

ICS 65.100.10
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4396—2023

氟虫腈悬浮剂

Fipronil suspension concentrate

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

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：沈阳沈化院测试技术有限公司、创新美兰(合肥)股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：姜宜飞、高杰、王岱峰、石凯威、郭海霞、陈碧云、李静、吴进龙。



氟虫腈悬浮剂

1 范围

本文件规定了氟虫腈悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于氟虫腈悬浮剂产品的质量控制。

注：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、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

氟虫腈悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 氟虫腈悬浮剂技术指标

项目		指标		
		2.5%规格	5%规格	50 g/L 规格
氟虫腈质量分数，%		$2.5^{+0.3}_{-0.3}$	$5.0^{+0.5}_{-0.5}$	
氟虫腈质量浓度 ^a (20℃)，(g/L)		25^{+3}_{-3}	50^{+5}_{-5}	
pH		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		

表 1 (续)

项目	指标		
	2.5%规格	5%规格	50 g/L规格
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛), %	≥ 98		
持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL	≤ 50		
低温稳定性	冷储后, 悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件的要求		
热储稳定性	热储后, 氟虫腈质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%, pH、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件的要求		
* 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。

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 的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件; 最终取样量应不少于 800 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与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, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中氟虫腈色谱峰的保留时间, 其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 氟虫腈质量分数、质量浓度的测定

5.5.1 方法提要

试样用异丙醇溶解, 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 280 nm 下对试样中的氟虫腈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 异丙醇: 色谱级。

5.5.2.2 乙腈: 色谱级。

5.5.2.3 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 氟虫腈标样: 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 \times 4.6 mm (内径) 不锈钢柱, 内装 C_{18} 、5 μm 填充物 (或具有同等效果的色谱柱)。

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: $\phi_{(\text{乙腈}: \text{水})} = 65 : 35$ 。

5.5.4.2 流速: 1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温: $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长: 280 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.4.6 保留时间:氟虫腈约 6.9 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。典型的氟虫腈悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

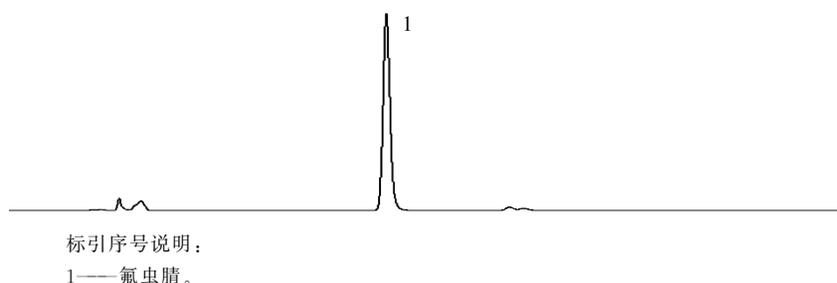


图 1 氟虫腈悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟虫腈标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 异丙醇,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用异丙醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟虫腈的试样,置于 100 mL 容量瓶中,先加入 5 mL 水使试样分散,再加入 80 mL 异丙醇,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用异丙醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针氟虫腈峰面积的相对变化小于 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。

5.5.5.4 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氟虫腈的峰面积比分别进行平均。试样中氟虫腈的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_1 ——试样中氟虫腈质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中氟虫腈峰面积的平均值;

m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);

ω ——标样中氟虫腈质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中氟虫腈峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20 $^{\circ}\text{C}$ 时试样中氟虫腈质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20 $^{\circ}\text{C}$ 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 进行测定)。

5.5.7 允许差

氟虫腈质量分数 2 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 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 悬浮率的测定

5.7.1 测定

称取 8.0 g(精确至 0.000 1 g)试样,按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定执行。用 60 mL 异丙醇分 3 次将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,超声波振荡 10 min,取出,冷却至室温,用异丙醇稀释至刻度,摇匀,过滤。按 5.5 测定测定氟虫腓的质量,并计算悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按公式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - A_4 \times m_3 \times \omega \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ω_2 ——悬浮率的数值,单位为百分号(%);
- m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g);
- ω_1 ——试样中氟虫腓质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_4 ——试样溶液中氟虫腓峰面积的平均值;
- m_3 ——标样质量的数值,单位为克(g);
- ω ——标样中氟虫腓质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_3 ——标样溶液中氟虫腓峰面积的平均值;
- $\frac{10}{9}$ ——换算系数。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定执行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定执行。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储时,样品应密封储存,热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

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 章技术要求中外观、氟虫腓质量分数、氟虫腓质量浓度、pH、悬浮率、倾倒性、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 1 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的要求。

按第 5 章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合第 4 章的技术要求判为该批次

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 8.2 的储运条件下,氟虫腓悬浮剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

氟虫腓悬浮剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定;氟虫腓悬浮剂采用聚酯瓶包装,每瓶 100 g(mL)、250 g(mL)、500 g(mL)等,紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中,每箱净含量不超过 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

氟虫腓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,避免渗入地面;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)

氟虫腴的其他名称、结构式和基本物化参数

氟虫腴的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

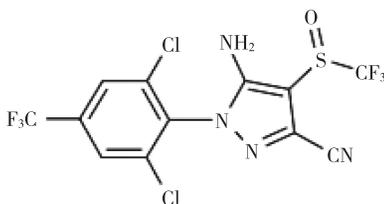
——ISO 通用名称：Fipronil；

——CAS 登录号：[120068-37-3]；

——CIPAC 数字代码：581；

——化学名称：5-氨基-1-[2,6-二氯-4-(三氟甲基)苯基]-4-[(RS)-(三氟甲基)亚磺酰基]-1*H*-吡唑-3-甲腴；

——结构式：



——分子式：C₁₂H₄Cl₂F₆N₄OS；

——相对分子质量：437.2；

——生物活性：杀虫；

——熔点：203 °C；

——蒸气压：0.002 mPa(25 °C)；

——溶解度(g/L, 20 °C~25 °C)：水中 1.9×10⁻³ (pH 5)、1.9×10⁻³ (蒸馏水)、2.4×10⁻³ (pH 9)，丙酮中 545.9、二氯甲烷中 22.3、正己烷中 0.028、甲苯中 3.0；

——稳定性：在 pH 5 和 pH 7 水中稳定，pH 9 时缓慢水解，DT₅₀ 约 28 d；对热稳定，在光照下缓慢降解，连续照射 12 d 后约损失 3%；在水中光解 DT₅₀ 约 0.33 d。