



中华人民共和国国家标准

GB/T 43180—2023

氰氟虫腈悬浮剂

Metaflumizone suspension concentrates

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：山东京博农化科技股份有限公司、南通施壮化工有限公司、深圳诺普信农化股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：谷玉、侯春青、成道泉、沈建、黄远东、曹同波、刘利霞、董雪梅。

氰氟虫腈悬浮剂

1 范围

本文件规定了氰氟虫腈悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装和储运,描述了氰氟虫腈悬浮剂的试验方法。

本文件适用于氰氟虫腈悬浮剂产品的质量控制。

注:氰氟虫腈的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 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—2021 农药热储稳定性测定方法
- 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
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

可流动的,易测量体积的悬浮液体;存放过程中可能出现沉淀,但经过摇动后,应恢复原状,不应有结块。

4.2 技术指标

氰氟虫腈悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 氰氟虫腈悬浮剂技术指标

项 目		指 标	
		22%规格	33%规格
氰氟虫腈质量分数/%		22.0±1.3	33.0±1.6
氰氟虫腈质量浓度(20 ℃) ^a /(g/L)		242±14	363±17
氰氟虫腈异构体比例(E 式体：Z 式体)		≥99：1	
pH 值		5.0～8.0	
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		≤60	
低温稳定性		低温储存后,悬浮率和湿筛试验仍应符合本文件要求	
热储稳定性		热储后,氰氟虫腈质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,悬浮率、pH 值、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求	
^a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。			

5 试验方法

警告: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 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定取样的包装件数,最终取样量应不少于 1 000 mL。

5.3 鉴别试验

采用液相色谱法,本鉴别试验可与氰氟虫腈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氰氟虫腈的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 氰氟虫腓质量分数、质量浓度和氰氟虫腓异构体比例

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+磷酸水溶液为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器,在 234 nm 下对试样中氰氟虫腓进行反相高效液相色谱分离,测定氰氟虫腓质量分数和氰氟虫腓异构体比例。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈:色谱纯。

5.5.2.2 磷酸:分析纯。

5.5.2.3 磷酸水溶液: $\phi_{\text{磷酸}} = 0.1\%$ 。

5.5.2.4 氰氟虫腓标样:已知氰氟虫腓(Z 式体+E 式体)质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具可变波长检测器。

5.5.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.5.3.3 色谱柱:250 mm $\times$ 4.6 mm (内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.4 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 $\phi_{\text{乙腈}; 0.1\% \text{磷酸水溶液}} = 70 : 30$ 。

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:234 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.4.6 保留时间:氰氟虫腓 Z 式体约 10.4 min,氰氟虫腓 E 式体约 11.9 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 的液相色谱操作条件是典型的,可根据不同仪器特点做适当调整,以期获得最佳效果。典型的氰氟虫腓悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

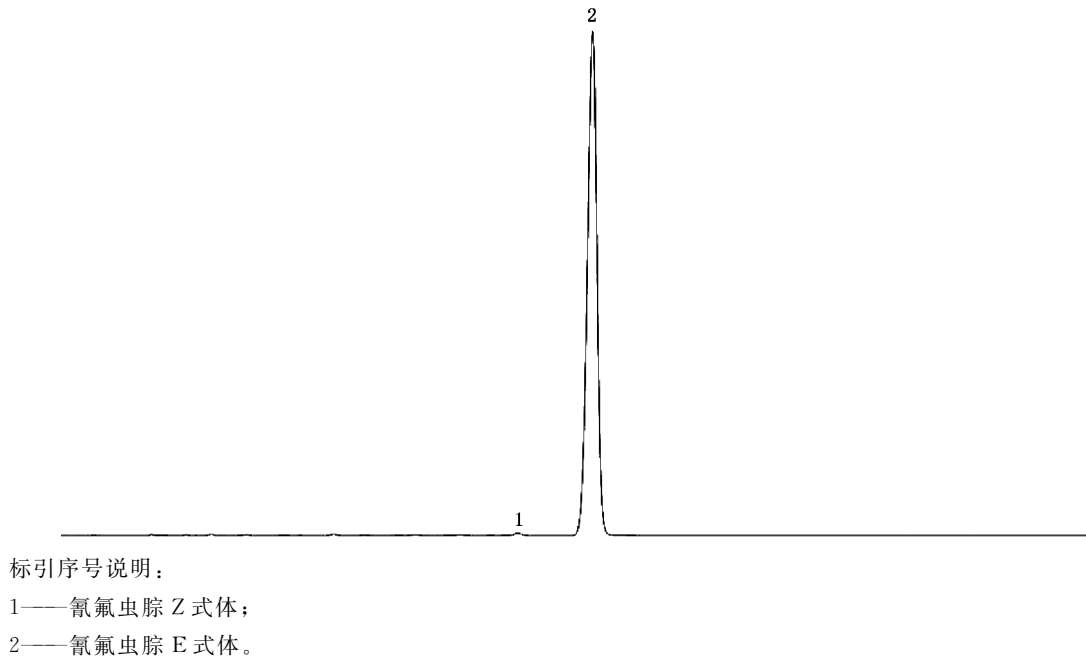


图 1 氰氟虫脞悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 01 g)氰氟虫脞标样,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含氰氟虫脞 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,摇匀,过滤。

5.5.6 测定

在 5.5.4.1~5.5.4.6 操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针氰氟虫脞 E 式体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。

5.5.7 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氰氟虫脞峰面积分别进行平均,试样中氰氟虫脞的质量分数按公式(1)计算,氰氟虫脞质量浓度按公式(2)计算,E 式体和 Z 式体比例按公式(3)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{bl}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = w_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

$$K = \frac{A_3}{A_4} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_1 ——试样中氰氟虫脞的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中,氰氟虫脞(Z 式体+E 式体)峰面积的平均值;

- m_1 —— 氰氟虫脒标样的质量的数值,单位为克(g);
 w_{b1} —— 氰氟虫脒标样中氰氟虫脒的质量分数,%;
 A_1 —— 标样溶液中,氰氟虫脒(Z式体+E式体)峰面积的平均值;
 m_2 —— 试样的质量的数值,单位为克(g);
 ρ_1 —— 试样中氰氟虫脒的质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
 ρ —— 20℃时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 进行);
 K —— 氰氟虫脒 E 式体与 Z 式体比例;
 A_3 —— 氰氟虫脒试样溶液中,氰氟虫脒 E 式体峰面积;
 A_4 —— 氰氟虫脒试样溶液中,氰氟虫脒 Z 式体峰面积。

5.5.8 允许差

两次质量分数平行测定结果之差,22%氰氟虫脒悬浮剂应不大于 0.3%,33%氰氟虫脒悬浮剂应不大于 0.5%,分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水合肼质量分数

5.6.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,用水萃取,以甲基磺酸为流动相,使用以苯乙烯-二乙烯基苯为填料的离子色谱柱和电导检测器,对试样中水合肼进行离子色谱分离,外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

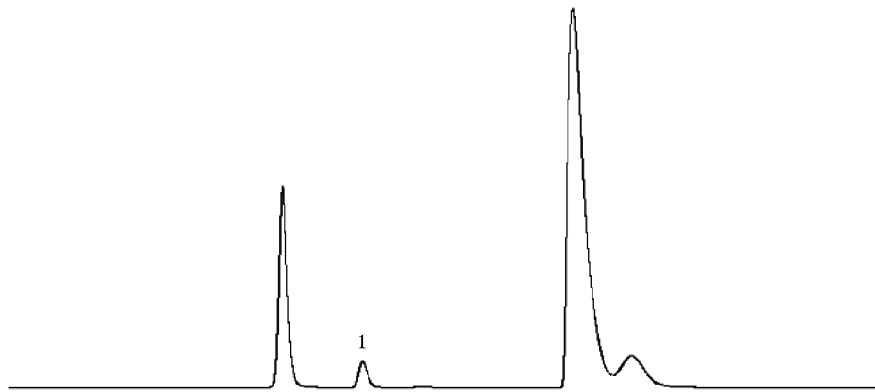
- 5.6.2.1 三氯甲烷:色谱纯。
 5.6.2.2 甲基磺酸:色谱纯。
 5.6.2.3 水:超纯水。
 5.6.2.4 甲基磺酸溶液:取 2.88 g 甲基磺酸于试剂瓶中,加入 1 000 mL 水,摇匀。
 5.6.2.5 水合肼标样:已知水合肼质量分数, $w \geq 85.0\%$ 。

5.6.3 仪器

- 5.6.3.1 离子色谱仪:电导检测器。
 5.6.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。
 5.6.3.3 色谱柱:250 mm×5.0 mm(内径)阳离子分析柱,内装交联度为苯乙烯-二乙烯基苯填充物(或具有同等效果的色谱柱)。
 5.6.3.4 超声波清洗器。

5.6.4 离子色谱操作条件

- 5.6.4.1 流动相:甲基磺酸水溶液, $c=30$ mmol/L。
 5.6.4.2 流速:1.0 mL/min。
 5.6.4.3 柱温:30℃。
 5.6.4.4 抑制器电流:90 mA。
 5.6.4.5 进样体积:50 μ L。
 5.6.4.6 保留时间:水合肼约 11.2 min。
 5.6.4.7 5.6.4.1~5.6.4.6 的离子色谱操作条件是典型的,可根据不同仪器特点做适当调整,以期获得最佳效果。典型的氰氟虫脒悬浮剂离子色谱图(测定水合肼)见图 2。



标引序号说明:

1——水合肼阳离子。

图2 氰氟虫腈悬浮剂的离子色谱图(测定水合肼)

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取水合肼标样 0.1 g(精确至 0.000 01 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取含 5 g(精确至 0.000 01 g)氰氟虫腈的试样于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,10 000 r/min 离心 30 min,过滤,取上清液测定。

5.6.6 测定

在 5.6.4.1~5.6.4.6 操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针水合肼阳离子峰面积相对变化小于 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。

5.6.7 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水合肼阳离子面积分别进行平均,试样中水合肼的质量分数按公式(4)计算:

$$w_2 = \frac{A_6 \times m_3 \times w_{b2}}{A_5 \times m_4 \times n_2} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_2 ——试样中水合肼的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_6 ——试样溶液中,水合肼阳离子峰面积的平均值;

m_3 ——水合肼标样的质量的数值,单位为克(g);

w_{b2} ——标样中水合肼的质量分数,%;

A_5 ——标样溶液中,水合肼阳离子峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

n_2 ——标样溶液的稀释倍数($n_2 = 20\ 000$)。

5.6.8 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.8 悬浮率

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 1 g)，将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中，用 50 mL 乙腈分 3 次将 25 mL 的剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中，在超声下振荡 5 min，恢复至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定氰氟虫腓的质量，计算其悬浮率。

5.9 倾倒性

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

按 GB/T 28137 进行。

5.12 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。

5.13 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 进行，热储前后试样的质量变化率应不大于 1%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应进行出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。氰氟虫腓悬浮剂出厂检验项目为第 4 章中外观、氰氟虫腓质量分数、氰氟虫腓质量浓度、氰氟虫腓异构体比例、pH 值、悬浮率、湿筛试验、持久起泡性。

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。

出厂检验和型式检验中,任一项目不符合第 4 章的技术要求,则判定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 8.2 规定的储运条件下,从生产日期算起氰氟虫腈悬浮剂质量保证期为 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、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

氰氟虫腈悬浮剂的标志、标签和包装应分别符合 GB 3796 的规定。

氰氟虫腈悬浮剂采用干燥的塑料瓶包装,每瓶净含量为 50 g、100 g 或 500 g,外包装用纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱,每箱净重 10 kg。

氰氟虫腈悬浮剂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

氰氟虫腈悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时,应严防潮湿和日晒,不应与食物、种子和饲料混放,应避免与皮肤、眼睛接触,并防止由口鼻吸入。

附录 A

(资料性)

氰氟虫腓、水合肼、4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 氰氟虫腓

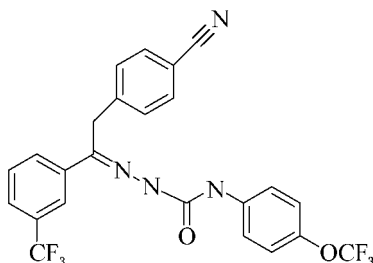
氰氟虫腓的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称: Metaflumizone;

——CAS 登录号: 139968-49-3;

——化学名称: (EZ)-2-[2-(4-氰基苯)-1-(3-三氟甲基苯)亚乙基]-N-(4-三氟甲氧基苯)联氨羰草酰胺;

——结构式:



——分子式: $C_{24}H_{16}F_6N_4O_2$;

——相对分子质量: 506.4;

——生物活性: 杀虫;

——熔点: E 式体 197 °C, Z 式体 154 °C;

——蒸气压(20 °C): E 式体 7.94×10^{-7} Pa, Z 式体 2.42×10^{-4} Pa, Z 式体 + E 式体 1.24×10^{-5} Pa;

——溶解度(20 °C): 水中 1.79×10^{-6} g/L Z 式体 + E 式体、 1.07×10^{-6} g/L E 式体、 1.87×10^{-6} g/L Z 式体, 正己烷 0.085 g/L, 甲苯 4.0 g/L, 二氯甲烷 98.8 g/L, N,N-二甲基甲酰胺 153.3 g/L, 甲醇 14.1 g/L, 乙酸乙酯 179.8 g/L, 乙腈 63.0 g/L;

——稳定性: 水解 DT_{50} 6.1 d(pH 4), 29.3 d(pH 5), pH 7~9 稳定(25 °C), 水中光解 DT_{50} 3.7 d~7.1 d (蒸馏水, 25 °C)。

A.2 水合肼

水合肼的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称: Hydrazinium monohydroxide;

——CAS 登录号: 10217-52-4;

——化学名称: 水合肼;

——结构式: $NH_2NH_2 \cdot H_2O$;

——相对分子质量: 50.0。

A.3 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯

4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

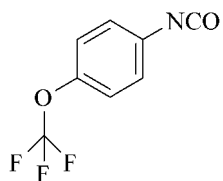
——ISO 通用名称: 4-(Trifluoromethoxy)phenyl isocyanate;

——CAS 登录号: 35037-73-1;

GB/T 43180—2023

——化学名称:4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯;

——结构式:



——分子式: $\text{C}_8\text{H}_4\text{F}_3\text{NO}_2$;

——相对分子质量:203.1。
