_{B1b}} \quad \text{L L L L L L L L (2)}$$

式中：

$\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ ——试样中阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值；

B_{1a} ——试样溶液中，阿维菌素 B_{1a} 的峰面积；

B_{1b} ——试样溶液中，阿维菌素 B_{1b} 的峰面积。

5.4.6 允许差

阿维菌素质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 螺虫乙酯质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 230 nm

下对试样中的螺虫乙酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

螺虫乙酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Shim-pack GIST-C₁₈、5 μm 不锈钢柱(或同等效果的色谱柱)。

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。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相 A：水。

流动相 B：甲醇。

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	流速/mL/min
0.0	25	75	1.0
10.0	25	75	1.0
10.1	0	100	1.0
20.0	0	100	1.0
20.1	25	75	1.0
30.0	25	75	1.0

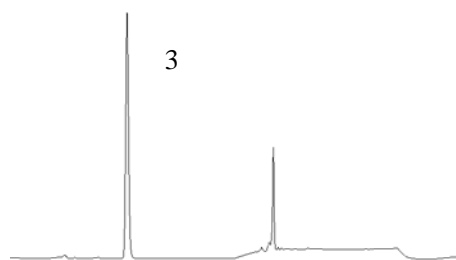
柱温：35 °C ± 2 °C；

检测波长：230 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：螺虫乙酯约 7.7 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。典型的阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 2。



说明:

3——螺虫乙酯。

图2 阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 螺虫乙酯标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 30 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。用移液管移取 10 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含螺虫乙酯 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 的试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 水使试样分散均匀, 再加入 30 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。用移液管移取 10 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

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。

5.5.5.4 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螺虫乙酯峰面积分别进行平均, 试样中螺虫乙酯质量分数按式 (3) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (3)$$

式中:

ω_1 ——试样中螺虫乙酯的质量分数, 以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中螺虫乙酯的质量分数, 以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

5.5.6 允许差

螺虫乙酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.4%，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 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.8 悬浮率的测定

称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 50 mL 容量瓶中。用 30 mL 甲醇分三次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.4 测定阿维菌素质量，按 5.5 测定螺虫乙酯质量，计算其悬浮率。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行，悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行，热储后，阿维菌素、螺虫乙酯质量分数不低于储前的 95%，阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值、pH 值、倾倒性、悬浮率和湿筛试验仍应符合标准要求为合格。

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，阿维菌素·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，各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂包装采用阻隔瓶包装，每瓶净含量 200 mL、500 mL、1000 mL，外包装为瓦楞纸箱；也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

7.2 储运

阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥的仓库中。

附 录 A (资料性附录)

阿维菌素和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分阿维菌素的其他名称、结构式和基本物化参数

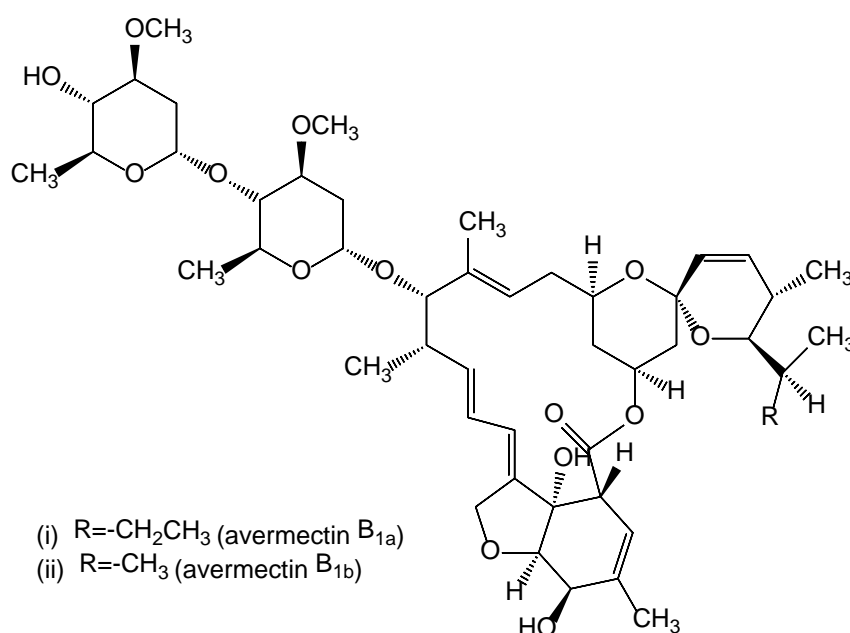
ISO通用名称: Abamectin

CAS登记号: 71751-41-2 (abamectin), 65195-55-3 (B_{1a}), 65195-56-4 (B_{1b})

CIPAC数字代码: 284

化学名称: (10E,14E,16E)-(1R,4S,5' S,6S,6' R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'-[(S)-仲丁基]-21,24-二羟基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6'-二氢-2' H-吡喃)-12-基-2,6-二脱氧-4-O-(2,6-二脱氧-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖苷(i)与(10E,14E,16E)-(1R,4S,5' S,6S,6' R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'-异丙基-21,24-二羟基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6'-二氢-2' H-吡喃)-12-基-2,6-二脱氧-4-O-(2,6-二脱氧-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖苷(ii)的混合物。

结构式:



实验式: C₄₈H₇₂O₁₄ (avermectin B_{1a}); C₄₇H₇₀O₁₄ (avermectin B_{1b})

相对分子质量: 873.1 (avermectin B_{1a}); 859.1 (avermectin B_{1b})

生物活性: 杀虫

熔点: 161.8 °C~169.4 °C(分解)

蒸气压 (25 °C): <3.7×10⁻³ mPa

溶解度：水中（mg/L, 20℃~25℃）1.21，有机溶剂（g/L, 20℃~25℃）甲苯23、丙酮72、甲醇13、正辛醇83、乙酸乙酯160、二氯甲烷470、正己烷0.11

稳定性：在pH 5~9的水溶液（25℃）中稳定性好，对强酸、强碱敏感，在紫外光照射下首先会变成8,9-Z-异构体，然后降解为未知产物

A.2 本产品中有效成分螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

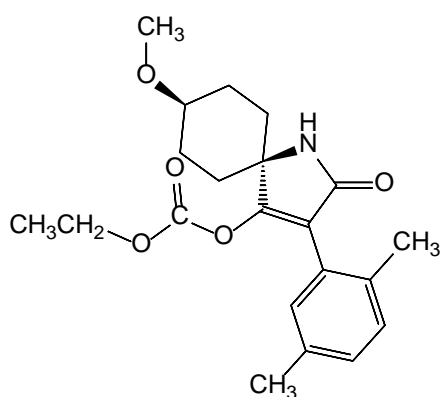
ISO通用名称：Spirotetramat

CAS登记号：203313-25-1

CIPAC数字代码：795

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：



实验式：C₂₁H₂₇NO₅

相对分子质量：373.5

生物活性：杀虫

熔点：142 ℃

沸点：235 ℃分解，未沸腾

蒸气压：5.6×10⁻⁶ mPa（20 ℃）、1.5×10⁻⁵ mPa（25 ℃）

溶解度（g/L, 20 ℃~25 ℃）：水29.9 mg/L（pH 7），正己烷0.055，二氯甲烷>600，二甲基亚砜200~300，甲苯60，丙酮100~120，乙酸乙酯67，乙醇44

稳定性：30 ℃时稳定≥1 y，水解 DT₅₀ 32.5 d（pH 4）、8.6 d（pH 7）、0.32 d（pH 9）（25 ℃），生成相应的烯醇后稳定，不会继续水解