

团 体 标 准

T/CCPIA 018-2019

10%联苯菊酯水乳剂

10% Bifenthrin emulsion, oil in Water

2019-02-25发布

2019-03-01实施

中国农药工业协会 发布

前　　言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：东莞市瑞德丰生物科技有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、福建新农大正生物工程有限公司、贵州省分析测试研究院。

本标准主要起草人：王睿、王大霞、高彬、史卫莲、杨琨、陈蓓蓓、梅承翰、何伟。



CCPIA

10%联苯菊酯水乳剂

1 范围

本标准规定了10%联苯菊酯水乳剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的联苯菊酯原药和适宜的助剂配制而成的10%联苯菊酯水乳剂。

注：联苯菊酯其他名称、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 1603 农药乳液稳定性测定方法

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 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

应为稳定的液体，久置可有少量分层，轻微摇动或搅动后仍为均匀液体。

3.2 技术指标

10%联苯菊酯水乳剂应符合表1要求。

表1 10%联苯菊酯水乳剂控制项目指标

项 目		指 标
联苯菊酯质量分数/%		10 ^{+1.0} _{-1.0}
pH范围		3.5~7.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤ 3.0
	洗涤后残余物/%	≤ 0.5
乳液稳定性(稀释200倍)		合格
持久起泡性(1 min后的泡沫量)/mL		≤ 30
低温稳定性 ^a		合格
热储稳定性 ^a		合格
^a 正常生产时, 低温稳定性、热储稳定性试验每3个月至少测定一次。		

4 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。

4.1 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。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.2进行。用随机数表示确定抽样的包装件, 最终每份抽样量不少于1000 mL。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与联苯菊酯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联苯菊酯色谱峰的保留时间, 其相对差应在1.5%以内。

4.4 联苯菊酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物, 使用键合HP-5的毛细管柱和氢火焰离子化检测器, 对试样中的联苯菊酯进行气相色谱分离, 以内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

无水乙醇。

联苯菊酯标样: 已知质量分数 $\omega \geq 99.0\%$ 。

内标物: 邻苯二甲酸二正戊酯, 应不含有干扰分析的杂质。

内标溶液: 称取2 g的邻苯二甲酸二正戊酯, 置于500 mL的容量瓶中, 用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：30 m×0.32 mm (i.d.) 石英毛细管柱，内壁键合HP-5 (5%苯基)，膜厚0.25 μm (或具等同效果的色谱柱)。

色谱工作站。

微量进样器：10 μL。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度 (℃)：柱室230、气化室260、检测室280。

气体流量 (mL/min)：载气 (N₂) 2.0、氢气30、空气300。

分流比：20:1。

进样体积：0.5 μL。

保留时间：邻苯二甲酸二正戊酯约3.6 min，联苯菊酯约7.5 min。

上述气相色谱操作条件系典型操作参数，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的10%联苯菊酯水乳剂与内标物的气相色谱图见图1。



图1 10%联苯菊酯水乳剂与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 联苯菊酯标样，置于 25 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 3.5 mL 无水乙醇溶解，再用移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 联苯菊酯的试样，置于 25 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 3.5 mL 无水乙醇溶解，再用 4.4.5.1 的同一移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述气相色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针联苯菊酯与内标物的峰面积比的相对变化小于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。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均, 试样中的联苯菊酯质量分数 ω_1 按公式(1)计算:

式中：

r_1 ——标样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积之比的平均值；

r_2 —试样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积之比的平均值；

m_1 —— 联苯菊酯标样的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——联苯菊酯试样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中联苯菊酯的质量分数, 以%表示。

4.4.6 允许差

联苯菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%，取其算数平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601进行。

4.6 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.7 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按GB/T 1603进行试验，上无浮油，下无沉淀为合格。

4.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。离心管底部离析物体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.10 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003中2.1进行。热储后, 联苯菊酯质量分数不低于储前的95%, pH值、乳液稳定性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

在规定的储运条件下，10%联苯菊酯水乳剂的质量保证期，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、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

10%联苯菊酯水乳剂的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。

10%联苯菊酯水乳剂应用聚酯瓶包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每瓶净含量为100 g、200 g、100 mL、200 mL，每箱净含量一般不大于15 kg。也可根据用户要求或定货协议，采用其它形式的包装，但应符合GB 3796的规定。

6.2 储运

10%联苯菊酯水乳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。



CCPIA

附录 A
(资料性附录)
联苯菊酯其他名称、结构式和基本物化参数

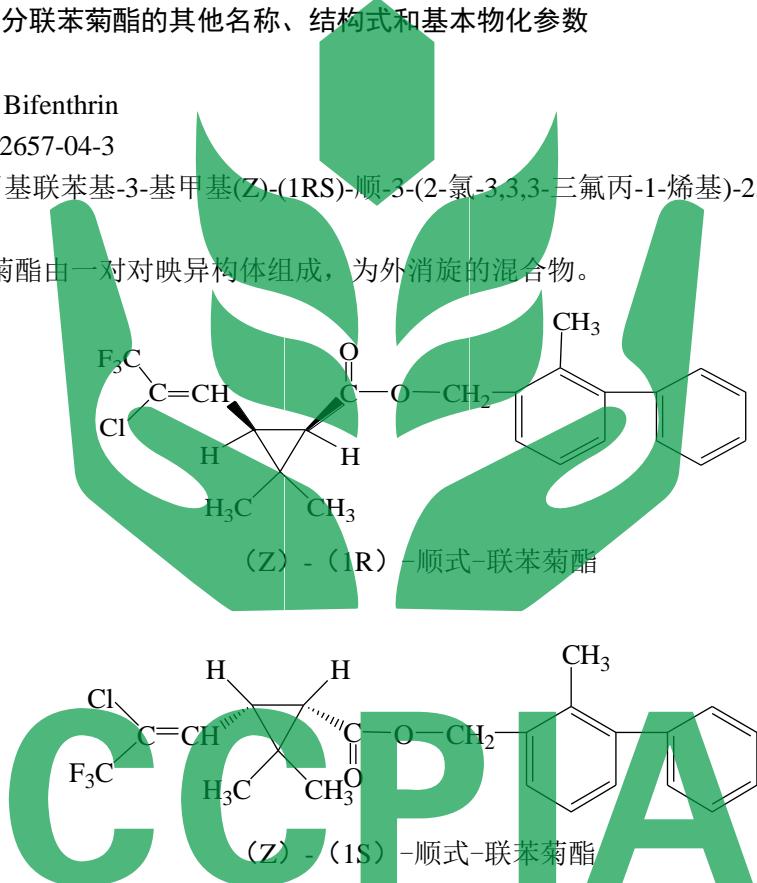
A.1 本产品有效成分联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Bifenthrin

CAS登记号: 82657-04-3

化学名称: 2-甲基联苯基-3-基甲基(*Z*)-(1*RS*)-顺-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙-1-烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式: 联苯菊酯由一对对映异构体组成, 为外消旋的混合物。



实验式: $C_{23}H_{22}ClF_3O_2$

相对分子量: 422.9

生物活性: 杀虫

熔点: 68 °C~70.6 °C

蒸气压 (20 °C): 2.4×10^{-5} Pa

溶解度 (g/L, 20 °C): 水 1×10^{-4} 、丙酮 1250、庚烷 89, 溶于三氯甲烷、二氯甲烷、乙醚、甲苯, 微溶于甲醇;

稳定性: 在25 °C可稳定1年以上; 在pH 5~9, 21 °C条件下, 可稳定21 d; 在自然光照射下, $DT_{50}=255$ d; 土壤中 $DT_{50}=65$ d~125 d。