ICS 65.100.10
G 25

中华人民共和国国家标准

GB 28132—2011

吡虫啉微乳剂

Imidacloprid micro-emulsion

自2017年3月23日起，本标准转为推荐性标准，编号改为GB/T 28132-2011。

2011-12-30 发布　　2012-04-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

根据中华人民共和国国家标准公告(2017年第7号)和强制性标准整合精简结论，本标准自2017年3月23日起，转为推荐性标准，不再强制执行。

前　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：深圳诺普信农化股份有限公司、山东兆丰年生物科技有限公司、江苏长青农化股份有限公司、青岛海利尔药业有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、咎艳坤、王芳、袁伏中、吉瑞香、李学臣、杨华。

吡虫啉微乳剂

1 范围

本标准规定了吡虫啉微乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由吡虫啉原药、水与助剂制成的吡虫啉微乳剂。

注：吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的吡虫啉原药、水与适宜的助剂制成，应为透明或半透明均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

吡虫啉微乳剂应符合表1要求。

表1 吡虫啉微乳剂质量控制项目指标

项　　目	指　　标	
吡虫啉质量分数/%	$10.0^{+1.0}_{-1.0}$	$20.0^{+1.2}_{-1.2}$
pH值范围	5.0～8.0	
透明温度范围试验(0 ℃～50 ℃)	合格	
乳液稳定性(稀释500倍)	合格	
持久起泡性(1 min后)/mL ≤	25	
热贮稳定性[a]	合格	
低温稳定性[a]	合格	
[a] 正常生产时，热贮稳定性、低温稳定性试验每三个月至少测定一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 200 mL。

4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉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吡虫啉的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 吡虫啉质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解，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 260 nm下，对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

吡虫啉标样：已知质量分数 $w \geqslant 99.0\%$。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 C_{18}、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：Ψ(甲醇：水)＝40：60，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：0.8 mL/ min；

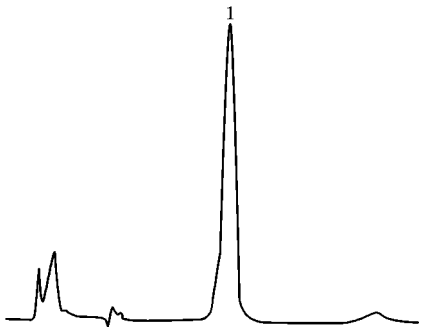
柱温：室温(温差变化应不大于 2 ℃)；

检测波长：260 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：吡虫啉约 6.0 min。

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。典型的吡虫啉微乳剂高效液相色谱图见图 1。



1——吡虫啉。

图 1　吡虫啉微乳剂的高效液相色谱图

4.3.5　测定步骤

4.3.5.1　标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)吡虫啉标样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2　试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3　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,直至相邻两针吡虫啉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。

4.3.5.4　计算

试样中吡虫啉的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

w_1——试样中吡虫啉质量分数,以%表示;

A_2——试样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;

m_1——标样的质量,单位为克(g);

w ——吡虫啉标样的质量分数,以%表示;

A_1——标样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;

m_2——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.6　允许差

吡虫啉质量分数两次平行测定结果之差,10%微乳剂应不大于 0.5%;20%微乳剂应不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 透明温度范围试验

取 10 mL 样品于装有温度计的 25 mL 试管中，用搅拌棒上下搅动，将试管置于冰水浴上，控制温度保持 0 ℃，观察样品是否出现混浊，再将试管置于水浴中，以 2 ℃/min 的速度慢慢加温至 50 ℃，记录观察样品是否出现混浊。0～50 ℃范围内不出现混浊为合格。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

将试样稀释 500 倍，按 GB/T 1603 进行试验，上无浮油，下无沉淀为合格。

4.7 持久起泡性试验

4.7.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合，静置后记录泡沫体积。

4.7.2 试剂

标准硬水：$\rho(Ca^{2+}+Mg^{2+})=342$ mg/L，pH=6.0～7.0，按 GB/T 14825 配制。

4.7.3 仪器和器具

具塞量筒：250 mL(分度值 2 mL，0～250 mL 刻度线 20 cm ～21.5 cm，250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm～6 cm)；

工业天平：感量 0.1 g。

4.7.4 测定步骤

在量筒中加入 180 mL 标准硬水，在量筒中称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g)，加标准硬水至距离量筒塞底部 9 cm 的刻度线处，盖上塞子，以量筒底部为中心，上下颠倒 30 次(每次 2 s)。放在试验台上静置 1 min，记录泡沫体积。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后吡虫啉质量分数应不低于贮前的 97%，乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。7 d 后取出，烧杯恢复至室温，轻微搅动，应无可见的颗粒和油状物。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、保证期

5.1 标志、标签、包装

吡虫啉微乳剂的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。吡虫啉微乳剂应用带有内塞及外盖的

棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量一般为 100 g、500 g 等；外包装用瓦楞纸盒或铝塑箱，每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 4838 的规定。

5.2 贮运

吡虫啉微乳剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，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。

5.3 安全

本品属低毒制剂。可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触，施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，吡虫啉微乳剂的保证期从生产日期起为两年。

附 录 A
（资料性附录）
吡虫啉的的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

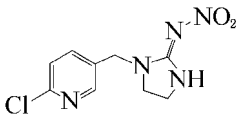
ISO 通用名称：Imidacloprid

CAS 登录号：138261-41-3

CIPAC 数字代码：582

化学名称：1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-*N*-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式：



实验式：$C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量：255.7

生物活性：杀虫

熔点：144 ℃

蒸气压(20 ℃)：4×10^{-7} mPa

溶解度(20 ℃，g/L)：水 0.61，甲苯 0.68，二氯甲烷 55，异丙醇 1.2，正己烷小于 0.1

稳定性：pH 值 5～11 时稳定，不易水解。