

ICS 65.100.10

CCS G 25

团 体 标 准

T/CCPIA 076—2021

20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂

20% Dinotefuran and spirotetramat 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：海利尔药业集团股份有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、中国农业科学院植物保护研究所。

本文件主要起草人：曹冲、赵鹏跃、戎谔、葛家成、李士翠、周松。



20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂

1 范围

本文件规定了20%呋虫胺·螺虫乙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。

本文件适用于20%呋虫胺·螺虫乙酯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：呋虫胺和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 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

本文件没有需要界定的术语和定义。

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

20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂还应符合表1要求。

表 1 20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
呋虫胺质量分数/%		10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
螺虫乙酯质量分数/%		10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
pH 值		6.0~9.0
呋虫胺悬浮率/%		≥90
螺虫乙酯悬浮率/%		≥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 ^a		冷储后,悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性 ^a		热储后,呋虫胺和螺虫乙酯质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。
^a 正常生产时,低温稳定性试验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 中的 5.3.2 方法进行。用随机数表法确定取样的包装件;最终取样量应不少于 800 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与呋虫胺、螺虫乙酯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呋虫胺或螺虫乙酯的色谱峰的保留时间,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 呋虫胺和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 240 nm 下对试样中的呋虫胺和螺虫乙酯进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

- 5.5.2.1 甲醇：色谱级。
- 5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 5.5.2.3 呋虫胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.5.2.4 螺虫乙酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。
- 5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。
- 5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。
- 5.5.3.5 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：体积比 $\Psi_{(\text{甲醇}:\text{水})} = 70:30$ 。
- 5.5.4.2 流速：1.0 mL/min；
- 5.5.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；
- 5.5.4.4 检测波长：240 nm；
- 5.5.4.5 进样体积：5 μL ；
- 5.5.4.6 保留时间：呋虫胺约 3.3 min、螺虫乙酯约 9.4 min。
- 5.5.4.7 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 20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——呋虫胺；

1

图 1 20%呋虫胺·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 0.05 g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺标样和 0.05 g（精确至 0.000 1 g）螺虫乙酯标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使其溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使其溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

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，直至相邻两针呋虫胺和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。

5.5.6 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呋虫胺和螺虫乙酯峰面积分别进行平均，试样中呋虫胺（螺虫乙酯）质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 —试样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 —试样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；

m_1 —标样的质量，单位为克（g）；

ω —标样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 —标样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；

m_2 —试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差，呋虫胺质量分数应不大于 0.3%、螺虫乙酯质量分数应不大于 0.3%，取其算术平均值为测定结果。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 悬浮率的测定

5.7.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取 0.2 g (精确至 0.000 1 g) 试样。将量筒底部剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中，用 60 mL 甲醇分 3 次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min，恢复至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 20 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定呋虫胺和螺虫乙酯的质量，计算其悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega) \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

- ω_2 —悬浮率，以百分数 (%) 表示；
- m_4 —试样的质量，单位为克 (g)；
- ω_1 —试样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数 (%) 表示；
- A_4 —试样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；
- m_3 —呋虫胺（螺虫乙酯）标样的质量，单位为克 (g)；
- ω —标样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数 (%) 表示；
- A_3 —标样溶液中呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值。

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章技术指标中除低温稳定性和热储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；
- a) 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，20%呋虫胺·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，各项指标均应符合文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

20%呋虫胺·螺虫乙酯悬浮剂采用聚酯阻隔瓶包装，每瓶净含量通常为200 mL，外包装为瓦楞纸箱，每箱净含量6 Kg；也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

8.2 储运

20%呋虫胺·螺虫乙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)

呋虫胺和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

呋虫胺和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 呋虫胺

ISO 通用名称：Dinotefuran

CAS 登录号：165252-70-0

化学名称：*N*-甲基-*N*-基-硝基-*N'*-[(四氢-3-呋喃)甲基]胍

结构式：



分子式： $C_7H_{14}N_4O_3$

相对分子质量：202.2

生物活性：杀虫

熔点 ($^{\circ}C$)：107.5

蒸汽压(30 $^{\circ}C$)： $<1.7 \times 10^{-3}$ mpa

溶解度(g/L, 20 $^{\circ}C$)：水 39.8；正己烷 9 己烷、⁻⁶庚烷 11×10^{-6} ，二甲苯 72 苯 1×10^{-3} ，甲苯 150×10^{-3} ，二氯甲烷 61，丙酮 58，甲醇 57，乙醇 19，乙酸乙酯 5.2

稳定性：在150 $^{\circ}C$ 下稳定；水解半衰期大于1年 (pH 4、7、9)；光解半衰期3.8 h (灭菌/天然水)

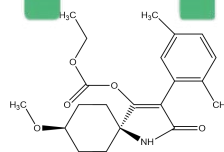
(2) 螺虫乙酯

ISO通用名称：Spirotetramat

CAS登录号：[203313-25-1]

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：



分子式： $C_{21}H_{27}NO_5$

相对分子质量：373.5

生物活性：杀虫

熔点 ($^{\circ}C$)：142

蒸汽压： 5.6×10^{-6} mPa (20 $^{\circ}C$)， 1.5×10^{-5} mPa (25 $^{\circ}C$)

溶解度 (g/L, 20 $^{\circ}C$)：水 22.9 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 100~200，乙酸乙酯 67，乙醇 44