

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 53287—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4936—2016

茚虫威悬浮剂

Indoxacarb aqueous suspension concentrate

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：江苏省南通施壮化工有限公司、江苏常隆化工有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、江苏长青农化股份有限公司、京博农化科技股份有限公司。

本标准主要起草人：于亮、李秀杰、刘建华、李爱琴、夏丽华、吉玉平、曹同波。

茚虫威悬浮剂

1 范围

本标准规定了茚虫威悬浮剂的术语和定义，要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于茚虫威原药或母药与适宜的助剂和填料加工而成的茚虫威悬浮剂。

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 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（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 19137 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

茚虫威混合体 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，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

茚虫威悬浮剂还应符合表 1 的要求。

表 1 茚虫威悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
		150 g/L	300 g/L
茚虫威质量分数 ^a /％ 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)		14.2 ^{+0.9} _{-0.9}	30.0 ^{+1.5} _{-1.5}
		150 ⁺⁸ ₋₉	300 ⁺¹⁵ ₋₁₅
茚虫威异构体比例[(S)：(R)]		≥	3.0
pH 值范围			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 m 试验筛)/％		≥	98
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL		≤	30
低温稳定性 ^b			合格
热贮稳定性 ^b			合格
a 当质量发生争议时，以质量分数为仲裁。			
b 为定期检验项目，在正常情况下每 6 个月进行一次。			

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“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 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，试样溶液中某两个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 1.2％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-C₁₈ 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混合物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 μ 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 μ m。
- 微量进样器：50 μ L。
- 定量进样管：5 μ L。
- 超声波清洗器。

5.4.1.4 高效液相色谱操作条件

- 流动相： ϕ (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 μ L；
 - 保留时间：茚虫威混合物约 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。
- 典型的茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

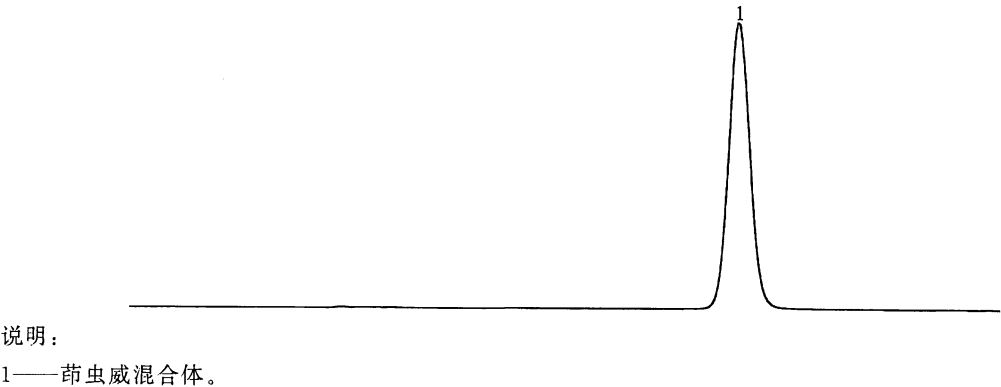


图 1 茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图

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

HG/T 4936—2016

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，茚虫威质量浓度 ρ_1 按公式（2）计算：

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

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

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）；
- ρ_1 ——20 ℃ 时试样中茚虫威混合体质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；
- ρ ——20 ℃ 时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按附录 B 进行测定）。

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：已知茚虫威混合体质量分数， $w \geq 99.0 \%$ ，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： ϕ (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)*-茛虫威约 9.6 min，茛虫威约 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。

典型的茛虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图见图 2。

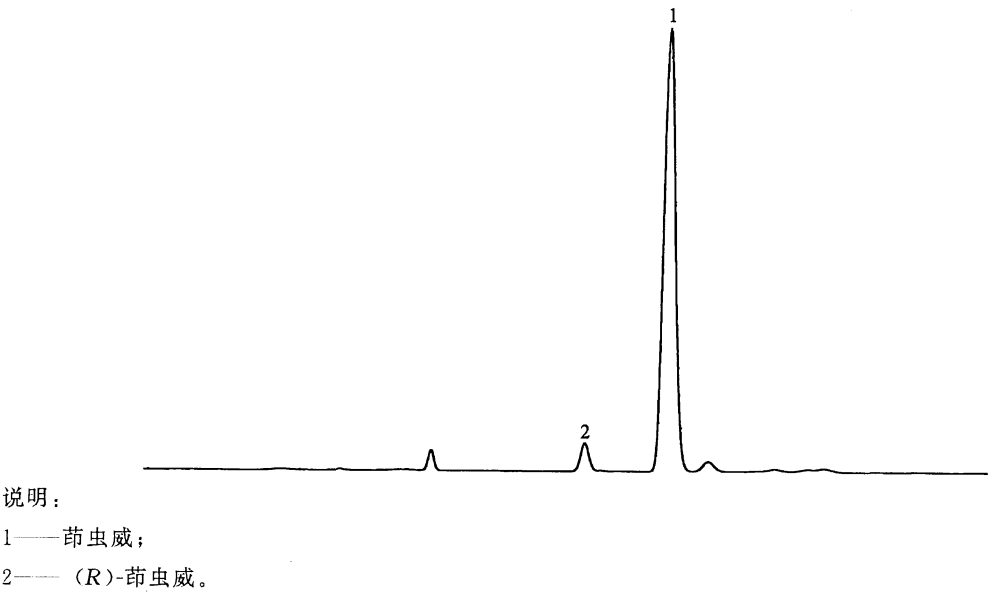


图 2 茛虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图

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）茛虫威标样，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 4936—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 (3) 计算:

$$K_1 = \frac{A_S}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (3)$$

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 (质量浓度) 的计算

试样中茚虫威质量分数 w_2 , 数值以 % 表示, 按公式 (4) 计算:

$$w_2 = w_1 K_1 \dots\dots\dots (4)$$

试样中茚虫威质量浓度 ρ_2 , 数值以克每升 (g/L) 表示, 按公式 (5) 计算:

$$\rho_2 = \rho_1 K_1 \dots\dots\dots (5)$$

5.4.2.9 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_3 , 按公式 (6) 计算:

$$K_3 = \frac{A_S}{A_R} \dots\dots\dots (6)$$

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 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 悬浮率的测定

将整瓶产品全部倒出, 混合均匀。称取 1.0 g 试样 (精确至 0.000 1 g), 按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行测定。将留在量筒底部的 25 mL 悬浮液转移至 100 mL 容量瓶中, 加乙腈至刻度, 超声波振荡溶解。将溶液转入离心分离, 取上层清液, 按 5.4.1 测定茚虫威混合体的质量。

按公式 (7) 计算其悬浮率:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 111.1 \dots\dots\dots (7)$$

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）。

5.8 倾倒性试验

5.8.1 方法提要

将规定量的试样在标准量筒中放置固定时间，再按照一定要求测定倾倒后量筒中残余物的量和水洗涤后量筒中残余物的量。

5.8.2 试剂和溶液

水：蒸馏水，符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.8.3 仪器

- 具标准磨口塞（B34）量筒：高度 39 cm（量筒内底部至塞子底部），内径 5 cm，总容积的 80 % 处（靠近塞子）有刻度线。
- 电子天平：感量 0.1 g，载量 2 kg。
- 秒表。

5.8.4 测定步骤

5.8.4.1 倾倒后残余物的测定

称量具塞量筒的质量（精确至 0.1 g）。加入样品至量筒总容积的 80 % 刻度线处，盖上塞子，再称重（精确至 0.1 g）。室温下（具体温度可根据实际需要确定）静置 24 h 后，先将量筒由直立位置旋转 135°，倾倒 60 s，再倒置 60 s。重新称量具塞量筒的质量（精确至 0.1 g）。

样品的倾倒后残余物按公式（8）计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- w_4 ——倾倒后残余物，以%表示；
- m_2 ——倾倒后残余物+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m_0 ——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m_1 ——样品+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）。

5.8.4.2 洗涤后残余物的测定

加入 20 ℃ 蒸馏水至量筒总容积的 80 % 刻度线处，盖上塞子，颠倒量筒 10 次（颠倒量筒时，应保证每次以量筒中部为中心，使量筒从直立状态翻转 180° 倒置再回到原来状态的时间大约在 2 s，操作应平稳均匀地完成），然后采用与倾倒时同样的方法把水倒出，再盖上盖子称重（精确至 0.1 g）。

样品的洗涤后残余物按公式（9）计算：

$$w_5 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- w_5 ——洗涤后残余物，以%表示；

HG/T 4936—2016

m_3 ——洗涤后残余物+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——样品+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”进行。湿筛试验和悬浮率符合标准要求为合格。

5.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，茚虫威质量分数应不低于贮前测得茚虫威质量分数的 97%，悬浮率仍应符合标准要求。

5.13 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、安全和验收期**6.1 标志、标签和包装**

茚虫威悬浮剂用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量为 10 mL（g）、50 mL（g）、500 mL（g），外用瓦楞纸箱包装，每箱净容量 4 L、10 L 或 100 L、200 L 大桶包装。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

茚虫威悬浮剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、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

本品属低毒杀虫剂。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 验收期

在规定的贮运条件下，茚虫威悬浮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

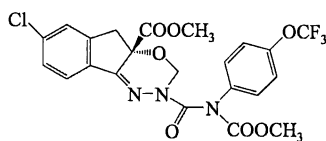
本产品有效成分茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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[1,3,4-*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): 2.5×10^{-5}

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

稳定性: DT_{50} 1 y (pH 5), 22 d (pH 7), 0.3 h (pH 9)

附 录 B
(规范性附录)
悬浮剂的密度测定

B.1 方法提要

将悬浮剂用水稀释成 1 : 1 的水稀释液，在 20 ℃ 时用比重计测定稀释液的密度，然后通过计算得到悬浮剂的实际密度。

B.2 仪器

比重计：常用范围 1.000 g/mL~1.100 g/mL。

恒温箱：温度控制在 20 ℃ ± 0.5 ℃。

烧杯：250 mL。

B.3 测定步骤

称取约 100 g（精确到 0.01 g）蒸馏水于 250 mL 烧杯中，小心加入等质量的试样，使产生最小气泡。缓慢地将液体倒入另一个烧杯中，使其混合。重复此操作，直至获得均匀的悬浮液。将该稀释液转移到 250 mL 量筒中，静置 10 min~15 min 后，用吸管除去表面残余的气泡。放入恒温箱中，在 20 ℃ 下达到热平衡。将比重计轻轻插入悬浮液中，使其靠自身重量下沉。约 5 min 后达到平衡状态，记录密度值。

B.4 计算

悬浮液的密度以 $\rho(20\text{ }^{\circ}\text{C}, \text{ g/mL})$ 计，按公式 (B.1) 计算：

$$\rho = \frac{\rho_d}{2 - \rho_d} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ρ ——试样的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

ρ_d ——1 : 1 稀释液的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)。