

ICS 65.100.10  
G 25  
备案号：53286—2016

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4935—2016

---

## 茚虫威水分散粒剂

Indoxacarb water dispersible granules

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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：河北省衡水北方农药化工有限公司、江苏省南通施壮化工有限公司、江苏常隆化工有限公司、江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人：于亮、李秀杰、李有、刘建华、李爱琴、吉玉平。

# 茚虫威水分散粒剂

## 1 范围

本标准规定了茚虫威水分散粒剂的术语和定义，要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由茚虫威原药或母药、载体和助剂加工而成的茚虫威水分散粒剂。

注：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 1600 农药水分测定方法

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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (mod ISO 3696:1987)

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 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 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**茚虫威混合物 indoxacarb mixture**

指茚虫威与 (R)-对映体的总和。

## 4 要求

### 4.1 外观

本品应由符合标准的茚虫威原药或母药与适宜的助剂和填料加工制成，为干的、能自由流动的固体颗粒，基本无粉末，无可见的外来杂质和硬块。

HG/T 4935—2016

4.2 技术指标

茚虫威水分散粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 茚虫威水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
茚虫威质量分数/%	30.0 <sup>+1.5</sup> <sub>-1.5</sub>
茚虫威异构体比例[(S):(R)]	3.0
水分/% ≤	3.0
pH 值范围	5.0~8.0
润湿时间/s ≤	60
细度(通过 75 μm 试验筛)/% ≥	98
悬浮率/% ≥	70
分散性/% ≥	80
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL ≤	40
粉尘	合格
热贮稳定性 <sup>a</sup>	合格
<sup>a</sup> 正常生产时，热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。	

5 试验方法

安全提示：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。

5.1 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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 600 g。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与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，试样溶液中两个主色谱峰的保留时间与标样溶液中茚虫威的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

5.4 茚虫威质量分数的测定

5.4.1 茚虫威混合体质量分数的测定

5.4.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解。以乙腈+水为流动相，使用以 Acclaim-C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 280 nm 下对试样中的茚虫威进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

5.4.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

茚虫威标样：已知茚虫威质量分数， $w \geq 99.0\%$ ，茚虫威 (S) : (R) = 3 : 1。

5.4.1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 5  $\mu$ m Acclaim 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m。

微量进样器：50  $\mu$ L。

定量进样管：5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

5.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (乙腈：水)=75：25，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：30℃；

检测波长：280 nm；

进样体积：5  $\mu$ L；

保留时间：茚虫威混合体约 5.1 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。

典型的茚虫威水分散粒剂的高效液相色谱图见图 1。



图 1 茚虫威水分散粒剂的高效液相色谱图

HG/T 4935—2016

5.4.1.5 测定步骤

5.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 茚虫威标样于 50 mL 容量瓶中, 加入乙腈定容至刻度, 超声波振荡 5 min。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, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

5.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 茚虫威混合体的试样于 50 mL 容量瓶中, 加入乙腈定容至刻度, 超声波振荡 5 min。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, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

5.4.1.6 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, 直至相邻两针茚虫威峰面积相对变化小于 1.5 % 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。

5.4.1.7 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茚虫威混合体峰面积分别进行平均。  
试样中茚虫威混合体质量分数  $w_1$  按公式 (1) 计算:

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

- 式中:
- $w_1$ ——试样中茚虫威混合体质量分数, 以 % 表示;
  - $A_2$ ——两针试样溶液中茚虫威混合体峰面积的平均值;
  - $m_1$ ——茚虫威标样的质量的数值, 单位为克 (g);
  - $w$ ——标样中茚虫威质量分数, 以 % 表示;
  - $A_1$ ——两针标样溶液中茚虫威混合体峰面积的平均值;
  - $m_2$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

5.4.1.8 允许差

茚虫威混合体质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %, 取其算术平均值作为测定结果。

5.4.2 茚虫威质量分数的测定

5.4.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解。以正己烷+异丙醇为流动相, 使用以 OD-H Chiralcel-OK 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (310 nm) 对试样中的茚虫威进行高效液相色谱分离和测定。

5.4.2.2 试剂和溶液

- 正己烷: 色谱纯。
- 异丙醇: 色谱纯。
- 茚虫威标样: 已知茚虫威质量分数,  $w \geq 99.0 \%$ , 茚虫威 (S) : (R) = 3 : 1。

5.4.2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm OD-H Chiralcel-OK 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

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。

5.4.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (正己烷：异丙醇)=75：25；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温差变化应不大于 2℃）；

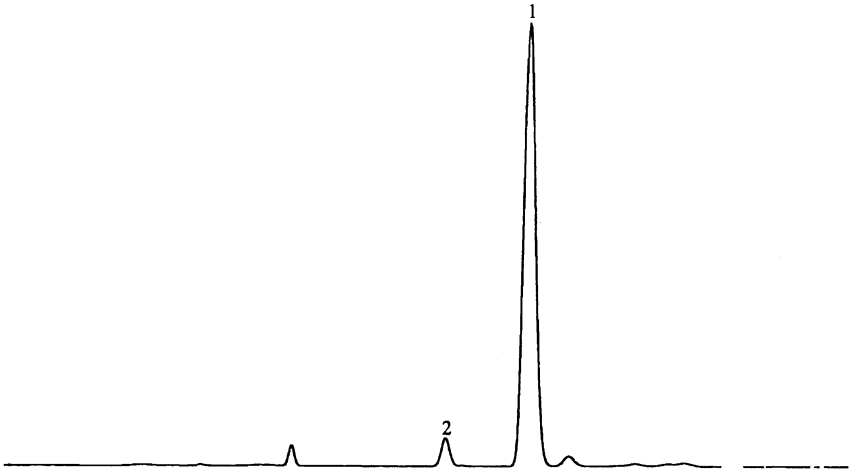
检测波长：310 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：(R)-茚虫威约 9.6 min，茚虫威约 11.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的茚虫威水分散粒剂的手性分离高效液相色谱图见图 2。



说明：  
1——茚虫威；  
2——(R)-茚虫威。

图 2 茚虫威水分散粒剂的手性分离高效液相色谱图

5.4.2.5 测定步骤

5.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）茚虫威标样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

HG/T 4935—2016

5.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含茚虫威 0.05 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.4.2.6 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，直至相邻两针茚虫威（R）-对映体、（S）-对映体峰面积的相对变化小于 1.0 %，然后注入两针试样溶液。

5.4.2.7 茚虫威比例的计算

试样中茚虫威比例  $K_1$ ，按公式（2）计算：

$$K_1 = \frac{A_S}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $A_S$ ——两针试样溶液中茚虫威峰面积的平均值；
- $A_R$ ——两针试样溶液中茚虫威（R）-对映体峰面积的平均值。

5.4.2.8 茚虫威质量分数的计算

试样中茚虫威质量分数  $w_2$ ，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w_2 = w_1 K_1 \dots\dots\dots (3)$$

5.4.3 允许差

茚虫威质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 茚虫威异构体比例 [(S) : (R)] 的测定

试样中茚虫威与（R）-对映体比例  $K_2$ ，按公式（4）计算：

$$K_2 = \frac{A_S}{A_R} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $A_S$ ——两针试样溶液中茚虫威峰面积的平均值；
- $A_R$ ——两针试样溶液中茚虫威（R）-对映体峰面积的平均值。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

5.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

5.10 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含茚虫威 1 g 的试样（精确至 0.000 1 g），将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中，用 60 mL 乙腈分 3 次将 25 mL 剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中，超声波振荡 5 min。恢复至室温，定容，摇匀。过滤后，按 5.4.1 测定茚虫威混合体的质量。按公式（5）计算其悬浮率：

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 111.1$$

..... (5)

式中：

$w_3$ ——茚虫威的悬浮率，以 % 表示；

$m_3$ ——试样中茚虫威混合体的质量的数值，单位为克（g）；

$m_4$ ——底部 25 mL 悬浮液中茚虫威混合体的质量的数值，单位为克（g）。

5.11 分散性的测定

5.11.1 方法提要

将一定量的水分散粒剂加入规定的水中，搅拌混合，制成悬浮液，静置一段时间后，去除顶部 9/10 的悬浮液，将底部 1/10 的悬浮液和沉淀烘干，用重量法进行测定。

5.11.2 试剂和仪器

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 配制。

烧杯：1 000 mL，内径为  $102 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ 。

电动搅拌机：可控制速度  $0 \text{ r/min} \sim 1\,000 \text{ r/min}$ 。

不锈钢搅拌棒：带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒，叶片之间角度为  $45^\circ$ （见图 3）。

旋转真空蒸发器。

秒表。

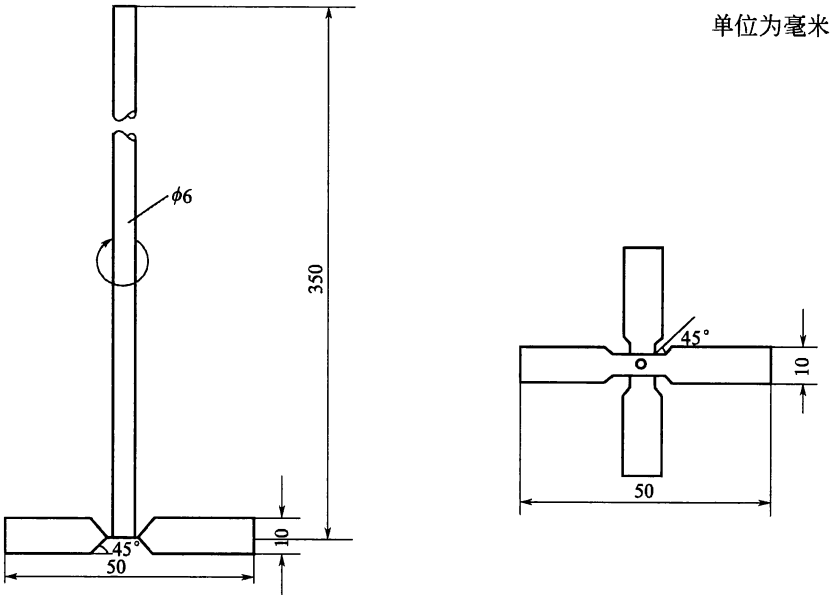


图 3 不锈钢搅拌棒

HG/T 4935—2016

5.11.3 测定步骤

在 20℃±1℃下，于烧杯中加入 900 mL 标准硬水。将搅拌棒固定在烧杯中央，搅拌棒叶片距烧杯底部 15 mm，搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推进液体向上翻腾。以 300 r/min 的速度开启搅拌器，将 9 g 水分散粒剂样品（精确至 0.1 g）加入搅拌的水中，继续搅拌 1 min。关闭搅拌，让悬浮液静置 1 min。抽出 9/10 的悬浮液（810 mL），整个操作应在 30 s~60 s 内完成，并保持玻璃细管的尖端始终在液面下且尽量不搅动悬浮液。用旋转真空蒸发器蒸掉 90 mL 剩余悬浮液中的水分，在 90℃~100℃下干燥至恒重，称量（精确至 0.1 g）。

5.11.4 计算

试样的分散性  $w_3$  按公式（6）计算：

$$w_3 = \frac{10(m - m_1)}{9m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- $w_3$ ——试样的分散性，以 % 表示；
- $m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- $m_1$ ——干燥后残余物的质量的数值，单位为克（g）。

5.12 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.13 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。

5.14 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“固体制剂”进行。热贮后茚虫威质量分数应不低于贮前的 97 %，悬浮率仍应符合标准要求为合格。

5.15 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

6.1 标志、标签和包装

茚虫威水分散粒剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。茚虫威水分散粒剂应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋（桶）净重量一般为 20 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 3796 的规定。

6.2 贮运

茚虫威水分散粒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。

6.3 安全

本品属低毒性杀虫剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，

穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

#### 6.4 保证期

在规定的贮运条件下，茚虫威水分散粒剂的保证期从生产日期起为 2 年。

附 录 A

(资料性附录)

茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

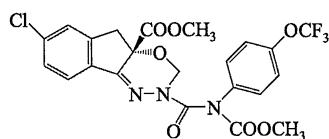
本产品有效成分茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: indoxacarb

CAS 登记号: 173584-44-6

化学名称: (S)-7-氯-2,3,4a,5-四氢-2-[甲氧基羰基(4-三氟甲氧基苯基)氨基甲酰基]茚并[1,2-e][1,3,4-]噁二嗪-4a-羧酸甲酯

结构式:



实验式:  $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$

相对分子质量: 527.8 (按 2001 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀虫

熔点 (°C): 88.1

蒸气压: (25 °C, mPa)  $2.5 \times 10^{-5}$

溶解度 (25 °C, g/L): 水  $1.4 \times 10^{-3}$ , 正辛醇 14.5, 甲醇 103, 乙腈 139, 丙酮 >250

稳定性: DT<sub>50</sub> 1 y (pH 5), 22 d (pH 7), 0.3 h (pH 9)

---