

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 65373—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5437—2018

虱螨脲悬浮剂

Lufenuron aqueous suspension concentrate

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



扫描全能王 创建

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC133) 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：京博农化科技股份有限公司、创新美兰（合肥）股份有限公司。

本标准主要起草人：张丕龙、谷兵、董艳艳、毛堂富、曹同波、王海霞。



虱螨脲悬浮剂

1 范围

本标准规定了虱螨脲悬浮剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由虱螨脲原药、助剂和填料加工而成的虱螨脲悬浮剂。

注：虱螨脲的其他名称、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 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

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—2003 农药热贮稳定性测定方法

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

3 要求

3.1 外观

可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经过摇动后，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

虱螨脲悬浮剂还应符合表 1 的要求。



表 1 虱螨脲悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
虱螨脲质量分数/%			10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
pH 范围			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
湿筛试验 (通过 75 μm 试验筛)/%			≥ 98
持久起泡性 (1 min 后泡沫量)/mL			≤ 25
低温稳定性*			合格
热贮稳定性*			合格
* 正常生产时, 低温稳定性、热贮稳定性每 3 个月至少测定一次。			

4 试验方法

4.1 警示

使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施, 并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 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。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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 800 mL。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与虱螨脲质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中虱螨脲色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 虱螨脲质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的色谱柱和紫外检测器, 在波长 255 nm 下对试样中的虱螨脲进行反相高效液相色谱分离, 以外标法定量。也可采用正相液相色谱法对虱螨脲质量分数进行测定, 正相色谱操作条件参见附录 B。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱纯。



N,N-二甲基甲酰胺。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

虱螨脲标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.5.3 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：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装粒径 5 μm C_{18} 填充物（或其同等效果的色谱柱）。

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。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：水)=75：25，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：255 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：虱螨脲约 18.6 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的虱螨脲悬浮剂的反相高效液相色谱图见图 1。

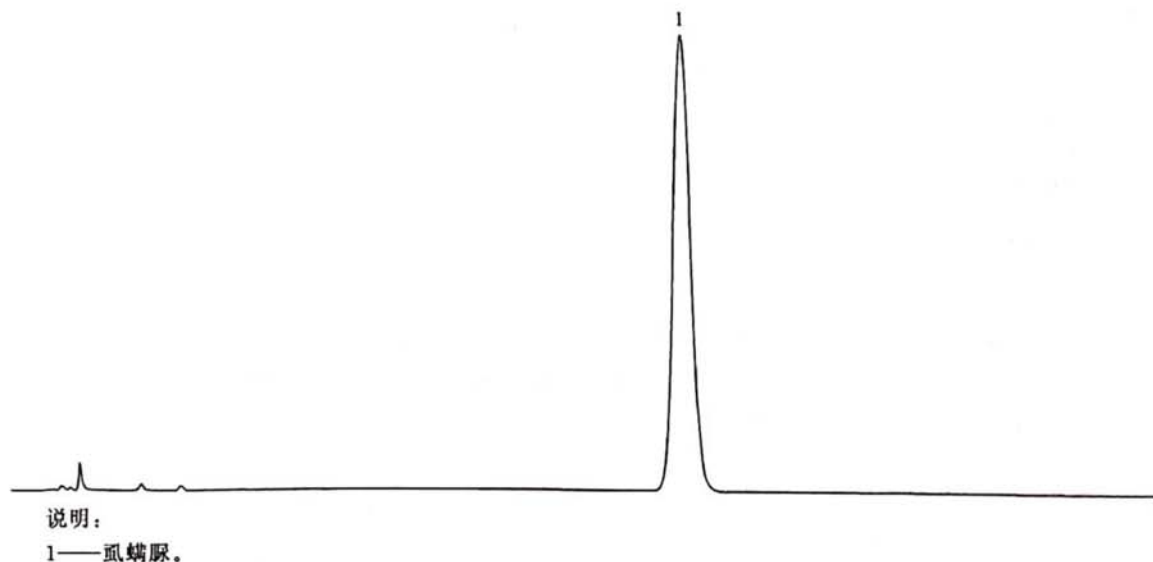


图 1 虱螨脲悬浮剂的反相高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）虱螨脲标样于 50 mL 容量瓶中，加入 45 mL 甲醇，超声波振荡



5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 虱螨脲的试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL *N,N*-二甲基甲酰胺，振摇使试样分散成均匀的悬浊液，再加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，过滤。

4.5.5.3 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，直至相邻两针虱螨脲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。

4.5.5.4 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虱螨脲峰面积分别进行平均。试样中虱螨脲质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——试样中虱螨脲质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中虱螨脲峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中虱螨脲质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中虱螨脲峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.5.6 允许差

虱螨脲质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含 0.1 g 虱螨脲的试样（精确至 0.000 1 g），用 60 mL 甲醇分 3 次将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部洗入 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL *N,N*-二甲基甲酰胺，再加入 25 mL 甲醇，在超声波下振荡 5 min，恢复至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，过滤，按 4.5 测定虱螨脲的质量分数，计算其悬浮率。

4.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。



4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行，贮存样品的量不低于 800 mL。热贮后，虱螨脲质量分数应不低于贮前的 95%，pH 范围、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和持久起泡性仍应符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的贮运条件下，虱螨脲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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

虱螨脲悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。虱螨脲悬浮剂应用洁净、干燥的塑料瓶或高密度聚乙烯氟化瓶包装，每瓶净含量一般为 100 g、200 g、500 g、1 000 g。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 3796 的规定。

6.2 贮运

虱螨脲悬浮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。



附录 A
(资料性附录)

虱螨脲的其他名称、结构式和基本物化参数

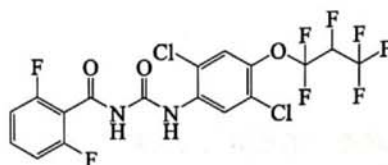
本产品有效成分虱螨脲的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Lufenuron

CAS 登录号: 103055-07-8

CIPAC 数字代号: 704

化学名称: (RS)-1-[2,5-二氯-4-(1,1,2,3,3,3-六氟丙氧基)苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲
结构式:



实验式: $C_{17}H_8Cl_2F_8N_2O_3$

相对分子质量: 511.2

生物活性: 杀虫

熔点: $168.7\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 169.4\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$, mPa): 小于 4×10^{-3}

密度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$, g/mL): 1.66

溶解度 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$, g/L): 水 4.8×10^{-5} (pH 7.7), 甲醇 52、丙酮 460、甲苯 66、正己烷 0.10、正辛醇 8.2、二氯甲烷 84、乙酸乙酯 330

稳定性: 在 pH 5~7、 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下是稳定的, DT_{50} 512 d (pH 9, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$)



附录 B

(资料性附录)

虱螨脲质量分数的测定 (正相液相色谱法)

B.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解,以正己烷+四氢呋喃为流动相,使用以氨基键合固定相为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 255 nm 下对试样中的虱螨脲进行正相高效液相色谱分离,以外标法定量。

B.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯。

四氢呋喃:色谱纯。

虱螨脲标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

B.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,内装粒径 5 μm 氨基键合固定相填充物 (或具同等效果的色谱柱)。

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。

B.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (正己烷:四氢呋喃)=95:5,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

柱温:室温 (温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:255 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:虱螨脲约 18.2 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做适当调整,以期获得最佳效果。典型的虱螨脲悬浮剂的正相高效液相色谱图见图 B.1。



说明：
1——虱螨脲。

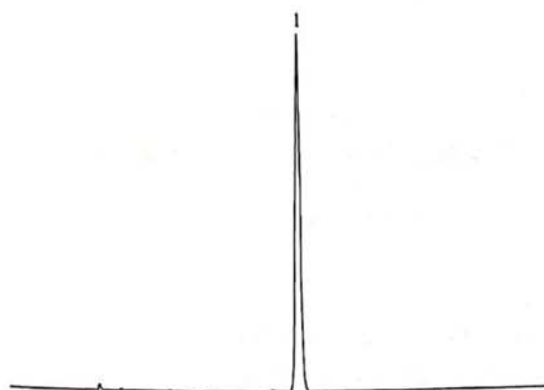


图 B.1 虱螨脲悬浮剂的正相高效液相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 虱螨脲标样于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 四氢呋喃, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 用正己烷定容至刻度, 摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 虱螨脲的试样 (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 四氢呋喃, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 用正己烷定容至刻度, 摇匀。

注: 溶样过程中, 加入正己烷出现混浊时, 适当提高四氢呋喃比例。

B.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, 直至相邻两针虱螨脲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。

B.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虱螨脲峰面积分别进行平均。试样中虱螨脲质量分数按公式 (B.1) 计算:

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_1 ——试样中虱螨脲质量分数, 以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中虱螨脲峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

w ——标样中虱螨脲质量分数, 以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中虱螨脲峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

