

ICS 65.100.10
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4399—2023

氟啶虫酰胺悬浮剂

Flonicamid 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、蚌埠格润生物科技有限公司、济南天邦化工有限公司、深圳诺普信农化股份有限公司。

本文件主要起草人：刘月、吴孝槐、贾立雨、李向海、黄鸿良、王静、黎娜。



氟啶虫酰胺悬浮剂

1 范围

本文件规定了氟啶虫酰胺悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于氟啶虫酰胺悬浮剂产品的质量控制。

注：氟啶虫酰胺的其他名称、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

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。

4.2 技术指标

氟啶虫酰胺悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 氟啶虫酰胺悬浮剂技术指标

项目		指标		
		10%规格	20%规格	25%规格
氟啶虫酰胺质量分数，%		10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}
氟啶虫酰胺质量浓度(20℃) ^a ，g/L		108 ⁺¹¹ ₋₁₁	216 ⁺¹³ ₋₁₃	270 ⁺¹⁶ ₋₁₆
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		
	10%规格	20%规格	25%规格
持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL	≤50		
湿筛试验(通过 75 μm 标准筛), %	≥98		
低温稳定性	冷储后, 湿筛试验、悬浮率符合本文件的要求		
热储稳定性	热储后, 氟啶虫酰胺质量分数应不低于热储前的 95%, pH、悬浮率、倾倒性和湿筛试验仍符合本文件的要求		
* 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 1 000 g。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与氟啶虫酰胺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啶虫酰胺色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 氟啶虫酰胺质量分数(质量浓度)的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 在波长 265 nm 下对试样中的氟啶虫酰胺进行高效液相色谱分离, 外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇: 色谱纯。

5.5.2.2 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 氟啶虫酰胺标样: 已知氟啶虫酰胺质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

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 × 4.6 mm (内径) 不锈钢柱, 内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相: $\psi_{(\text{甲醇}:\text{水})} = 30:70$ 。

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: 265 nm。

5.5.4.5 进样体积: 5 mL。

5.5.4.6 保留时间: 氟啶虫酰胺约 6.0 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。典型的氟啶虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

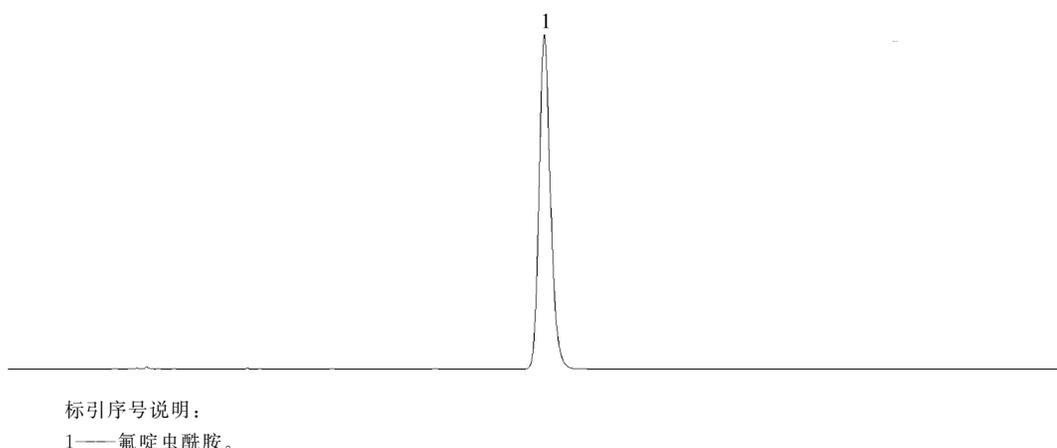


图 1 氟啶虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 氟啶虫酰胺标样(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 甲醇,振摇使之溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含氟啶虫酰胺 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,先加入 2 mL~3 mL 水摇动分散,再加入 80 mL 甲醇,超声振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,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,直至相邻两针氟啶虫酰胺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。

5.5.5.4 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啶虫酰胺峰面积分别进行平均。试样中氟啶虫酰胺的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1} \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_1 ——试样中氟啶虫酰胺质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中氟啶虫酰胺峰面积的平均值;

m_1 ——氟啶虫酰胺标样质量的数值,单位为克(g);

ω_{b1} ——标样中氟啶虫酰胺质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中氟啶虫酰胺峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20 °C时试样中氟啶虫酰胺质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20 °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);

10——质量分数转换为质量浓度的换算系数。

5.5.7 允许差

氟啶虫酰胺质量分数两次平行测定结果之差,10%氟啶虫酰胺悬浮剂应不大于 0.4%,20%氟啶虫酰

胺悬浮剂和 25% 氟啶虫酰胺悬浮剂应不大于 0.5%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 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

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定执行。称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)试样。将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀全部转移至 100 mL 容量瓶中,用 50 mL 甲醇分 3 次洗涤量筒底,洗涤液并入容量瓶,超声振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。按 5.5 测定氟啶虫酰胺的质量,计算悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按公式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - A_4 \times m_3 \times \omega_{b1} \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times \frac{10}{9} \dots\dots\dots (3)$$

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 ——试样中氟啶虫酰胺质量分数的数值,单位为百分号(%)；
- A_4 ——试样溶液中氟啶虫酰胺峰面积的平均值；
- m_3 ——氟啶虫酰胺标样质量的数值,单位为克(g)；
- ω_{b1} ——标样中氟啶虫酰胺质量分数的数值,单位为百分号(%)；
- A_3 ——标样溶液中氟啶虫酰胺峰面积的平均值；
- $\frac{10}{9}$ ——测定体积与总体积的换算系数。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定执行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定执行。

5.12 热储稳定性

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、氟啶虫酰胺质量分数、氟啶虫酰胺质量浓度、pH、悬浮率、倾倒性、持久起泡性、湿筛试验。

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 章的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,氟啶虫酰胺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

氟啶虫酰胺悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;氟啶虫酰胺悬浮剂的包装应采用清洁干燥的塑料桶包装。氟啶虫酰胺悬浮剂的包装应采用清洁、干燥的聚酯瓶包装,外用瓦楞纸箱包装。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

氟啶虫酰胺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;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)

氟啉虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数

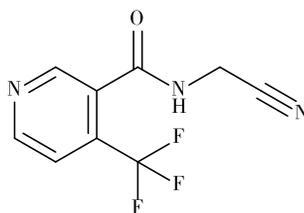
氟啉虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Flonicamid。

——CAS 登录号：[158062-67-0]。

——化学名称：*N*-(氰甲基)-4-(三氟甲基)烟酰胺。

——结构式：



——分子式： $C_9H_6F_3N_3O$ 。

——相对分子质量：229.2。

——生物活性：杀虫。

——熔点：157.5℃。

——蒸气压(25℃)：0.002 55 mPa。

——溶解度(20℃~25℃)：水中 5.2 g/L，丙酮中 186.7 g/L，乙腈中 146.1 g/L，二氯甲烷中 4.5 g/L，乙酸乙酯中 33.9 g/L，正己烷中 0.000 2 g/L，异丙醇中 15.7 g/L，甲醇中 110.6 g/L，正辛醇中 3.0 g/L，甲苯中 0.55 g/L。

——稳定性：对热、光稳定，不易水解。
