

团 体 标 准

T/CCPIA 075—2021

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威 悬浮剂

Emamectin benzoate and indoxacarb suspension concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 实施

中国农药工业协会 发 布

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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：海利尔药业集团股份有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、江苏艾津农化有限责任公司、湖南化工研究院。

本文件主要起草人：张萍、葛家成、李士翠、戎谔、何昭君、黄燕羽。



CCPIA

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂

1 范围

本文件规定了甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂产品的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

注：甲氨基阿维菌素苯甲酸盐和茚虫威的其他名称、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 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 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 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 技术要求

4.1 外观

应为可流动、易测量体积的悬浮液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂还应符合表 1 要求。

表 1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
		9%规格	16%规格
茚虫威质量分数，%		7.5 ^{+0.7} _{-0.7}	12.0 ^{+0.7} _{-0.7}
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐（B _{1a} +B _{1b} ）质量分数，%		1.5 ^{+0.2} _{-0.2}	4.0 ^{+0.4} _{-0.4}
甲氨基阿维菌素（B _{1a} + B _{1b} ）质量分数，%		1.3 ^{+0.2} _{-0.2}	3.5 ^{+0.4} _{-0.4}
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B _{1a} 与 B _{1b} 的比值		≥20.0	
苯甲酸质量分数，%		≥0.15	≥0.43
茚虫威异构体比例[（S）/（R）]		≥3.0	
悬浮率，%	茚虫威	≥90	
	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	≥90	
pH 值		5.0～8.0	
湿筛试验（通过 75μm 试验筛），%		≥98	
倾倒性	倾倒后残余物，%	≤5.0	
	洗涤后残余物，%	≤0.5	
持久起泡性（1 min 后泡沫量），mL		≤60	
低温稳定性 ^a		冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。	
热储稳定性 ^a		热储后，茚虫威、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，悬浮率、pH 值、湿筛试验、倾倒性仍应符合本文件要求。	
^a 正常生产时，低温稳定性、热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。			

5 试验方法

警示：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，并保证符合国家有关法规的规定。

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。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.2 进行，用随机数表法确定取样的包装件，最终取样量应不少于 800 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 甲氨基阿维菌素鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某两色谱峰的保留时间与标样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.3.2 茚虫威鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与茚虫威混合体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茚虫威混合体色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.3.3 苯甲酸鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯甲酸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苯甲酸色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 茚虫威质量分数的测定

5.5.1 茚虫威混合体质量分数的测定

5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 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体进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.1.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 茚虫威标样：已知混合体（茚虫威+R-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μ m 填充物（或同等效果的色谱柱）。

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

5.5.1.3.4 定量进样管：5 μ L。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相：体积比 $\psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 75 : 25$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.1.4.2 流量：1.0 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.5.1.4.4 检测波长：280 nm。

5.5.1.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.1.4.6 保留时间：茚虫威混合物约 7.0 min。

5.5.1.4.7 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 9% 甲维·茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

说明：

1——茚虫威混合物。

图 1 9% 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.0001 g）茚虫威混合物标样于 50 mL 容量瓶中，加入适量乙腈，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。再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。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含茚虫威混合物约 0.01 g（精确至 0.0001 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加入 2 mL 水分散后再加入适量乙腈，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀，过滤。

5.5.1.5.3 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，直至相邻两针茚虫威混合体峰面积相对变化小于 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。

5.5.1.6 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的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按式（1）计算：

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

式中：

- ω_1 ——试样中茚虫威混合体质量分数，以百分数（%）表示；
- A_2 ——试样溶液中茚虫威混合体峰面积的平均值；
- m_1 ——茚虫威混合体标样的质量，单位为克（g）；
- ω ——标样中茚虫威混合体质量分数，以百分数（%）表示；
- A_1 ——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，单位为克（g）；
- n ——茚虫威混合体标样溶液的稀释倍数， $n=10$ 。

5.5.1.7 允许差

茚虫威混合体质量分数两次平行测定结果之差，9%规格和 16%规格均应不大于 0.2%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 茚虫威质量分数和茚虫威异构体比例的测定

5.5.2.1 方法提要

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

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 正己烷：色谱级。

5.5.2.2.2 异丙醇：色谱级。

5.5.2.2.3 茚虫威标样：已知混合体（茚虫威+R-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器。

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

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.2.3.4 定量进样管：5 μL。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相：体积比 ψ (正己烷：异丙醇) = 75 : 25，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.2.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.2.4.3 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.5.2.4.4 检测波长：310 nm。

5.5.2.4.5 进样体积：5 μ L。

5.5.2.4.6 保留时间：*(R)*-茚虫威约 8.6 min，茚虫威约 11.8 min。

5.5.2.4.7 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲维·茚虫威悬浮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 9%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂的手性分离高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g (精确至 0.000 01 g) 茚虫威标样于 50 mL 容量瓶中，加入适量流动相，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.02 g (精确至 0.000 01 g) 茚虫威的试样于 50 mL 容量瓶中，加入适量流动相，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

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

5.5.2.6 计算

试样中茚虫威比例 K_1 、茚虫威质量分数 ω_2 和茚虫威异构体比例 K_2 分别按式(2)、式(3)和式(4)计算：

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

$$\omega_2 = \omega_1 \times K_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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

式中：

K_1 ——茚虫威比例的平均值；

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；

ω_2 ——试样中茚虫威质量分数，以百分数(%)表示；

ω_1 ——试样中茚虫威混合体质量分数，以百分数(%)表示；

K_2 ——异构体比例[(*S*) : (*R*)]的平均值。

5.5.2.7 允许差

茚虫威质量分数两次平行测定结果之差，9%规格和16%规格均应不大于0.2%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(甲氨基阿维菌素)和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 比值的测定

5.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇、乙腈混合溶液+氨水溶液为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的甲氨基阿维菌素(甲氨基阿维菌素苯甲酸盐)进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1.1 甲醇：色谱级。

5.6.2.1.2 乙腈：色谱级。

5.6.2.1.3 浓氨水(NH₃·H₂O)： $\omega(\text{NH}_3) = 25\% \sim 30\%$

5.6.2.1.4 甲醇、乙腈混合溶液： $\psi_{(\text{甲醇}:\text{乙腈})} = 1:3$ 。

5.6.2.1.5 氨水溶液： $\psi_{(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O})} = 1:300$ 。

5.6.2.1.6 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.1.7 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器。

5.6.3.1.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C18、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.6.3.1.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.3.1.4 定量进样管：10 μL 。

5.6.3.1.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1.1 流动相：体积比 ψ （甲醇、乙腈混合溶液：氨水溶液）=82：18，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.6.4.1.2 流速：1.4 mL/min。

5.6.4.1.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.1.4 检测波长：245 nm。

5.6.4.1.5 进样体积：10 μL 。

5.6.4.1.6 保留时间：甲氨基阿维菌素 B_{1b} 约 11.2 min、甲氨基阿维菌素 B_{1a} 约 14.7 min。

5.6.4.1.7 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图见图 3。

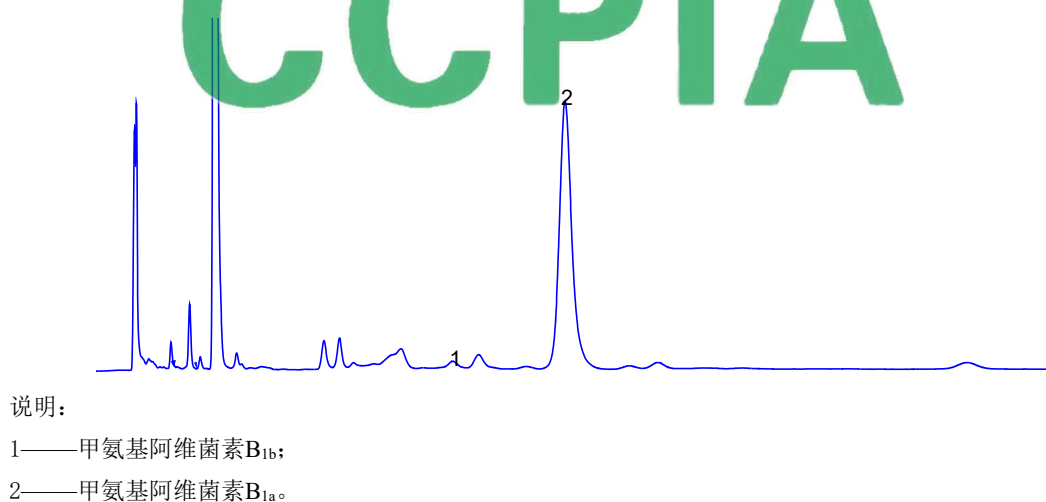


图 3 9%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样置于 50 mL 容量瓶中, 加入适量甲醇, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。再用移液管移取 5 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取含甲氨基阿维菌素苯甲酸盐约 0.005 g (精确至 0.000 1 g) 的试样于 50 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 水分散后再加入适量甲醇, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.6.5.3 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, 直至相邻两针甲氨基阿维菌素峰面积相对变化小于 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。

5.6.6 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甲氨基阿维菌素峰面积分别进行平均。试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数按公式 (5) 计算, 试样中甲氨基阿维菌素质量分数按公式 (6) 计算:

$$\omega_3 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_4}{A_3 \times m_4 \times n} \dots\dots\dots (5)$$

$$\omega_5 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_4}{A_3 \times m_4 \times n} \times \frac{886.1}{1008.3} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ω_3 ——试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_4 ——试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 峰面积和的平均值;

m_3 ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样的质量, 单位为克 (g);

ω_4 ——标样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数, 以百分数 (%) 表示;

A_3 ——标样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 峰面积和的平均值;

m_4 ——试样的质量, 单位为克 (g);

n ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样溶液的稀释倍数, $n=20$ 。

ω_5 ——试样中甲氨基阿维菌素的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

886.1——甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的相对分子质量;

1008.3——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 的相对分子质量。

试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值按式 (7) 计算:

$$\alpha(B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_{B_{1a}}}{A_{B_{1b}}} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ ——试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值;

$A_{B_{1a}}$ ——试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的峰面积;

$A_{B_{1b}}$ ——试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1b} 的峰面积;

5.6.7 允许差

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐（甲氨基阿维菌素）质量分数两次平行测定结果之差，9%规格应不大于0.08%、16%规格应不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 苯甲酸质量分数的测定

5.7.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以 Eclipse plus C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的苯甲酸进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.2.1.1 甲醇：色谱级。

5.7.2.1.2 冰乙酸。

5.7.2.1.3 冰乙酸溶液： $\psi_{\text{（冰乙酸：水）}}=1:1000$

5.7.2.1.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.7.2.1.5 苯甲酸标样：已知苯甲酸质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.7.3 仪器

5.7.3.1.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器。

5.7.3.1.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse plus C₁₈、5 μ m 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.7.3.1.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

5.7.3.1.4 定量进样管：5 μ L。

5.7.3.1.5 超声波清洗器。

5.7.4 高效液相色谱操作条件

5.7.4.1.1 流动相：体积比 $\psi_{\text{（甲醇：冰乙酸溶液）}}=50:50$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.7.4.1.2 流速：1.0 mL/min。

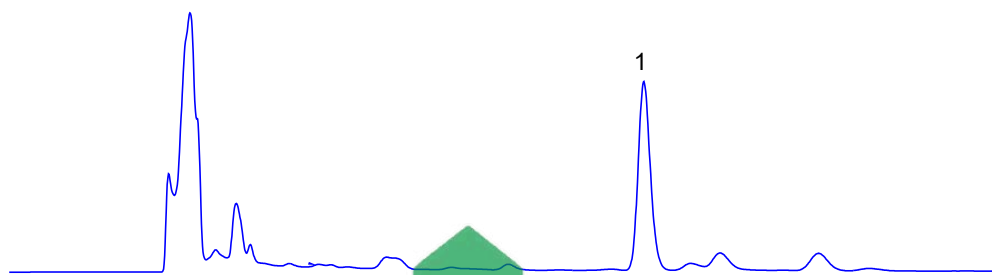
5.7.4.1.3 柱温：30 $^{\circ}$ C $\pm$ 2 $^{\circ}$ C。

5.7.4.1.4 检测波长：245 nm。

5.7.4.1.5 进样体积：5 μ L。

5.7.4.1.6 保留时间：苯甲酸约 7.7 min。

5.7.4.1.7 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图见图 4。



说明：

1——苯甲酸。

图4 9%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂高效液相色谱图

5.7.5 测定步骤

5.7.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.0001 g）苯甲酸标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.7.5.2 试样溶液的制备

称取含苯甲酸 0.005 g（精确至 0.0001 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加 5 mL 水使样品分散均匀，再用甲醇超声溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.7.5.3 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，直至相邻两针苯甲酸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。

5.7.6 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苯甲酸峰面积分别进行平均。试样中苯甲酸质量分数按公式（8）计算：

$$\omega_6 = \frac{A_6 \times m_5 \times \omega_7}{A_5 \times m_6 \times n} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ω_6 ——试样中苯甲酸质量分数，以百分数（%）表示；

A_6 ——试样溶液中苯甲酸峰面积的平均值；

m_5 ——苯甲酸标样的质量，单位为克（g）；

ω_7 ——标样中苯甲酸质量分数，以百分数（%）表示；

A_5 ——标样溶液中苯甲酸峰面积的平均值；

m_6 ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——苯甲酸标样溶液的稀释倍数， $n=10$ 。

5.7.7 允许差

苯甲酸质量分数两次平行测定结果之差，9%规格和 16%规格均应不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

5.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.10 悬浮率的测定

5.10.1 茚虫威悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行，9%规格称取 1.0 g 试样，12%规格称取 1.0 g 试样，均精确至 0.000 1 g。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中。用 60 mL 乙腈分三次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min 使有效成分溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.4.1 测定茚虫威混合体质量，计算其悬浮率。

5.10.2 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行，9%规格称取 1.0 g 试样，12%规格称取 1.0 g 试样，均精确至 0.000 1 g。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 50 mL 容量瓶中。用 30 mL 甲醇分三次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min 使有效成分溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量，计算其悬浮率。

5.10.3 计算

悬浮率按式（9）计算：

$$\omega_8 = \frac{m_8 \times \omega_1 - (A_8 \times m_7 \times \omega) \div A_7}{m_8 \times \omega_1 \times n} \times 111.11 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ω_8 ——悬浮率，以百分数（%）表示；

m_8 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_8 ——试样溶液中，茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素）峰面积和的平均值；

m_7 ——茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中多茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_7 ——标样溶液中，茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素）峰面积和的平均值。

n ——茚虫威混合体（甲氨基阿维菌素苯甲酸盐）标样溶液的稀释倍数，当计算茚虫威混合体的悬浮率时， $n=5$ ，当计算甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的悬浮率时， $n=20$ 。

5.11 倾倒性试验的测定

按GB/T 31737进行。

5.12 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137进行。

5.13 低温稳定性试验

按GB/T 191367—2003中2.2进行。

5.14 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2003中2.1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章技术指标中除热储稳定性和低温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

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标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的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下,甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威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。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂包装采用铝箔袋或阻隔瓶包装，每瓶（袋）净含量 30 mL、100 mL、200 mL、600 mL，外包装为瓦楞纸箱；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。

8.2 储运

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐·茚虫威悬浮剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥的仓库中。



附录 A (资料性附录)

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐和茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐

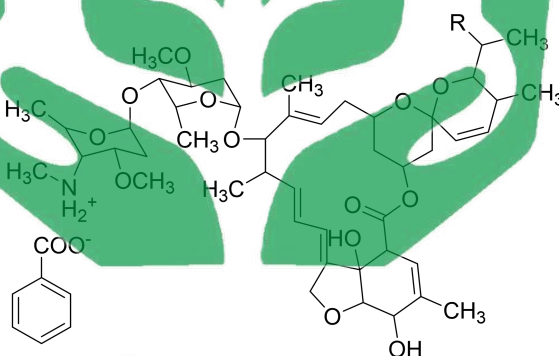
ISO通用名称：Emamectin benzoate

CAS登录号：[155569-91-8]

CIPAC数字代码：829

化学名称：(4''*R*)-4''-脱氧-4''-甲氨基阿维菌素B₁苯甲酸盐

结构式：



分子式：R=CH₂CH₃ 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1a} C₅₆H₈₁NO₁₅；R=CH₃ 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1b} C₅₅H₇₉NO₁₅

相对分子质量：1008.3 (B_{1a})；994.2 (B_{1b})

生物活性：杀虫、杀螨

熔点：141 °C~146 °C

蒸气压 (21°C)：4×10⁻³ mPa

溶解度：溶于丙酮和甲醇，微溶于水，不溶于己烷

稳定性：在通常的储存条件下稳定，对紫外光不稳定

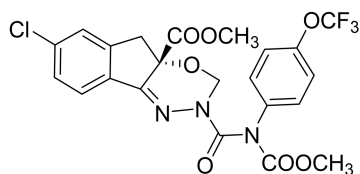
(2) 茚虫威

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：



分子式：C₂₂H₁₇ClF₃N₃O₇

相对分子质量：527.8

生物活性：杀虫

熔点：87.1 °C~141 °C

蒸气压（25 °C）：1.9×10⁻⁷ mPa

溶解度（g/L，20 °C~25 °C）：水2.25×10⁻⁵，丙酮>250，乙腈139，二氯甲烷>250，DMF>250，正己烷1.72，甲醇103，正辛醇145，邻二甲苯117

稳定性（25°C）：水解DT₅₀ 1y（pH5），22 d（pH7），0.3 h（pH9）

CCPIA