ICS 65.100.10
CCS G 25

中华人民共和国国家标准

GB/T 43178—2023

氰氟虫腙原药

Metaflumizone technical material

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、浙江南郊化学有限公司、河北兴柏农业科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人:侯春青、成道泉、刘杨、尹凯、杨伟、刘利霞、曹同波、董雪梅、谷玉。

氰 氟 虫 腙 原 药

1 范围

本文件规定了氰氟虫腙原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期，以及标志、标签、包装、储运，描述了氰氟虫腙原药的试验方法。

本文件适用于氰氟虫腙原药产品的质量控制。

注：氰氟虫腙、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 1600—2021 农药水分测定方法

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

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

类白色固体粉末。

4.2 技术指标

氰氟虫腙原药应符合表 1 的要求。

表 1 氰氟虫腙原药技术指标

项目	指标
氰氟虫腙质量分数/%	≥96.0
氰氟虫腙异构体比例（E 式体：Z 式体）	≥99：1
水合肼质量分数/(mg/kg)	≤1

表 1　氰氟虫腙原药技术指标（续）

项目	指标
4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯质量分数/(mg/kg)	≤100
水分/%	≤0.5
pH 值	5.0～8.0
N,*N*-二甲基甲酰胺不溶物/%	≤0.2

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

氰氟虫腙原药按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行。用随机数表法确定抽样的包装件数，最终取样量应不少于 100 g。

5.3　鉴别试验

5.3.1　红外光谱法

氰氟虫腙原药与氰氟虫腙标样在 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。氰氟虫腙标样红外光谱图见图 1。

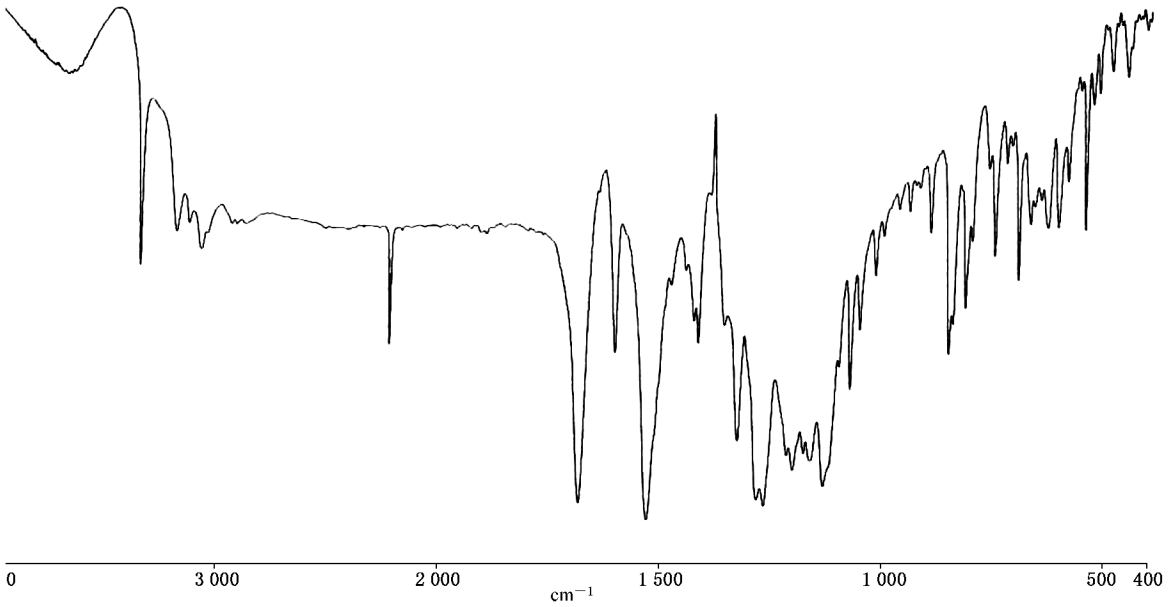


图 1　氰氟虫腙标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与氰氟虫腙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腙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 氰氟虫腙质量分数和氰氟虫腙异构体比例

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下对试样中氰氟虫腙进行反相高效液相色谱分离，测定氰氟虫腙质量分数和氰氟虫腙异构体比例。

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：$\varphi_{磷酸}=0.1\%$。

5.5.2.4 氰氟虫腙标样：已知氰氟虫腙（Z式体＋E式体）质量分数，$w\geqslant98.0\%$。

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×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：$\psi_{乙腈:0.1\%磷酸水溶液}=70:30$。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

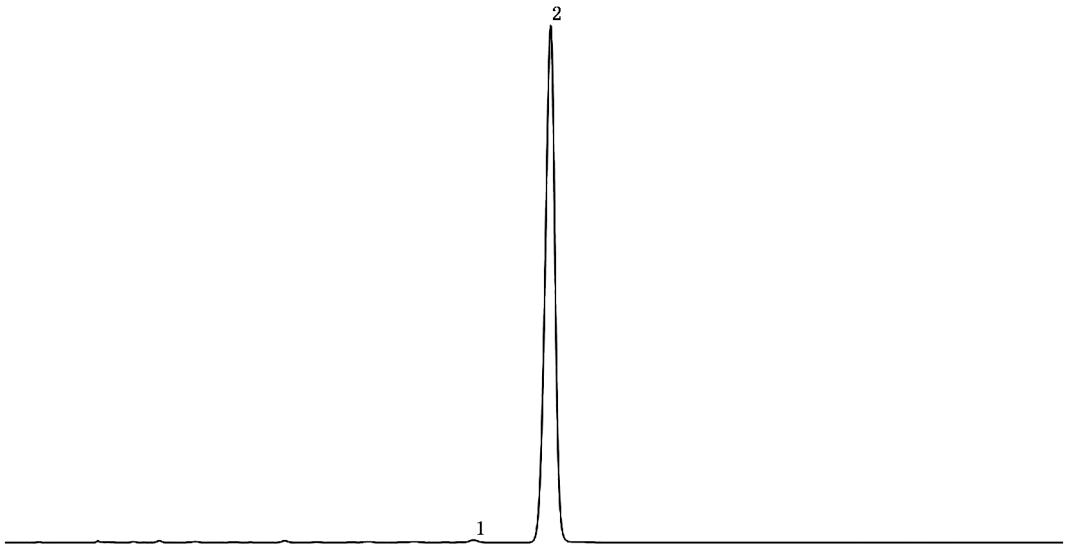
5.5.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于2 ℃）。

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：氰氟虫腙Z式体约10.4 min，氰氟虫腙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。典型的氰氟虫腙原药高效液相色谱图见图2。



标引序号说明：

1——氰氟虫腙 Z 式体；

2——氰氟虫腙 E 式体。

图 2　氰氟虫腙原药的高效液相色谱图

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 0 1 g)氰氟虫腙标样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2　试样溶液的制备

称取含氰氟虫腙 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.6　测定

在 5.5.4.1～5.5.4.6 的操作条件下，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腙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腙峰面积分别进行平均，试样中氰氟虫腙的质量分数按公式(1)计算，氰氟虫腙异构体比例按公式(2)计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

$$K = \frac{A_3}{A_4} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

w_1 ——试样中氰氟虫腙的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中，氰氟虫腙(Z 式体＋E 式体)峰面积的平均值；

m_1 ——氰氟虫腙标样的质量的数值，单位为克(g)；

w_{b1}——氰氟虫腙标样中氰氟虫腙的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中，氰氟虫腙(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)；
K ——氰氟虫腙异构体比例；
A_3 ——氰氟虫腙试样溶液中，氰氟虫腙 E 式体峰面积；
A_4 ——氰氟虫腙试样溶液中，氰氟虫腙 Z 式体峰面积。

5.5.8 允许差

氰氟虫腙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 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，使用以交联度为苯乙烯-二乙烯基苯填充物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。方法中水合肼的定量限为 0.01×10^{-3} mg/L，样品中水合肼定量限为 0.2 mg/kg。

5.6.2 试剂和溶液

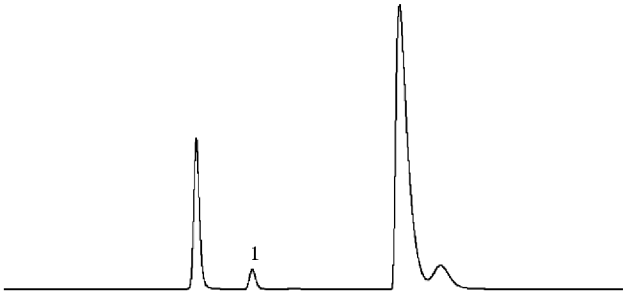
5.6.2.1 三氯甲烷：色谱纯。
5.6.2.2 甲基磺酸：色谱纯。
5.6.2.3 水：超纯水。
5.6.2.4 甲基磺酸溶液：称取 2.88 g 甲基磺酸于试剂瓶中，加入 1 000 mL 水，摇匀。
5.6.2.5 水合肼标样：已知水合肼质量分数，$w\geqslant85.0\%$。

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 μL。
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。典型的氰氟虫腙原药离子色谱图(测定水合肼)见图 3。



标引序号说明：
1——水合肼阳离子。

图 3　氰氟虫腙原药的离子色谱图(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 0 1 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用水溶解，并稀释至刻度，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

称取氰氟虫腙原药试样 5 g(精确至 0.000 0 1 g)于烧杯中，加入 30 mL 三氯甲烷后转移至分液漏斗中，再向其中加入 10 mL 水，振摇数次后静止分层，将下层溶液收集至烧杯中，将上层溶液转移到 100 mL 容量瓶中，下层溶液用 20 mL 水萃取 2 次，将上层溶液合并收集于上述 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

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峰面积分别进行平均，试样中水合肼的质量分数按公式(3)计算：

$$w_2 = \frac{A_6 \times m_3 \times w_{b2}}{A_5 \times m_4 \times n_1} \times 10^4 \qquad \cdots\cdots(3)$$

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_1 ——标样溶液的稀释倍数(n_1＝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 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯质量分数

5.7.1 方法提要

试样中4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯与甲醇反应后，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230 nm下对试样中4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。方法中4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的定量限为0.01×10^{-3} mg/L，样品中4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯定量限为0.5 mg/kg。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.2.1 甲醇：色谱纯。

5.7.2.2 水：超纯水。

5.7.2.3 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯标样：已知4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯质量分数，$w\geqslant98.0\%$。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 高效液相色谱仪：具可变波长检测器。

5.7.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.7.3.3 色谱柱：250 mm×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）。

5.7.3.4 超声波清洗器。

5.7.4 高效液相色谱操作条件

5.7.4.1 流动相：见表2。

表2 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯测定的流动相

时间 min	甲醇 %	水 %
0.0	55	45
25.0	55	45
26.0	95	5
35.0	95	5
36.0	55	45
45.0	55	45

5.7.4.2 流速：1.0 mL/min。

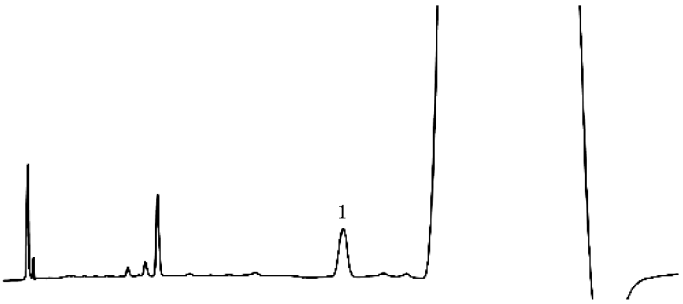
5.7.4.3 柱温：30 ℃。

5.7.4.4 检测波长：230 nm。

5.7.4.5 进样体积：5 μL。

5.7.4.6 保留时间：4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯约20.0 min。

5.7.4.7 5.7.4.1～5.7.4.6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。典型的氰氟虫腙原药高效液相色谱图（测定4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯）见图4。



标引序号说明：

1——4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯。

图 4　氰氟虫腙原药的高效液相色谱图(测定 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯)

5.7.5　测定步骤

5.7.5.1　标样溶液的制备

称取 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯标样 0.01 g(精确至 0.000 0 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.7.5.2　试样溶液的制备

称取氰氟虫腙原药试样 1 g(精确至 0.000 0 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.7.6　测定

在 5.7.4.1～5.7.4.6 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 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯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。

5.7.7　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 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯峰面积分别进行平均，试样中 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的质量分数按公式(4)计算：

$$w_3 = \frac{A_8 \times m_5 \times w_{b3}}{A_7 \times m_6 \times n_2} \times 10^4 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w_3 ——试样中 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的质量分数，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A_8 ——试样溶液中，4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的峰面积的平均值；

m_5 ——4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯标样的质量的数值，单位为克(g)；

w_{b3}——标样中 4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的质量分数，%；

A_7 ——标样溶液中，4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的峰面积的平均值；

m_6 ——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=100)。

5.7.8　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。

5.8 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.9 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.10 *N*,*N*-二甲基甲酰胺不溶物

5.10.1 试剂和仪器

5.10.1.1 *N*,*N*-二甲基甲酰胺。

5.10.1.2 锥形瓶:250 mL,标准具塞磨口。

5.10.1.3 玻璃砂芯坩埚:G_3 型。

5.10.1.4 锥形抽滤瓶:500 mL。

5.10.1.5 烘箱。

5.10.1.6 玻璃干燥器。

5.10.2 测定步骤

将玻璃砂芯坩埚漏斗在烘箱中烘干至恒重(精确至 0.000 1 g),放入干燥器中冷却待用。称取约 10 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于锥形烧瓶中,加入 150 mL *N*,*N*-二甲基甲酰胺,盖上塞子,振摇至试样全部溶解。装配玻璃砂芯坩埚漏斗抽滤装置,在减压条件下使溶液快速通过漏斗。用 60 mL *N*,*N*-二甲基甲酰胺分 3 次洗涤,抽干后取下玻璃砂芯坩埚漏斗,将其放入烘箱中干燥 30 min,取出放入干燥器中,冷却后称重(精确至 0.000 1 g)。

5.10.3 计算

N,*N*-二甲基甲酰胺不溶物按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_9 - m_7}{m_8} \times 100 \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中:

w_4——*N*,*N*-二甲基甲酰胺不溶物,%;

m_9——不溶物与玻璃砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_7——玻璃砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_8——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.10.4 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。

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。氰氟虫腙原药出厂检验项目为第 4 章中外观、氰氟虫腙质量分数、氰氟虫腙异构体比例、水分、pH 值。

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腙原药质量保证期为 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

氰氟虫腙原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

氰氟虫腙原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量 25 kg。

氰氟虫腙原药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

氰氟虫腙原药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）
氰氟虫腙、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　氰氟虫腙

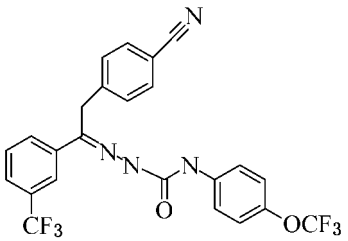
氰氟虫腙的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——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 ℃，Z 式体 154 ℃；

——蒸气压(20 ℃)：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 ℃)：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 ℃)，水中光解 DT_{50} 3.7 d～7.1 d(蒸馏水，25 ℃)。

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

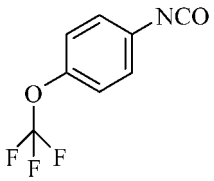
4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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

——CAS 登录号：35037-73-1；

——化学名称：4-三氟甲氧基苯基异氰酸酯；

——结构式：



——分子式：$C_8H_4F_3NO_2$；

——相对分子质量：203.1。