



25

Q/HR

河北禾润生物科技有限公司

Q/HR 06-2020

代替Q/HR 06-2019

25%氯虫·茚虫威悬浮剂

2020-12-20 发布

2020-12-20 实施

河北禾润生物科技有限公司 发布



前 言

在编写格式上以GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》为依据，按照HG/T 2467.5《农药悬浮剂产品标准编写规范》的要求修订本标准。

本标准是在Q/HR 06-2019《25%氯虫·茚虫威悬浮剂》基础上修订的。

本标准自实施之日起，同时代替Q/HR 06-2019，本标准历次版本如下：

---Q/HR 06-2018, Q/HR 06-2019.

本标准附录A为资料性附录；

本标准由河北禾润生物科技有限公司提出并负责起草。

本标准主要起草人：赵晓丽

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月21日 10点51分



25%氯虫·茚虫威悬浮剂

1 范围

本标准规定了 25%氯虫·茚虫威悬浮剂的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装运输和贮存。

本标准适用于符合标准的氯虫苯甲酰胺原药、茚虫威原药，与适宜的助剂和填料加工制成的 25%氯虫·茚虫威悬浮剂。

注：氯虫苯甲酰胺、茚虫威的其他名称、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，仅所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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

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

GB/T 28137-2011 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的氯虫苯甲酰胺原药、茚虫威原药、助剂和填料加工制成，外观应是可流动、易测量体积的悬浮液体；存放过程中可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状；不应有结块。



3.2 7.5%氯氟·茚虫威悬浮剂应符合表1要求。

表1 25%氯虫·茚虫威悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
氯虫苯甲酰胺质量分数/%		12.5±0.75
茚虫威质量分数/%		12.5±0.75
茚虫威异构体 (S:R) 比例		≥3.0
pH值范围		6.0-9.0
氯虫苯甲酰胺悬浮率/%		≥90
茚虫威悬浮率/%		≥90
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤3.0
	洗涤后残余物/%	≤0.8
湿筛试验 (通过75 μ m试验筛) /%		≥98
持久起泡性 (1min 后泡沫量) /mL		≤25
低温稳定性 ^a (0℃±2℃, 7d)		合格
热贮稳定性 ^b (54℃±2℃, 14d)		合格
a、b 低温稳定性和热贮稳定性试验, 每三个月至少进行一次。		

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液, 在没有注明其他要求时, 均按GB/T 601的规定制备和标定。检验结果的判定按GB/T 8170-2008中的4.3.3修约值比较法进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.2 “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600mL。



4.3 鉴别试验

本鉴别试验可与氯虫苯甲酰胺、茚虫威质量分数的测定同时进行，在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中氯虫苯甲酰胺、茚虫威色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 氯虫苯甲酰胺、茚虫威质量分数的测定

4.4.1 方法提要

采用反相高效液相色谱法对氯虫苯甲酰胺、茚虫威进行定量分析。使用 Eclipse XDB-C18, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm 不锈钢柱和二极阵列检测器，在 230nm 波长下对氯虫苯甲酰胺、茚虫威进行分离和定量分析。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：超纯水；

氯虫苯甲酰胺标准品：已知质量分数 98.0%；

茚虫威标准品：已知质量分数 98.0%；

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪，具有二极管阵列检测仪器和自动进样器；

色谱柱：Eclipse XDB-C18, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm 不锈钢柱；

超声波清洗器：millipore 超纯水制备系统；

过滤器：过滤膜孔径约 0.45mm

色谱数据处理机。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相：甲醇+水=80/20 (V/V)；

流量：1.0 ml/min；

柱温：30℃；

检测波长：230nm；

进样体积：5μL；

保留时间：氯虫苯甲酰胺约为 3.17min，茚虫威为 5.13min



上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对操作参数作适当调整，以其获得最佳效果。典型液相色谱图如下。

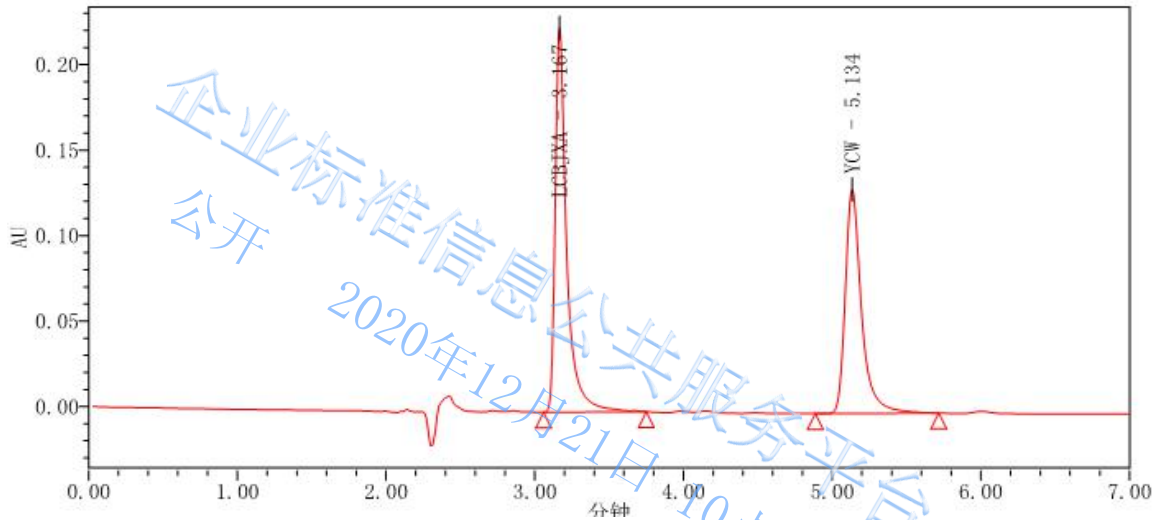


图1 氯虫苯甲酰胺、茚虫威的高效液相色谱图

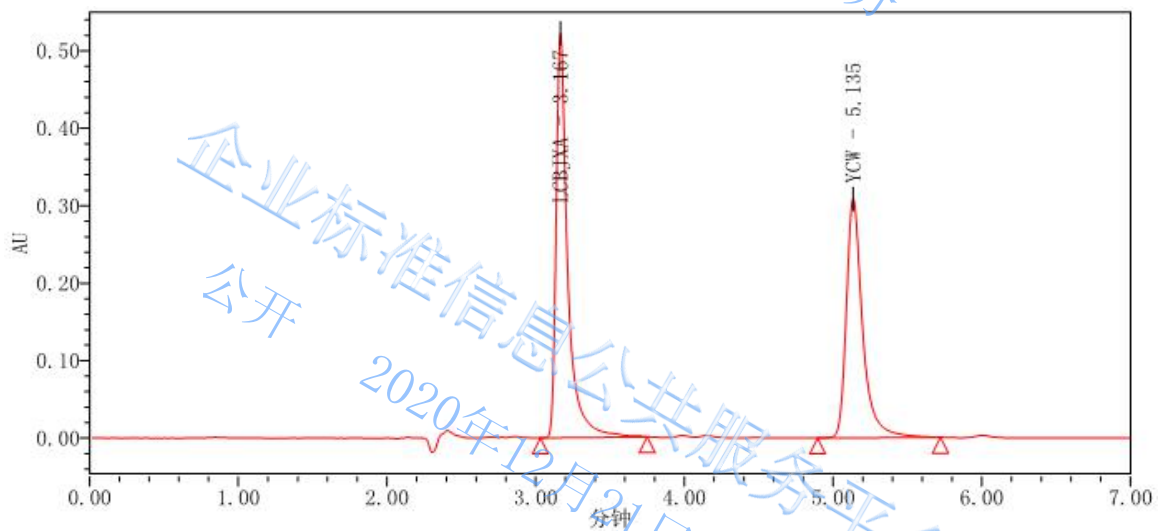


图2 25%氯虫·茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取氯虫苯甲酰胺、茚虫威 0.025g 标样（精确至 0.0001g），置于 100ml 容量瓶中，加入甲醇溶解定容摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

准确称取含氯虫苯甲酰胺、茚虫威 0.025g 的试样（精确至 0.0001g），置于 100ml 容量瓶中，加入甲醇溶解定容，摇匀，用 0.45um 滤膜过滤，滤液待测。



4.4.5.3 测定

在 4.4.4 操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%，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。

4.4.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液的峰面积，分别进行平均。试样中氯虫苯甲酰胺、茚虫威的质量分数 X_1 (%) 按式 (2) 计算

$$X_1 = \frac{A_1 \times m_2 \times p}{A_2 \times m_1} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

x_1 —氯虫苯甲酰胺、茚虫威的质量分数，%；

A_1 —两针试样溶液中氯虫苯甲酰胺、茚虫威峰面积的平均值；

m_2 —氯虫苯甲酰胺、茚虫威标样的质量，g；

p —标样中氯虫苯甲酰胺、茚虫威的质量分数，%；

A_2 —两针标样溶液中氯虫苯甲酰胺、茚虫威峰面积的平均值；

m_1 —试样的质量，g；

计算结果应表示至二位小数。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.2%。

4.5 茚虫威异构体 (S:R) 比例的测定

4.5.1 方法提要

采用高效液相色谱法对茚虫威拆分。

4.5.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯；

异丙醇：色谱纯；

茚虫威标准品：已知质量分数 98.0%；

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪，具有二极管阵列检测仪器和自动进样器；

色谱柱：Chiralcel OD-H，250 mm×4.6 mm，5 μm 不锈钢柱；

过滤器：过滤膜孔径约 0.45mm



色谱数据处理机。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相：正己烷/异丙醇=70/30 (V/V)；

流量：1.0 ml/min；

柱温：30℃；

检测波长：310nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：茚虫威 S-异构体 11.3 min，茚虫威 R-异构体 8.4 min

上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对操作参数作适当调整，以其获得最佳效果。典型液相色谱图如下。

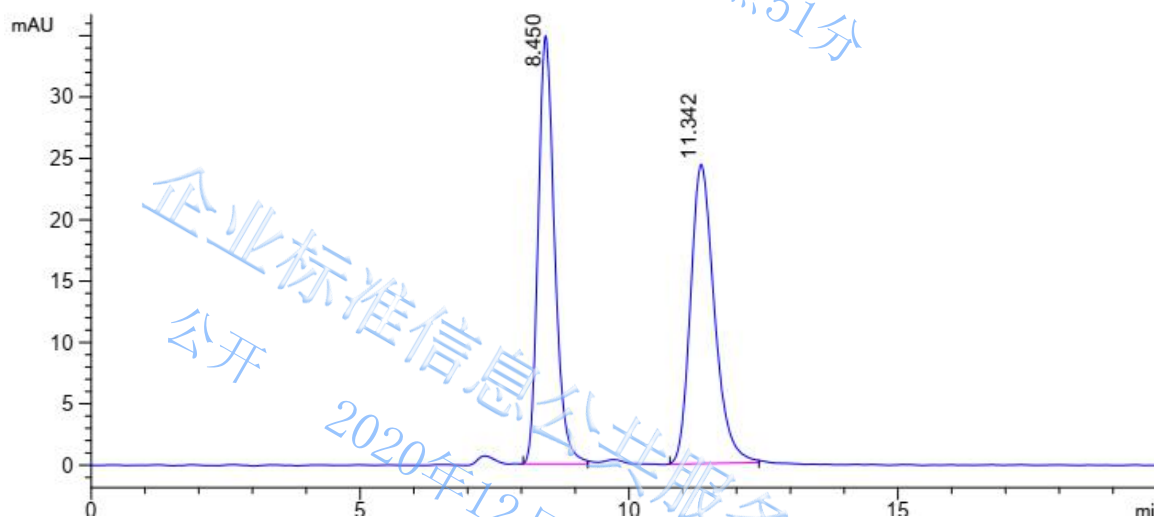


图3 茚虫威外消旋体 (R+S) 拆分的高效液相色谱图

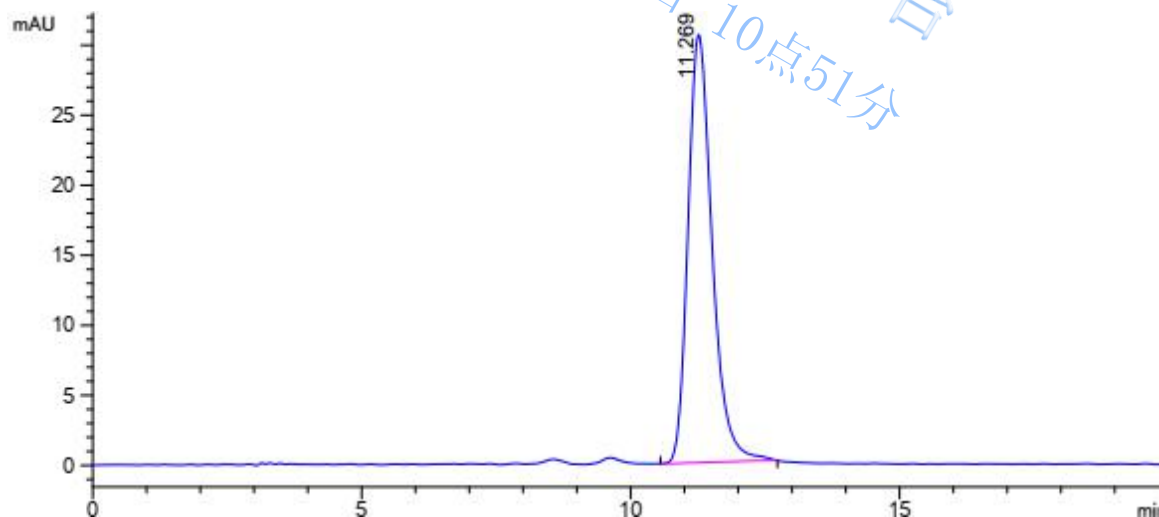




图4 茚虫威 S 体标准品拆分的高效液相色谱图

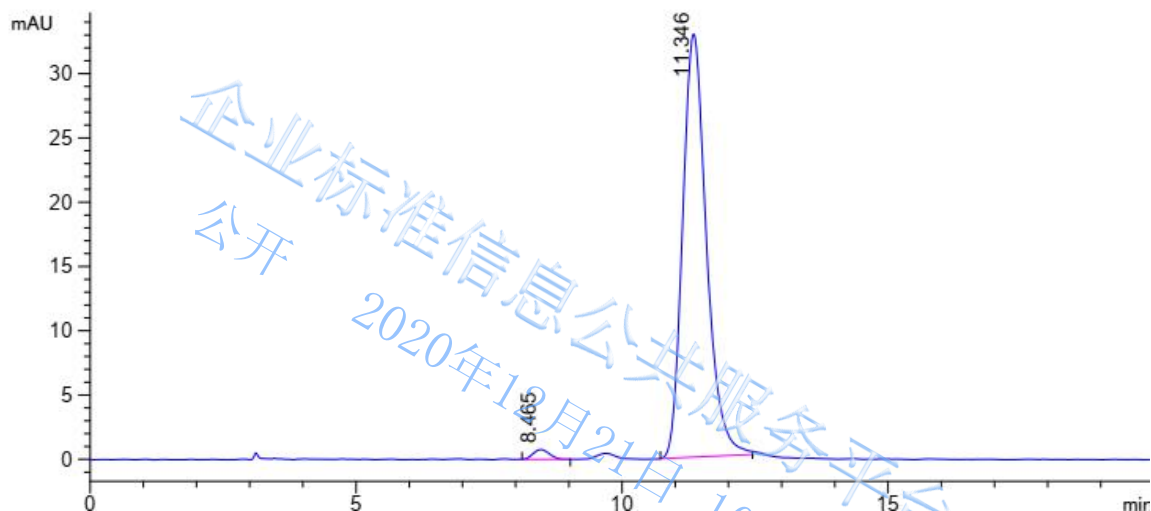


图5 25%氯虫·茚虫威悬浮剂样品的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的配制

称取茚虫威 0.025g 标样（精确至 0.0001g），置于 100ml 容量瓶中，加入流动相溶解定容，摇匀，过 0.45 μm 的滤膜，备用。

4.5.5.2 试样溶液的配制

准确称取含茚虫威 0.025g 的试样（精确至 0.0001g），置于 100ml 容量瓶中，加入流动相，超声溶解 3 min，冷却定容，摇匀，过 0.45 μm 的滤膜，备用。

4.5.5.3 测定

在 4.5.4 操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%，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。

4.5.6 计算

按下式计算茚虫威 S-异构体比例：

$$K_S = \frac{A_S}{A_R + A_S} \times 100$$

式中：

K_S —被试物中茚虫威 S-异构体比例，%；

A_R —被试物中茚虫威 R 异构体峰面积；

A_S —被试物中茚虫威 S 异构体峰面积；



按下式计算异构体 (S: R) 比值:

$$K_1 = \frac{A_S}{A_R} \times 100$$

式中:

K_1 —被试物中茚虫威 (S: R) 异构体比值;

A_R —被试物中茚虫威 R 异构体峰面积;

A_S —被试物中茚虫威 S 异构体峰面积;

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.2%。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825-2006 中 4.2 进行。称取 1g 试样 (精确至 0.000 2g), 向剩余 25 mL 的悬浮液及沉淀物用 60ml 甲醇分三次洗涤量筒, 洗涤液一并转入容量瓶中, 超声振荡 5min, 取出, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 过滤, 按 4.4 测试其氯虫苯甲酰胺、茚虫威的质量, 计算其悬浮率。

4.8 倾倒性试验

按 GB/T 31737-2015 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.10 持久起泡性试验

按照 GB/T 28137-2011 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”进行。冷贮后筛析、悬浮率仍应符合标准要求。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后, 氯虫苯甲酰胺质量分数、茚虫威质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 95%, 其他指标仍应符合标准要求。



4.13 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

25%氯虫·茚虫威悬浮剂的标志、标签、包装，应符合 GB 3796 的规定。综合各生产、加工厂的具
体包装情况进行编写。也可根据用户要求或订货协议，可以采用其它形式的包装，但需符合 GB 3796
的规定。

5.2 贮运

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

在使用说明书或包装容器上，除有醒目的相应毒性标志外，还应有毒性说明，中毒症状、解毒方法
和急救措施。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，25%氯虫·茚虫威悬浮剂的保证期，从生产日期算起为 2 年



附录 A

(资料性附录)

氯虫苯甲酰胺、茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分氯虫苯甲酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

a) 氯虫苯甲酰胺

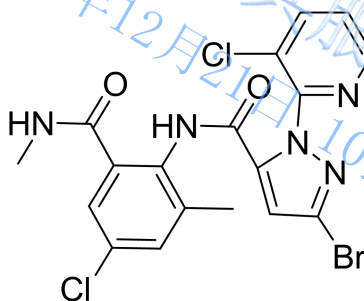
CAS 登录号： 500008-45-7

化学名称：3-溴-N-[4-氯-2-甲基-6-[(甲氨基甲酰基)苯]-1-(3-氯吡啶-2-基)-1-氢-吡唑-5-甲酰胺

英文通用名称：chlorantraniliprole

分子式： $C_{18}H_{14}N_5O_2BrCl_2$

结构式：



分子量： 483.2

生物活性： 杀虫

熔点： 原药： 200-202℃， 纯品： 208-210℃

溶解度（20℃， g/L）： 原药（20℃）水中为 1.023mg/L， 有机溶剂中(g/L)： 二甲基甲酰胺为 124、丙酮为 3.446、甲醇为 1.714、乙酸乙酯为 1.144、乙腈为 0.711。

稳定性： 产品的冷、热贮存和常温贮存稳定时间均为2年

b) 茚虫威

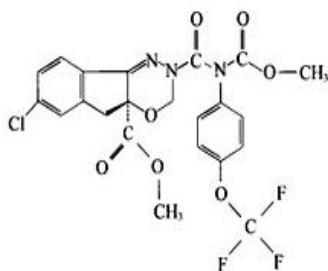
CAS 登录号： 144171-61-9

化学名称： $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$

英文通用名称： indoxacarb

分子式：

结构式：



分子量： 527.83



生物活性：杀虫

熔点：熔点 140-140℃；

蒸气压： $<1.010^{-5}$ Pa (20-25℃)；

密度：1.03 (20℃)；

溶解度：水中溶解度 (20℃)： <0.5 mg/L。在其它溶剂中溶解度 (g/L)：甲醇 0.39、乙 腈 76、丙酮 140。

水溶液稳定性 DT50： >30 天 (pH=5) " 约 30 天 (pH=7)、 约 2 天 (pH=9)。

公开
企业标准信息公共服务平台
2020年12月21日 10点51分

公开
企业标准信息公共服务平台
2020年12月21日 10点51分