

# 团 体 标 准

T/CCPIA 073—2021

---

## 14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂

14% Chlorfenapyr and indoxacarb suspension concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 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这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省青岛金尔农化研制开发有限公司、湖南化工研究院。

本文件主要起草人：王琴、钟娉婷、邱学芳、夏荣。



CCPIA

# 14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂

## 1 范围

本文件规定了14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

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 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 茚虫威混合体 indoxacarb mixture

指茚虫威与(R)-对映体的总和。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

可流动、易测量体积的悬浮液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

## 4.2 技术指标

14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂还应符合表1要求。

表1 14%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 值	7.0~10.0	
悬浮率/%	虫螨腈	≥90
	茚虫威	≥90
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>	冷储后, 悬浮率、湿筛试验应符合本文件要求。	
热储稳定性 <sup>a</sup>	热储后, 有效成分的质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%, 悬浮率应大于等于85%, pH 值、湿筛试验和倾倒性应符合本文件要求。	
<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

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, 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, 均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

## 5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 方法进行。用随机数表法确定取样的包装件, 最终抽样量不少于 800 mL。

## 5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与虫螨腈、茚虫威质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中虫螨腈或茚虫威色谱峰的保留时间, 其相对差应在 1.5% 以内。

## 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

## 5.5 虫螨腈和茚虫威质量分数的测定

### 5.5.1 虫螨腈和茚虫威混合体质量分数的测定

#### 5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+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 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。

#### 5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈:色谱级。

5.5.1.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 虫螨腈标样:已知质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

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

#### 5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.1.3.4 定量进样管:5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

#### 5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相:体积比  $\Psi_{(\text{乙腈:水})} = 70:30$ 。

5.5.1.4.2 流量:1.0 mL/min。

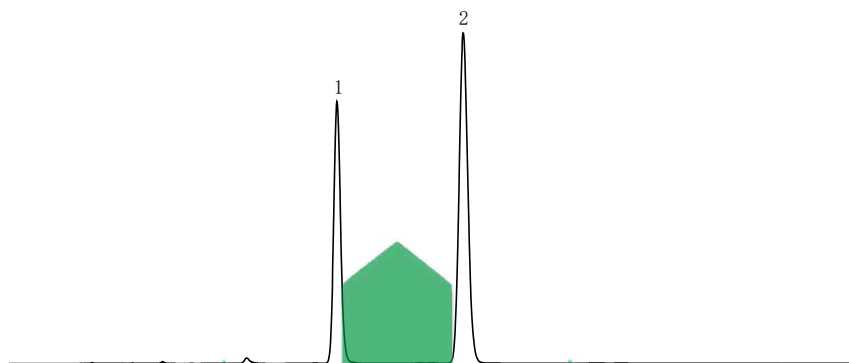
5.5.1.4.3 柱温:30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.4.4 检测波长:275 nm。

5.5.1.4.5 进样体积:5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.1.4.6 保留时间:茚虫威混合体约 5.8 min、虫螨腈约 8.0 min。

5.5.1.4.7 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 14% 虫螨腈·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——茚虫威混合物

2——虫螨腈。

图 1 14%虫螨腈·茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图

### 5.5.1.5 测定步骤

#### 5.5.1.5.1 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20 mL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。

#### 5.5.1.5.2 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, 再加入 80 mL 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。

#### 5.5.1.5.3 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(茚虫威混合物)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。

#### 5.5.1.6 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(茚虫威混合物)峰面积分别进行平均, 试样中虫螨腈(茚虫威混合物)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(茚虫威混合物)的质量分数, 以百分数(%)表示;

$A_2$ ——试样溶液中虫螨腈(茚虫威混合物)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, 以百分数(%)表示;

$A_1$ ——标样溶液中虫螨脲（茚虫威混合体）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；

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

#### 5.5.1.7 允许差

两次平行测定结果之差，虫螨脲应不大于 0.3%，茚虫威混合体应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.5.2 茚虫威质量分数和茚虫威异构体比例的测定

#### 5.5.2.1 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 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。

#### 5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 正己烷：色谱级。

5.5.2.2.2 异丙醇：色谱级。

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

#### 5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 OD-H、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.2.3.4 定量进样管：5 μL。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

#### 5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相：体积比  $\Psi_{\text{（正己烷:异丙醇）}} = 75:25$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.2.4.2 流量：1.0 mL/min。

5.5.2.4.3 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.5.2.4.4 检测波长：310 nm。

5.5.2.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.2.4.6 保留时间：(*R*)-茚虫威约 8.3 min、茚虫威约 11.3 min。



5.5.2.4.7 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 14% 虫螨腈·茚虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图见图 2。

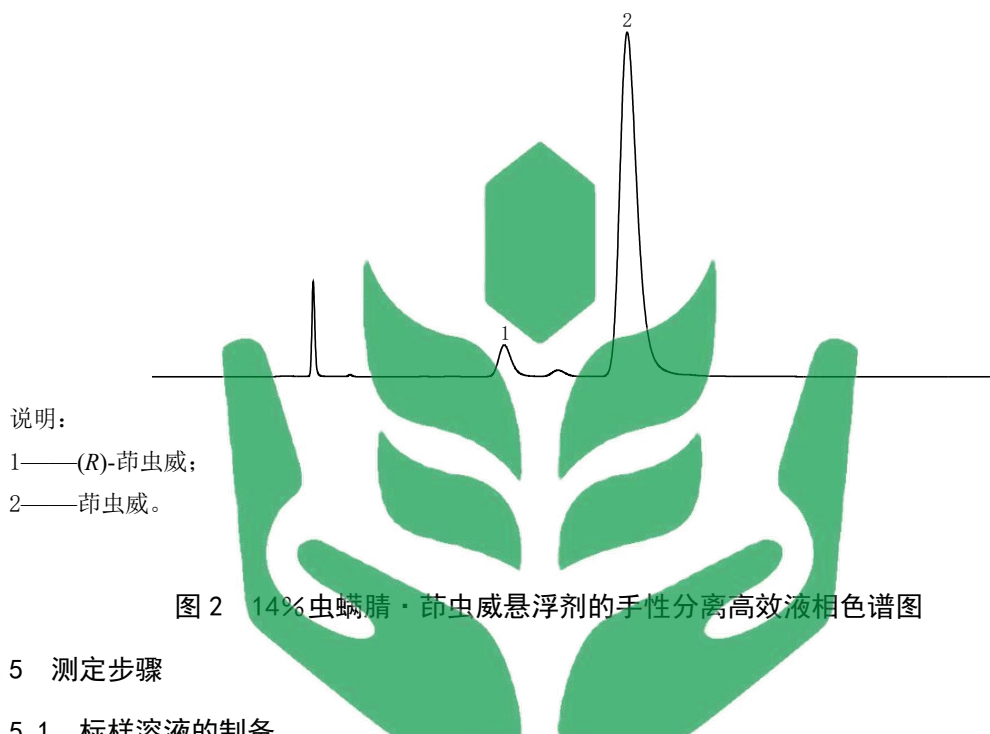


图 2 14% 虫螨腈·茚虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图

### 5.5.2.5 测定步骤

#### 5.5.2.5.1 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 30 mL 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。

#### 5.5.2.5.2 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 30 mL 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。

#### 5.5.2.5.3 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、茚虫威峰面积相对变化小于 1.2% 后，然后注入两针试样溶液。

#### 5.5.2.6 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；

$A_S$ ——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，以百分数（%）表示；

$\omega_1$ ——试样中茚虫威混合体质量分数，以百分数（%）表示；

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

### 5.5.2.7 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。

### 5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

### 5.7 茚虫威的悬浮率的测定

#### 5.7.1 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 5.5.1 测定虫螨腈和茚虫威混合体的质量，并计算悬浮率。

#### 5.7.2 计算

悬浮率按式（5）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega) \div A_3 \div n}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (5)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中虫螨腈（茚虫威混合体）的悬浮率，以百分数（%）表示；

$m_4$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$\omega_1$ ——试样中虫螨腈（茚虫威混合体）的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_4$ ——试样溶液中，虫螨腈（茚虫威混合体）峰面积的平均值；

$m_3$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中虫螨腈（茚虫威混合体）的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_3$ ——标样溶液中，虫螨腈（茚虫威混合体）峰面积的平均值；

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

### 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。

### 5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。

## 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。出厂检验项目为第4章技术指标中除热储稳定性和低温稳定性以外的所有项目。

### 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

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标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,14%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,各项指标均应符合本文件要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

14%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。

14%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，但应符合 GB 3796 中的有关规定。

### 8.2 储运

14%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)

### 虫螨腈和茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

虫螨腈和茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

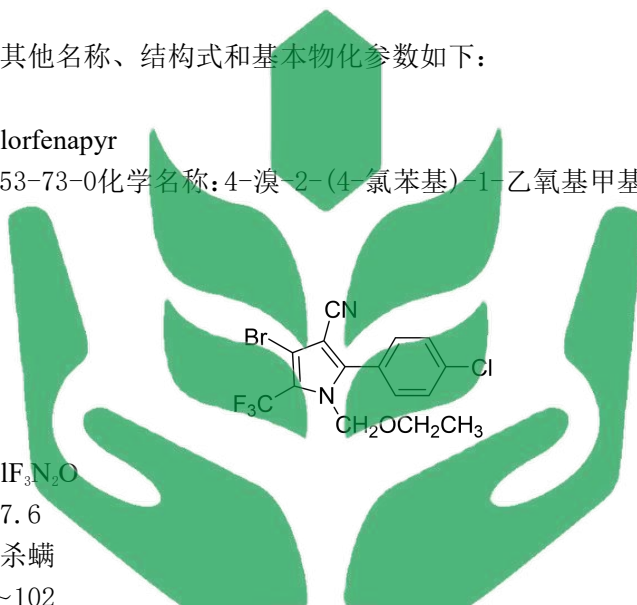
#### (1) 虫螨腈

ISO 通用名称：Chlorfenapyr

CAS 登录号：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<sub>15</sub>H<sub>11</sub>BrClF<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O

相对分子质量：407.6

生物活性：杀虫、杀螨

熔点（℃）：101~102

蒸气压（20℃）：<0.012 mPa

溶解度（g/L, 20℃~25℃）：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

稳定性：在空气中，DT<sub>50</sub> 0.88 d（10.6 h）；在水中，DT<sub>50</sub> 4.8~7.5 d；稳定水解（pH 4, 7 和 9）

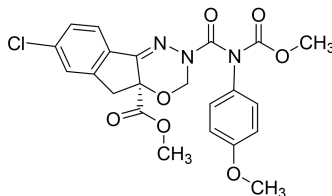
#### (2) 茚虫威

ISO 通用名称：Indoxacarb

CAS 登录号：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[1,3,4]噁二嗪-4a-羧酸甲酯

结构式：



分子式：C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>ClF<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>

相对分子质量：527.8

生物活性：杀虫

熔点（℃）：88.1

蒸气压：1.9×10<sup>-7</sup> mPa（25℃）；9.8×10<sup>-6</sup> mPa（20℃）

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C) : 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

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

