

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈 悬浮剂

Emamectin benzoate and chlorfenapyr 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

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂

1 范围

本文件规定了甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂的要求、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标准的虫螨腈原药、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药与适宜的助剂和填料加工而成的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂。

注：虫螨腈和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

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，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

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
虫螨腈质量分数，%		10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐（B _{1a} + B _{1b} ）质量分数，%		2.0 ^{+0.3} _{-0.3}
甲氨基阿维菌素（B _{1a} + B _{1b} ）质量分数，%		1.76 ^{+0.26} _{-0.26}
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B _{1a} 与 B _{1b} 的比值		≥ 20.0
苯甲酸质量分数，%		≥ 0.20
悬浮率，%	虫螨腈	≥ 85
	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	≥ 90
倾倒性	倾倒后残余物，%	≤ 5.0
	洗涤后残余物，%	≤ 0.5
pH 范围		6.0~9.0
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、热储稳定性试验，每 3 个月至少测定一次。		

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 5.3.2 方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于 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，试样溶液中某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中虫螨腈、甲氨基阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的色谱峰保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 虫螨腈和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数及甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 比值的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇、乙腈混合溶液+氨水溶液为流动相，使用以 Extend-C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的虫螨腈（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

浓氨水（NH₃·H₂O）： ω （NH₃）=25%~30%。

甲醇、乙腈混合溶液： ψ （甲醇：乙腈）=35：50。

氨水溶液： ψ （NH₃·H₂O：H₂O）=1：300。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

虫螨腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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 (i.d.) 不锈钢柱，内装 Extend-C₁₈、5 μ m 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：10 μ L。

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、乙腈混合溶液：氨水溶液）=82：18，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.4 mL/min。

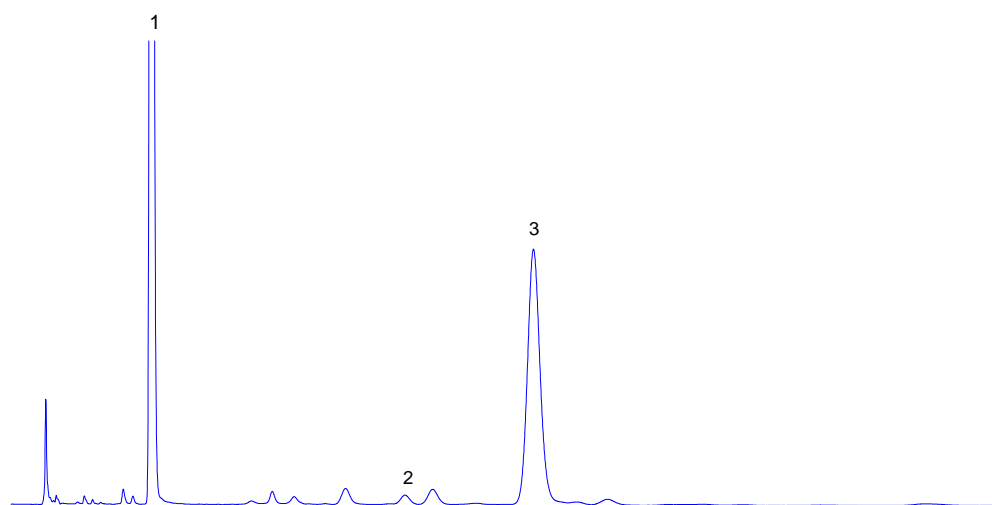
柱温：30±2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：10 μ L。

保留时间：虫螨腈约 5.1 min，甲氨基阿维菌素 B_{1b} 约 14.3 min，甲氨基阿维菌素 B_{1a} 约 18.9 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。典型的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——虫螨腈

2——甲氨基阿维菌素B_{1b}；

3——甲氨基阿维菌素B_{1a}。

图1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂中有效成分的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样于50 mL容量瓶中，加入适量甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。再称取0.05 g（精确至0.000 1 g）虫螨腈标样于100 mL容量瓶中，移取5 mL上述甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样溶液，加入适量甲醇，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

称取约 0.25 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加入 2 mL 水分散后再加入适量甲醇，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，直至相邻两针虫螨腈（甲氨基阿维菌素）峰面积相对变化小于 1.5%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虫螨腈（甲氨基阿维菌素）峰面积分别进行平均，试样中虫螨腈（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）质量分数按式（1）计算，试样中甲氨基阿维菌素质量分数按式（2）计算：

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

$$\omega_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times n} \times \frac{886.1}{1008.3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中虫螨腈（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中虫螨腈（甲氨基阿维菌素）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中虫螨腈（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中虫螨腈（甲氨基阿维菌素）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_2 ——试样中甲氨基阿维菌素的质量分数，以%表示；

n ——虫螨腈（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）标样溶液的稀释倍数，当计算虫螨腈质量分数时， $n=2$ ；
当计算甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数时， $n=20$ 。

886.1——甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的相对分子质量；

1008.3——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 的相对分子质量。

试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值按式（3）计算：

$$\alpha(B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_{B_{1a}}}{A_{B_{1b}}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ ——试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值；

$A_{B_{1a}}$ ——试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的峰面积；

$A_{B_{1b}}$ ——试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1b} 的峰面积；

5.4.6 允许差

两次平行测定结果偏差，虫螨腈应不大于 0.3%，甲氨基阿维菌素苯甲酸盐应不大于 0.2%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5 苯甲酸质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以 Eclipse plus C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的苯甲酸进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： ψ （冰乙酸：水）=1：1000

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

苯甲酸标样：已知苯甲酸质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse plus C₁₈、5μm 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。

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： ψ （甲醇：冰乙酸溶液）=50：50，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

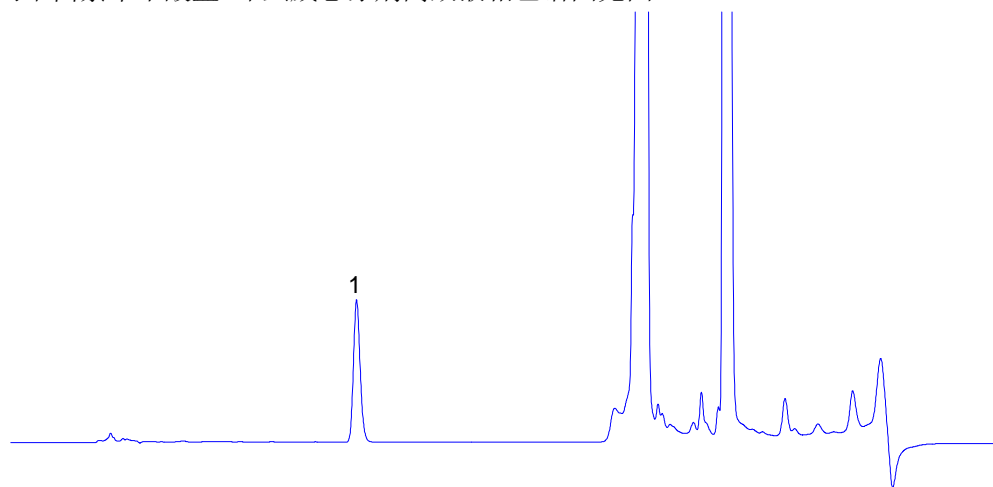
柱温：30℃±2℃。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：苯甲酸约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。典型的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图见图2。



说明：

1——苯甲酸

图2 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨脲悬浮剂中苯甲酸的高效液相色谱图

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）苯甲酸标样于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于另一50 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

称取含苯甲酸 0.005 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加 5 mL 水使样品分散均匀，再用甲醇超声溶解并稀释至刻度，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，直至相邻两针苯甲酸峰面积相对变化小于 1.5% 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苯甲酸峰面积分别进行平均。试样中苯甲酸质量分数按公式（4）计算：

$$\omega_3 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_4}{A_3 \times m_4 \times n} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ω_3 ——试样中苯甲酸质量分数，以%表示；

A_4 ——试样溶液中苯甲酸峰面积的平均值；

m_3 ——苯甲酸标样的质量，单位为克（g）；

ω_4 ——标样中苯甲酸质量分数，以%表示；

A_3 ——标样溶液中苯甲酸峰面积的平均值；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——苯甲酸标样溶液的稀释倍数， $n=10$ 。

5.5.6 允许差

苯甲酸质量分数两次平行测定结果偏差应不大于 0.02%，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 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中，用 50 mL 甲醇分三次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声振荡 5 min，取出冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 4.4 测定虫螨腈和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量，并计算悬浮率。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

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，有效成分的质量分数不低于储前的 95%，pH 值、湿筛试验、悬浮率和倾倒性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，12%虫螨腈·甲氨基阿维菌素苯甲酸盐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

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定，并应有农药生产批准证书号、农药登记证号、产品标准号和商标。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂可采用聚酯瓶或玻璃瓶包装，每瓶净含量一般为 100 mL 或 250 mL，外包装为钙塑箱或纸板箱，每箱 5 kg。也可以根据用户要求和订货协议采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

7.2 储运

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·虫螨腈悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的库房中，堆码方式应符合安全、搬运方便。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)

虫螨腈和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数

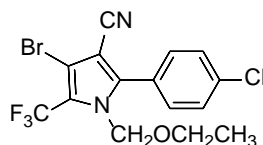
A.1 本产品有效成分虫螨腈的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Chlorfenapyr

CAS登记号: 122453-73-0

化学名称: 4-溴-2-(4-氯苯基)-1-乙氧基甲基-5-三氟甲基-1H-吡咯-3-腈

结构式:



分子式: $C_{15}H_{11}BrClF_3N_2O$

相对分子质量: 407.6

生物活性: 杀虫、杀螨

熔点: $101\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 102\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): $<0.012\text{ mPa}$

溶解度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水 0.14 mg/L (pH 7), 己烷 8.9, 甲醇 70.9, 乙腈 684, 甲苯 754, 丙酮 1140, 二氯甲烷 1410 (g/L)

稳定性: 在空气中, $DT_{50}\ 0.88\text{ d}$ (10.6 h); 在水中, $DT_{50}\ 4.8\text{--}7.5\text{ d}$; 稳定水解 (pH 4, 7 和 9)

A.2 本产品有效成分甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数

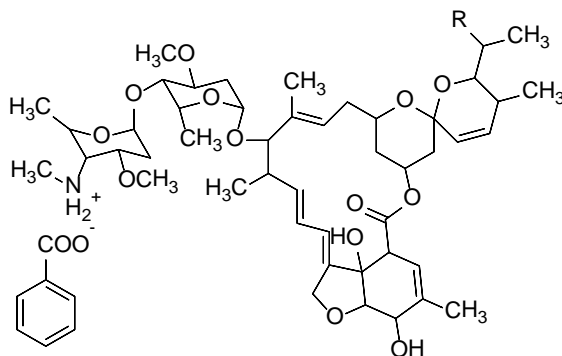
ISO通用名称: Emamectin benzoate

CAS登录号: 155569-91-8

CIPAC数字代码: 829

化学名称: (4"*R*)-4"脱氧-4"-甲氨基阿维菌素B₁苯甲酸盐

结构式:



分子式: R=-CH₂CH₃ 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1a} C₅₆H₈₁NO₁₅; R=-CH₃ 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1b} C₅₅H₇₉NO₁₅

相对分子质量: 1008.3 (B_{1a}); 994.2 (B_{1b})

生物活性: 杀虫、杀螨

熔点: 141 °C~146 °C

蒸气压 (21 °C): 4×10⁻³ mPa

溶解度: 溶于丙酮和甲醇, 微溶于水, 不溶于己烷

稳定性: 在通常的储存条件下稳定, 对紫外光不稳定