

ICS 65.100.10

CCS G 25

T/ZNX

团 体 标 准

T/ZNX XXXX—XXXX

## 3%呋虫胺超低容量液剂

3% Dinotefuran ultra low volume concentrate

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

浙江省农药工业协会 发布

目 次

前 言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 技术要求 ..... 1

    4.1 外观 ..... 1

    4.2 技术指标 ..... 1

5 试验方法 ..... 2

    5.1 一般规定 ..... 2

    5.2 抽样 ..... 2

    5.3 鉴别试验 ..... 2

    5.4 外观的测定 ..... 2

    5.5 呋虫胺质量分数的测定 ..... 2

    5.6 pH 的测定 ..... 5

    5.7 黏度的测定 ..... 5

    5.8 低温稳定性试验 ..... 5

    5.9 热储稳定性试验 ..... 5

6 检验规则 ..... 5

    6.1 出厂检验 ..... 5

    6.2 型式检验 ..... 5

    6.3 判定规则 ..... 5

7 验收和质量保证期 ..... 6

    7.1 验收 ..... 6

    7.2 质量保证期 ..... 6

8 标志、标签、包装、储运 ..... 6

    8.1 标志、标签、包装 ..... 6

    8.2 储运 ..... 6

附录 A(资料性)呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数 ..... 7

## 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这些专利的责任。

本文件由浙江省农药工业协会提出。

本文件由浙江省农药工业协会归口。

本文件起草单位：浙江新安化工集团股份有限公司。

本文件主要起草人：叶珊、姚二艳、叶世胜。

本文件为首次发布。

# 3%呋虫胺超低容量液剂

## 1 范围

本文件规定了 3%呋虫胺超低容量液剂的技术要求、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 3%呋虫胺超低容量液剂产品生产的质量控制。

注：呋虫胺的其他名称、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 10247—2008 粘度测量方法

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

## 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

稳定的液体，无可见的悬浮物和沉淀。

### 4.2 技术指标

3%呋虫胺超低容量液剂还应符合表 1 要求。

表 1 3%呋虫胺超低容量液剂控制项目指标

| 项 目                | 指 标                                   |
|--------------------|---------------------------------------|
| 呋虫胺质量分数/%          | $3.0^{+0.3}_{-0.3}$                   |
| pH 值               | 4.0~7.0                               |
| 粘度（20℃）mPa·s       | ≤10                                   |
| 低温稳定性 <sup>a</sup> | 冷储后，离心管底部析析物的体积不大于 0.3 mL。            |
| 热储稳定性 <sup>a</sup> | 热储后，呋虫胺质量分数应不低于储前的 95%，pH 值仍应符合本文件要求。 |

5 试验方法

警告：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 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行，用随机数表法确定抽样的包装件数，最终抽样量应不少于 500 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与呋虫胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中的呋虫胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时，可采用其它有效方法进行鉴别。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 呋虫胺质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 XDB-C<sub>8</sub>（5 μm）为填充物的不锈钢色谱柱（或具有同等柱效的色谱柱）和紫外检测器（270 nm），对试样中的呋虫胺进行液相色谱分离和测定，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。

5.5.2.3 呋虫胺标样：已知呋虫胺质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

### 5.5.3 仪器和设备

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长的紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.) 不锈钢柱，内装 XDB-C<sub>8</sub> (5 μm) 填充物（或具有同等柱效的色谱柱）。

5.5.3.3 微量进样器：100 μL。

5.5.3.4 微孔过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

### 5.5.4 色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： $\Phi_{(\text{甲醇: 水})} = 20: 80$ ，超声脱气 15 min。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

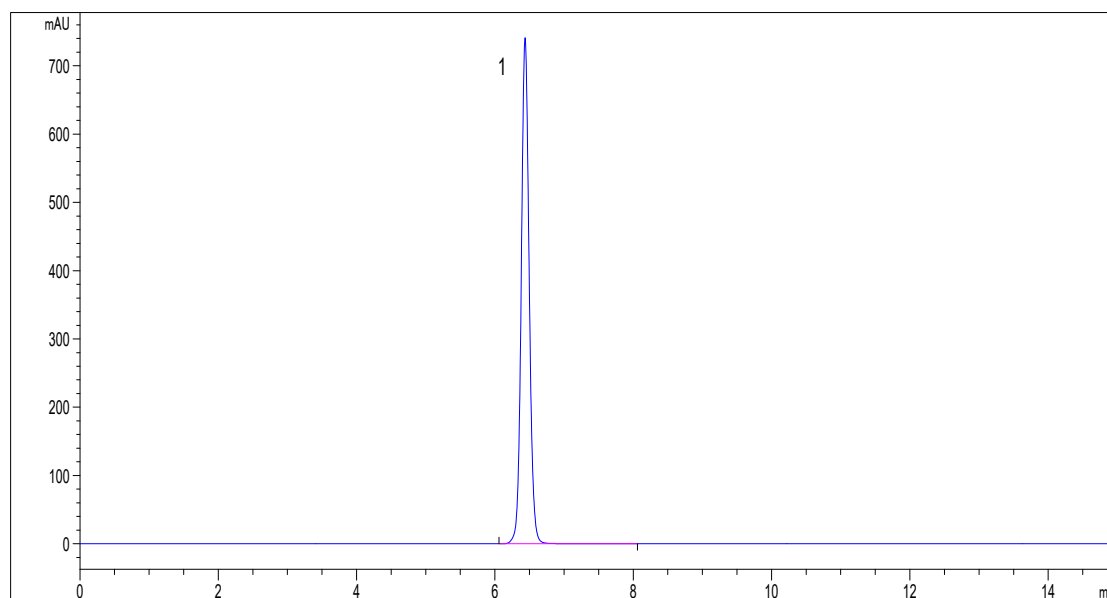
5.5.4.3 柱温：40℃（温度变化应不大于 2℃）。

5.5.4.4 检测波长：270 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间 (min)：呋虫胺约 6.4。

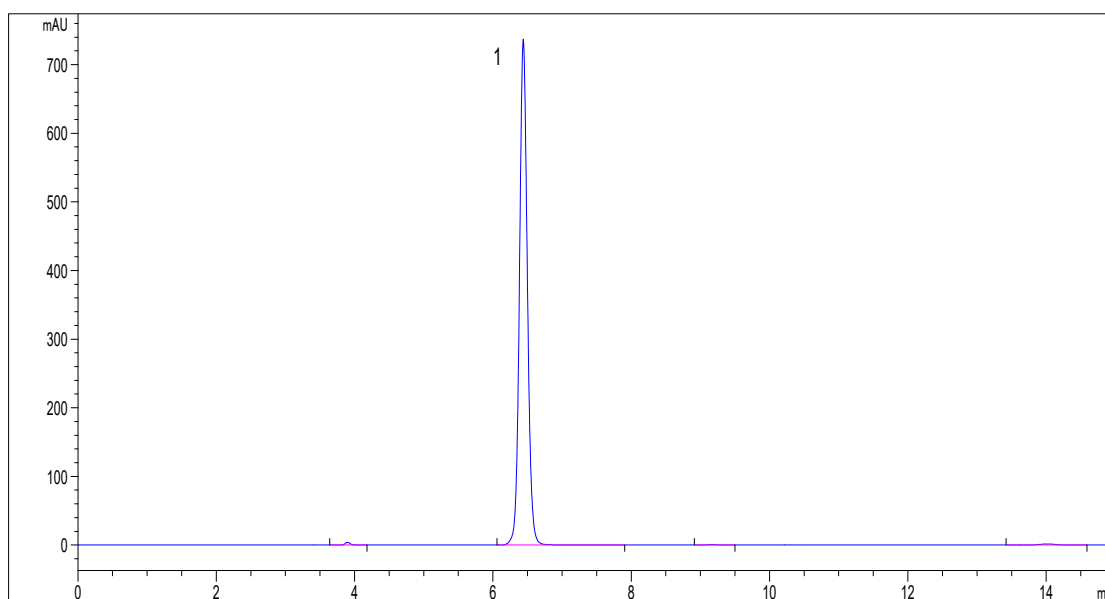
5.5.4.7 上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的呋虫胺标样、3%呋虫胺超低容量液剂高效液相色谱图见图 1、图 2。



标引序号说明：

1——呋虫胺。

图 1 呋虫胺标样的高效液相色谱图



标引序号说明：

1——呋虫胺。

图 2 3%呋虫胺超低容量液剂高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.0001 g）呋虫胺标样，置于 100 mL 容量瓶中，加流动相溶解，稀释至刻度，摇匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含呋虫胺约 0.05 g 的试样（精确至 0.0001 g），置于 100mL 容量瓶中，加流动相溶解，稀释至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜过滤。

#### 5.5.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的响应值变化小于 1.2%，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。

### 5.5.6 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呋虫胺峰面积分别进行平均。试样中呋虫胺的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中呋虫胺的质量分数，以百分数（%）表示；

- $A_1$ ——标样溶液中，呋虫胺峰面积的平均值；  
 $A_2$ ——试样溶液中，呋虫胺峰面积的平均值；  
 $m_1$ ——呋虫胺标样质量的数值，单位为克（g）；  
 $m_2$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；  
 $\omega$ ——标样中呋虫胺质量分数的数值，单位为百分数（%）。

### 5.5.7 允许差

呋虫胺的质量分数两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 值

按 GB/T 1601 的规定进行。

### 5.7 黏度

按 GB/T 10247-2008 中的 4 进行测定。

### 5.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

### 5.9 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 进行。

## 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 章技术指标中除低温稳定性和热储稳定性以外的所有项目。

### 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 个月至少应进行一次。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) 国家法定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 有关规定。

### 7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,3%呋虫胺超低容量液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要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签、包装

3%呋虫胺超低容量液剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

3%呋虫胺超低容量液剂应用清洁、干燥带有内、外盖的聚酯瓶,每瓶净含量 100g(mL)或 250g(mL),外用草套或瓦楞纸做衬垫,紧密排列于钙塑箱或纸箱中,每箱净含量不大于 15kg(L)。也可根据用户要求或订货协议,可以采用其它形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

### 8.2 储运

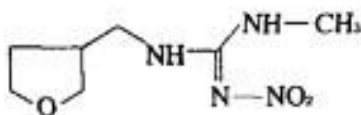
3%呋虫胺超低容量液剂包装件应储存在干燥、阴凉、通风、防雨处,远离火源或热源。置于儿童接触不到的地方,并加锁。不能与食品、饮料、粮食、饲料等混合储存。在装卸、运输时应轻拿轻放。

附录 A  
(资料性)

呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本品有效成分呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO 通用名称：Dinotefuran。
- CIPAC 数字代号：749。
- CAS 登录号：[165252-70-0]。
- 化学名称：N-甲基-N'-硝基-N''-[(四氢-3-呋喃)甲基]胍。
- 结构式：



- 分子式：C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>。
- 相对分子质量：202.21。
- 生物活性：杀虫。
- 熔点（℃）：107.5。
- 蒸汽压（30℃）：<1.7 × 10<sup>-3</sup> mPa。
- 溶解度（g/L，20℃）：水中 39.8，正己烷 9 × 10<sup>-6</sup>，二甲苯 72 × 10<sup>-3</sup>，庚烷 × 10<sup>-6</sup>，甲苯 150 × 10<sup>-3</sup>，二氯甲烷 61，丙酮 58，甲醇 57，乙醇 19，乙酸乙酯 5.2。
- 稳定性：在 150℃ 下稳定；水解半衰期大于 1y（pH 值 4，7，9）；光解半衰期 3.8h（灭菌/天然水）。