

# 团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

## 虫螨腈·茚虫威悬浮剂

Chlorfenapyr and indoxacarb 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

# 虫螨腈·茚虫威悬浮剂

## 1 范围

本文件规定了虫螨腈·茚虫威悬浮剂的要求、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虫螨腈原药、茚虫威原药与适宜的助剂和填料加工而成的虫螨腈·茚虫威悬浮剂。

注：虫螨腈和茚虫威的其他名称、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 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

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 茚虫威混合物 indoxacarb mixture

指茚虫威与(*R*)-对映体的总和。

## 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

虫螨腈·茚虫威悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 虫螨腈·茚虫威悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
虫螨腈质量分数，%			10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
茚虫威质量分数，%			4.0 <sup>+0.4</sup> <sub>-0.4</sub>
茚虫威异构体比例[ (S) : (R) ]			≥ 3.0
pH 范围			7.0~10.0
悬浮率，%	虫螨腈	≥	85
	茚虫威	≥	85
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛），%			≥ 98
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、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、茚虫威色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

#### 5.4 虫螨腈和茚虫威质量分数的测定

##### 5.4.1 虫螨腈和茚虫威混合体质量分数的测定

###### 5.4.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 Eclipse Plus C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 275 nm 下对试样中的虫螨腈、茚虫威混合体进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

###### 5.4.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

虫螨腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

茚虫威标样：已知茚虫威混合体（茚虫威 + (R)-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

###### 5.4.1.3 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：150 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm 填充物（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。

###### 5.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）= 70：30，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

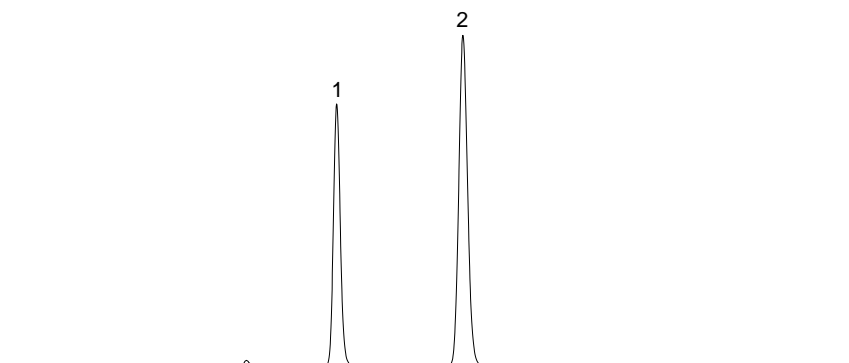
柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：275 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：茚虫威混合体约 5.8 min，虫螨腈约 8.0 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。典型的虫螨腈·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——茚虫威混合体;

2——虫螨腈。

图1 虫螨腈·茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图

#### 5.4.1.5 测定步骤

##### 5.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 茚虫威标样, 置于25 mL容量瓶中, 加入适量乙腈, 超声波振荡5 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。再称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 虫螨腈标样, 置于100 mL容量瓶中, 用移液管移取上述茚虫威标样溶液10 mL于此容量瓶中, 加入适量乙腈, 超声波振荡5 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

##### 5.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 虫螨腈的试样, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 水使试样分散后, 再加入适量乙腈, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

##### 5.4.1.5.3 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 (茚虫威混合体) 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。

##### 5.4.1.5.4 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 (茚虫威混合体) 峰面积分别进行平均, 试样中虫螨腈 (茚虫威混合体) 质量分数按式 (1) 计算:

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

式中:

$\omega_1$ ——试样中虫螨腈 (茚虫威混合体) 的质量分数, 以%表示;

$A_2$ ——试样溶液中虫螨腈 (茚虫威混合体) 峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中虫螨腈（茚虫威混合物）的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中虫螨腈（茚虫威混合物）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$n$ ——虫螨腈（茚虫威混合物）标样溶液的稀释倍数，当计算虫螨腈质量分数时， $n=1$ ；当计算茚虫威混合物质量分数时， $n=2.5$ 。

#### 5.4.1.6 允许差

两次平行测定结果之差，虫螨腈应不大于 0.3%，茚虫威混合物应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.4.2 茚虫威质量分数和茚虫威异构体比例[（S）：（R）]的测定

#### 5.4.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以 CHIRALCEL OD-H 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 310 nm 下对试样中的茚虫威进行高效液相色谱分离和测定。

#### 5.4.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

茚虫威标样：已知茚虫威混合物（茚虫威 + (R)-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ ，已知异构体比例。

#### 5.4.2.3 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 CHIRALCEL OD-H、5  $\mu\text{m}$  填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

微量进样器：50  $\mu\text{L}$ 。

定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

#### 5.4.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\psi$ （正己烷：异丙醇）= 75：25，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

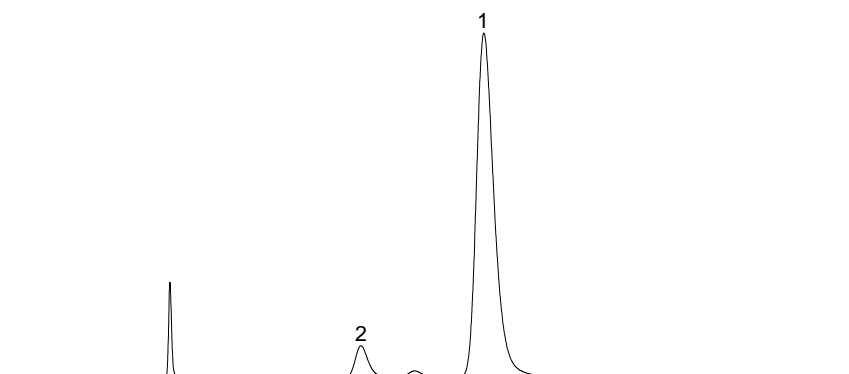
柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：310 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：(R)-茚虫威约 8.3 min，茚虫威约 11.3 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。典型的虫螨腈·茚虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——茚虫威;

2——(R)-茚虫威。

图2 虫螨腈·茚虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图

#### 5.4.2.5 测定步骤

##### 5.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g (精确至0.000 01 g) 茚虫威标样, 置于50 mL容量瓶中, 加入适量流动相, 超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

##### 5.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g (精确至0.000 1 g) 茚虫威的试样, 置于50 mL容量瓶中, 加入适量流动相, 超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

##### 5.4.2.5.3 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, 直至相邻两针茚虫威(R)-对映体、(S)-对映体峰面积相对变化小于1.0%后, 然后注入两针试样溶液。

##### 5.4.2.5.4 计算

试样中茚虫威比例 $K_1$ 、茚虫威质量分数 $\omega_2$ 和茚虫威异构体比例[(S):(R)]  $K_2$ 分别按式(2)、式(3)和式(4)计算:

$$K_1 = \frac{A_S}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_2 = \omega_1 \times K_1 \dots\dots\dots (3)$$

$$K_2 = \frac{A_S}{A_R} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$K_1$ ——茚虫威比例的平均值，以%表示；

$A_S$ ——两针试样溶液中茚虫威峰面积的平均值；

$A_R$ ——两针试样溶液中茚虫威  $R$ -对映体峰面积的平均值；

$\omega_2$ ——试样中茚虫威质量分数，以%表示；

$\omega_1$ ——试样中茚虫威混合体质量分数，以%表示；

$K_2$ ——茚虫威异构体比例[ $(S) : (R)$ ]的平均值，以%表示。

#### 5.4.2.6 允许差

茚虫威质量分数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。

#### 5.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 5.6 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 乙腈分三次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声振荡 5 min，取出冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。按 4.4.1 测定虫螨腈和茚虫威混合体的质量，并计算悬浮率。

#### 5.7 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

#### 5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

#### 5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 5.10 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文件要求为合格。

#### 5.11 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，虫螨腈·茚虫威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

虫螨腈·茚虫威悬浮剂的标志、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。

虫螨腈·茚虫威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

虫螨腈·茚虫威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、茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

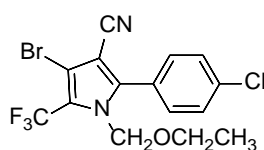
#### A.1 本产品有效成分虫螨腈的其他名称、结构式和基本物化参数

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-1*H*-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 °C ~ 102 °C

蒸气压 (20 °C): <0.012 mPa

溶解度 (20 °C ~ 25 °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 d (10.6 h); 在水中,  $DT_{50}$  4.8-7.5 d; 稳定水解 (pH 4, 7 和 9)

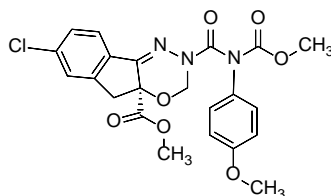
#### A.2 本产品有效成分茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Indoxacarb

CAS登记号: 173584-44-6

化学名称: (S)-7-氯-2,3,4a,5-四氢-2-[甲氧基羰基(4-三氟甲氧基苯基)氨基甲酰基]茚并[1,2-e][1,3,4]噁二嗪-4a-羧酸甲酯

结构式:



分子式:  $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$

相对分子质量: 527.8

生物活性: 杀虫

熔点: 88.1 °C

蒸气压:  $1.9 \times 10^{-7}$  mPa (25 °C);  $9.8 \times 10^{-6}$  mPa (20 °C)

溶解度（20℃～25℃）：水0.2 mg/L、丙酮>250、乙腈139、二氯甲烷>250、DMF>250、乙酸乙酯160、正庚烷1.72、正己烷1.31、甲醇111、正辛醇11.3、邻二甲苯117（g/L）

稳定性（25℃）：水解DT<sub>50</sub> 1 y（pH 5），22 d（pH 7），0.3 h（pH 9）

---