

团 体 标 准

T/CCPIA 086—2021

20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂

20%Lambda-cyhalothrin and thiamethoxam suspension concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 实施

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：江阴苏利化学股份有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、贵州健安德科技有限公司。

本文件主要起草人：何钰、吴宜佩、汪静莉、潘志孝、张桂婷、王友信、田茂英。



CCPIA

20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂

1 范围

本文件规定了20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂的技术要求、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%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪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：高效氯氟氰菊酯和噻虫嗪的其他名称、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%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂还应符合表1要求。

表1 20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
高效氯氟氰菊酯质量分数/%		4.0 ^{0.4} _{-0.4}
噻虫嗪质量分数/%		16.0 ^{0.9} _{-0.9}
pH值		5.0~8.0
高效氯氟氰菊酯悬浮率/%		≥90
噻虫嗪悬浮率/%		≥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后的泡沫量)/mL		≤60
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, 高效氯氟氰菊酯、噻虫嗪质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%, 悬浮率、pH值、湿筛试验、倾倒性仍应符合本文件要求。
^a 正常生产时, 低温稳定性和热储稳定性每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

按照 GB/T 1605—2001 中5.3.2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1000 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 噻虫嗪鉴别的反相高效液相色谱法

本鉴别试验可与噻虫嗪质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中噻虫嗪的色谱峰的保留时间, 其相对差应值在1.5%以内。

5.3.2 高效氯氟氰菊酯鉴别的正相高效液相色谱法

本鉴别试验可与高效氯氟氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间, 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 噻虫嗪质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，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230 nm下对试样中的噻虫嗪进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.5.2.3 噻虫嗪标样：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 $\psi_{\text{（乙腈：水）}} = 75:25$ 。

5.5.4.2 流量：1.0 mL/min。

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

5.5.4.4 检测波长：230 nm。

5.5.4.5 进样量：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：噻虫嗪约3.1 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%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明:

1——噻虫嗪;

2——高效氯氟氰菊酯。

图 1 20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂中高效氯氟氰菊酯和噻虫嗪的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 噻虫嗪标样, 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.25 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.5.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针噻虫嗪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前后两针标样溶液中噻虫嗪峰面积分别进行平均。试样中噻虫嗪质量分数按式 (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 ——试样中噻虫嗪质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_2 ——试样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值;

m_1 ——噻虫嗪标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中噻虫嗪的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_1 ——标样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

噻虫嗪质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 高效氯氟氰菊酯质量分数的测定

5.6.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+乙酸乙酯为流动相，使用以 Rx-SIL 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 278 nm 下对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 正己烷：色谱级。

5.6.2.2 乙酸乙酯：色谱级。

5.6.2.3 高效氯氟氰菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 Rx-SIL、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相：体积比 ψ （正己烷：乙酸乙酯）=97:3。

5.6.4.2 流量：1.0 mL/min。

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

5.6.4.4 检测波长：278 nm。

5.6.4.5 进样体积：5 μL 。

5.6.4.6 保留时间：高效氯氟氰菊酯约 10.2 min。

5.6.4.7 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% 高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂正相高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯。

图2 20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪中高效氯氟氰菊酯的高效液相色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 高效氯氟氰菊酯标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 用流动相溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 试样于 50 mL 容量瓶中, 用流动相溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.6.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针高效氯氟氰菊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。

5.6.6 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高效氯氟氰菊酯峰面积分别进行平均, 试样中高效氯氟氰菊酯质量分数按式 (2) 计算:

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

式中:

ω_2 ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_4 ——试样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

m_3 ——高效氯氟氰菊酯标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中高效氯氟氰菊酯的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_3 ——标样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

5.6.7 允许差

高效氯氟氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）悬浮率的测定

5.8.1 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，用甲醇分三次将留在量筒底部 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移到 50 mL 容量瓶中，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用流动相定容至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定留在量筒底部 25 mL 悬浮液中高效氯氟氰菊酯和噻虫嗪的质量，计算其悬浮率。

5.8.2 计算

高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_6 \times \omega_n - (A_6 \times m_5 \times \omega_{b1}) \div A_5 \times 111.1}{m_6 \times \omega_n} \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω_3 ——高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）悬浮率，以百分数（%）表示；

m_6 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_n ——试样中高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_6 ——试样溶液中，高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）的峰面积；

m_5 ——高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）标样的质量，单位为克（g）；

ω_{b1} ——标样中高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_5 ——标样溶液中，高效氯氟氰菊酯（噻虫嗪）的峰面积。

5.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。

5.13 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，20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂的质量保证期从生产日期起为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

20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪悬浮剂采用铝箔袋或阻隔瓶包装，每瓶净含量 200 mL，外包装为瓦楞纸箱，每箱净含量一般不超过 15 kg；也可根据用户要求或订货协议采，用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

20%高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪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)

高效氯氟氰菊酯和噻虫嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

高效氯氟氰菊酯和噻虫嗪的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

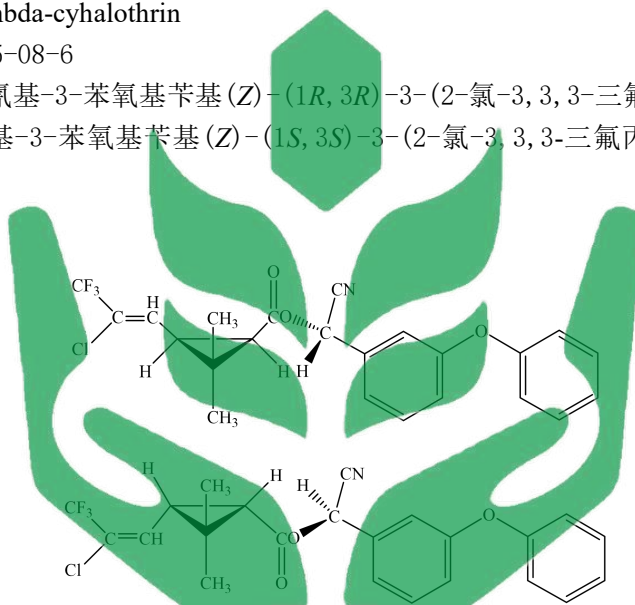
(1) 高效氯氟氰菊酯

ISO通用名称：Lambda-cyhalothrin

CAS登录号：91465-08-6

化学名称：*(S)*- α -氰基-3-苯氧基苄基(*Z*)-(1*R*, 3*R*)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(*Z*)-(1*S*, 3*S*)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式：



实验式： $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$

相对分子质量：449.9

生物活性：杀虫

熔点(°C)：49.2

蒸气压(20 °C)： 2×10^{-4} mPa

溶解度(g/L, 20 °C~25 °C)：水中 5×10^{-3} mg/L (pH 6.5)；在丙酮>500，二氯甲烷>500，己烷>500，乙酸乙酯>500，甲醇>500，甲苯>500，正辛醇210

稳定性：对光稳定；在15 °C~25 °C条件下贮存6个月以上稳定

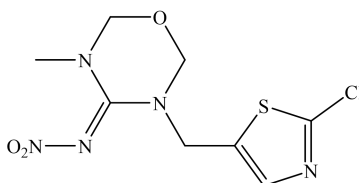
(2) 噻虫嗪

ISO通用名称：Thiamethoxam

CAS登录号：153719-23-4

化学名称：*(EZ)*-3-(2-氯-1,3-噻唑基-5-甲基)-5-甲基-1,3,5-噁二嗪-4-基叉(硝基)胺

结构式：



分子式： $C_8H_{10}ClN_5O_3S$

相对分子质量：291.71

生物活性：杀虫

T/CCPIA 086—2021

熔点：139.1 °C

蒸气压（25 °C）： 7×10^{-6} mPa

溶解度（g/L，25 °C）：水中4.1；丙酮48，乙酸乙酯7.0，二氯甲烷110，甲苯0.680，甲醇13，正辛醇0.620，正己烷小于0.001

稳定性：在pH值为5条件下稳定，DT₅₀ 640 d（pH 7），8.4 d（pH 9）

