

团 体 标 准

T/CCPIA XXXX—XXXX

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂

Flonicamid and bifenthrin suspension concentrate

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - 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》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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂

1 范围

本标准规定了氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂的技术要求、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。
本标准适用于氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂产品的质量控制。
注：氟啶虫酰胺、联苯菊酯的其他名称、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 14825 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—2021 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—2011 农药持久起泡性测定方法
GB/T 31737—2015 农药倾倒性测定方法
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

本品由符合标准的联苯菊酯原药、氟啶虫酰胺原药、助剂和填料制成，外观应是可流动、易测量体积的悬浮液体；存放过程中可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状；不应有结块。

4.2 技术指标

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂应符合表1要求。

表1 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标
氟啶虫酰胺质量分数/%	25±2.5
联苯菊酯质量分数/%	9±0.9
pH 范围	4.0~7.0

项 目		指 标
氟啶虫酰胺悬浮率/%		≥80
联苯菊酯悬浮率/%		≥80
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤5
	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），mL		≤60
低温稳定性 ^a		冷储后，悬浮率、湿筛试验应符合本文件要求。
热储稳定性 ^b		热储后，有效成分联苯菊酯、氟啶虫酰胺的相对分解率不大于 5%，pH、悬浮率、湿筛试验、倾倒性符合本文件要求。
^{a,b} 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验，至少每 3 个月进行 1 次。		

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

按照GB/T 1605—2001 中5.3.2“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量一般应不少于1500 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 液相色谱法

本鉴别试验可与氟啶虫酰胺（联苯菊酯）质量分数的测定同时进行，在相同的液谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5 %以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 氟啶虫酰胺（联苯菊酯）质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水（水用磷酸调pH = 2.6 ~ 3.0）为流动相，使用C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器在244 nm处，对试样中的氟啶虫酰胺（联苯菊酯）进行高效液相色谱分离测定，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 甲醇：色谱级。

- 5.5.2.3 磷酸：分析纯。
- 5.5.2.4 水：重蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 5.5.2.5 氟啶虫酰胺标样：已知氟啶虫酰胺质量分数， $\omega \geq 95\%$ 。
- 5.5.2.6 联苯菊酯标样：已知联苯菊酯质量分数， $\omega \geq 95\%$ 。

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 电脑及色谱工作站。
- 5.5.3.3 色谱柱：250 mm × 4.6 mm（内径）不锈钢，内装 C₁₈、5 μm 填充物（或具等同效果的色谱柱）。
- 5.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。
- 5.5.3.5 微量进样器：50 μL。
- 5.5.3.6 定量进样阀：5 μL。
- 5.5.3.7 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 A：乙腈。
- 5.5.4.2 流动相 B：0.05 % 磷酸水。
- 5.5.4.3 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/%
0	30	70
7.0	30	70
7.1	95	5
15.0	95	5
15.1	30	70
20	30	70

- 5.5.4.4 流量：1 mL/min。
- 5.5.4.5 检测波长：244 nm。
- 5.5.4.6 柱温：室温（温度变化应不大于 2 ℃）。
- 5.5.4.7 进样体积：5 μL。
- 5.5.4.8 保留时间：氟啶虫酰胺约 5.9 min，联苯菊酯约 14.1 min。
- 5.5.4.9 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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。典型的氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明:

1——氟啶虫酰胺。

2——联苯菊酯。

图1 氟啶虫酰胺·联苯菊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

称取氟啶虫酰胺标样约 0.08 g (精确至 0.000 1 g)、联苯菊酯标样约 0.03 g (精确至 0.000 1 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀备用。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取约 0.33 g (精确至 0.000 1 g) 的试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加适量的甲醇溶解并稀释至刻度, 过滤, 备用。

5.5.5.3 测定

在上述液谱操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针氟啶虫酰胺(联苯菊酯)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。

5.5.6 计算

将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中的氟啶虫酰胺(联苯菊酯)峰面积分别进行平均, 氟啶虫酰胺(联苯菊酯)的质量分数 ω_1 按式(1)计算

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_2}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中氟啶虫酰胺(联苯菊酯)质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中, 氟啶虫酰胺(联苯菊酯)峰面积平均值;

A_2 ——试样溶液中, 氟啶虫酰胺(联苯菊酯)峰面积平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克(g);

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

ω_2 ——标样中氟啶虫酰胺(联苯菊酯)的质量分数, 以%表示。

5.5.7 允许差

两次测定结果之差, 应不大于 0.6 %, 取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

5.7 悬浮率试验

按 GB/T 14825 规定执行

5.8 倾倒性试验

按 GB/T 31737—2015 规定执行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2“湿筛法”规定执行。

5.10 持久起泡性试验

按 GB/T 28137—2011 规定执行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 规定执行，悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 2.1 规定执行，其有效成分联苯菊酯、氟啶虫酰胺的相对分解率不大于 5%，pH、悬浮率、湿筛试验、倾倒性符合标准要求则为合格。

6 检验规则

6.1 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。

6.2 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个月至少进行一次。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) 国家法定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要求。

按第5章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

在规定的储运条件下，氟啶虫酰胺·联苯菊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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂的标志、标签、包装应符合GB 3796 的有关规定。 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂用洁净、干燥的高阻隔瓶包装，每瓶净含量为100 毫升（g）、200 毫升（g）、500 毫升（g）等，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量不超过10 kg。 根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

8.2 储运

氟啶虫酰胺·联苯菊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。

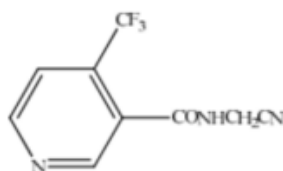
附录 A

(资料性)

氟啉虫酰胺、联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分氟啉虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

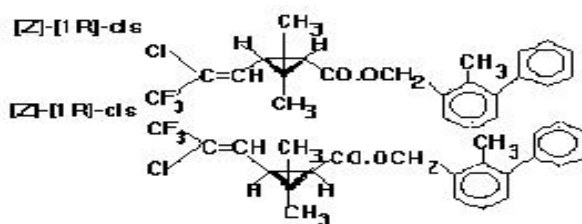
- ISO通用名称：Flonicamid;
- CAS登录号：[158062-67-0];
- 化学名称：N-氰甲基-4-(三氟甲基)烟酰胺;
- 结构式：



- 分子式：C₉H₆F₃N₃O；
- 相对分子质量：229.2；
- 生物活性：杀虫。

A.2 本产品有效成分联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Bifenthrin;
- CAS登录号：[82657-04-3];
- 化学名称：2-甲基联苯基-3-基甲基(Z)-(1R, 3R;1S,3S)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙-1-烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯;
- 结构式：



- 分子式：C₂₃H₂₂ClF₃O₂；
- 相对分子质量：422.9；
- 生物活性：杀虫。