

团 体 标 准

T/CCPIA 080—2021

氯虫苯甲酰胺悬浮剂

Chlorantraniliprole 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：青岛奥迪斯生物科技有限公司、连云港立本作物科技有限公司、山东绿霸化工股份有限公司、山东亿盛实业股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：高杰、毕超、葛家成、李士翠、戴占勇、韩增瑞、高冬雪。



CCPIA

氯虫苯甲酰胺悬浮剂

1 范围

本文件规定了氯虫苯甲酰胺悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于氯虫苯甲酰胺悬浮剂产品生产的质量控制，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：氯虫苯甲酰胺、3-甲基吡啶和甲基磺酸的其他名称、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 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

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

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

氯虫苯甲酰胺悬浮剂还应符合表1的要求。

表1 氯虫苯甲酰胺悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标	
	30%规格	200 g/L规格
氯虫苯甲酰胺质量分数 ^a /%	30.0 ^{+1.5} _{-1.5}	18.5 ^{+1.1} _{-1.1}
或氯虫苯甲酰胺质量浓度/g/L(20℃)	/	200 ⁺¹² ₋₁₂
3-甲基吡啶质量分数 ^a /%	≤0.09	≤0.06
甲基磺酸质量分数 ^a /%	≤0.06	≤0.04
pH值	4.0~7.0	
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 μm试验筛)/%	≥98	
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL	≤40	
低温稳定性 ^b	冷储后, 悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。	
热储稳定性 ^b	热储后, 氯虫苯甲酰胺质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%, 3-甲基吡啶质量分数、甲基磺酸质量分数、悬浮率、pH值、湿筛试验、倾倒性仍应符合本文件要求。	
^a 当质量发生争议时, 以氯虫苯甲酰胺质量分数为仲裁依据; ^b 正常生产时, 3-甲基吡啶质量分数、甲基磺酸质量分数、低温稳定性和热储稳定性试验每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5.3.2方法进行。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 氯虫苯甲酰胺鉴别的高效液相色谱法

本鉴别试验可与氯虫苯甲酰胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中氯虫苯甲酰胺的色谱峰的保留时间, 其相对差应在1.5%以内。

5.3.2 3-甲基吡啶鉴别的高效液相色谱法

本鉴别试验可与3-甲基吡啶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3-甲基吡啶的色谱峰的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

5.3.3 甲基磺酸鉴别的离子色谱法

本鉴别试验可与甲基磺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甲基磺酸的色谱峰的保留时间，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 氯虫苯甲酰胺质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用水分散、乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的氯虫苯甲酰胺进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸溶液：体积比 ψ (磷酸:水) = 1:1000。

5.5.2.5 氯虫苯甲酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比 ψ (乙腈:磷酸溶液) = 45:55。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

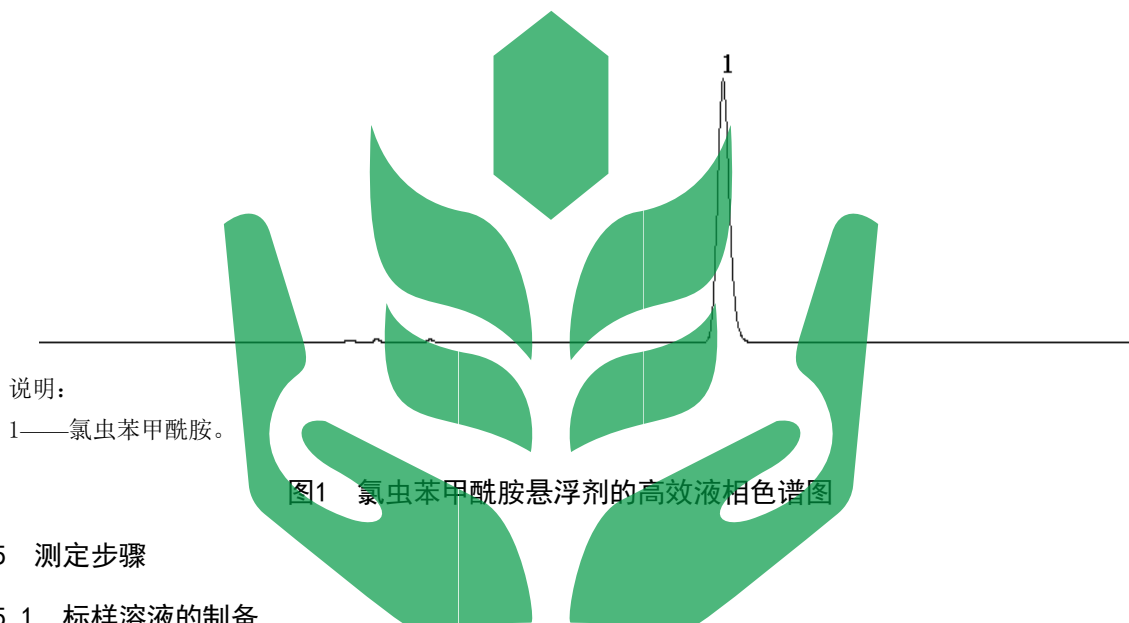
5.5.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2$ $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：220 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：氯虫苯甲酰胺约 12.6 min。

5.5.4.7 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。典型的氯虫苯甲酰胺悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g（精确至0.000 01 g）氯虫苯甲酰胺标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL乙腈，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 01 g）氯虫苯甲酰胺的试样，置于100 mL容量瓶中，先加入5 mL水使试样分散，再加入80 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.5.3 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，直至相邻两针氯虫苯甲酰胺峰面积相对变化小于1.2%时，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氯虫苯甲酰胺峰面积分别进行平均。试样中氯虫苯甲酰胺的质量分数按式（1）计算，质量浓度按式（2）计算：

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

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

式中：

ω_1 ——试样中氯虫苯甲酰胺的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中氯虫苯甲酰胺峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中氯虫苯甲酰胺的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中氯虫苯甲酰胺峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

ρ_1 ——试样中氯虫苯甲酰胺质量浓度，单位为克每升（g/L）；

ρ ——试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016中3.3或3.4进行测定）。

5.5.7 允许差

氯虫苯甲酰胺质量分数两次平行测定结果之差，30.0%规格应不大于0.4%，18.5%规格应不大于0.3%；氯虫苯甲酰胺质量浓度两次平行测定结果之差200 g/L规格应不大于4 g/L，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 3-甲基吡啶质量分数的测定

5.6.1 方法提要

试样用水分散、乙腈溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长262 nm下对试样中的3-甲基吡啶进行高效液相色谱分离，外标法定量。本方法的定量限为20.96 mg/kg。

5.6.1 试剂和溶液

5.6.1.1 乙腈：色谱级。

5.6.1.2 三水合磷酸二氢钾。

5.6.1.3 磷酸。

5.6.1.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.1.5 缓冲溶液：称取3.4 g（精确至0.01 g）三水合磷酸氢二钾，溶于1000 mL水中，用磷酸调pH至7.5，混合均匀。

5.6.1.6 3-甲基吡啶标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.6.2.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.6.2.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

5.6.2.4 定量进样管：5 μL 。

5.6.2.5 超声波清洗器。

5.6.3 高效液相色谱操作条件

5.6.3.1 流动相 A: 乙腈。

5.6.3.2 流动相 B: 缓冲溶液。

5.6.3.3 梯度洗脱条件见表 2。

表2 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	8	92
16.0	8	92
16.1	80	20
19.0	80	20
19.1	8	92
25.0	8	92

5.6.3.4 流速: 2.0 mL/min。

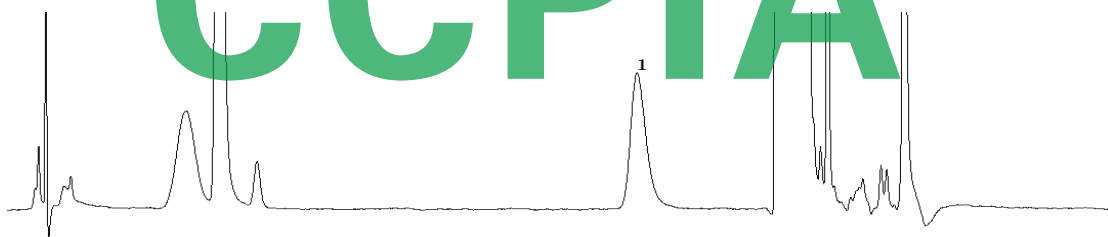
5.6.3.5 柱温: 30 °C ± 2 °C。

5.6.3.6 检测波长: 262 nm。

5.6.3.7 进样体积: 5 μL。

5.6.3.8 保留时间: 3-甲基吡啶约 14.9 min。

5.6.3.9 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。典型的氯虫苯甲酰胺悬浮剂中 3-甲基吡啶高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——3-甲基吡啶。

图2 氯虫苯甲酰胺悬浮剂中 3-甲基吡啶的高效液相色谱图

5.6.4 测定步骤

5.6.4.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 3-甲基吡啶标样, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 80 mL 乙腈, 超声波振荡 5 min 使之溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液, 置于 50 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

5.6.4.2 试样溶液的制备

称取8.0 g(精确至0.000 1 g)试样,置于50 mL容量瓶中,先加入5 mL水使试样分散,再加入30 mL乙腈,超声波振荡20 min,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.6.4.3 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3-甲基吡啶峰面积相对变化小于1.2%时,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。

5.6.5 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3-甲基吡啶峰面积分别进行平均。试样中3-甲基吡啶的质量分数按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_2}{A_3 \times m_4 \times n_1} \quad (3)$$

式中:

ω_3 ——试样中3-甲基吡啶的质量分数,以百分数(%)表示;

A_4 ——试样溶液中3-甲基吡啶峰面积的平均值;

m_3 ——标样的质量,单位为克(g);

ω_2 ——标样中3-甲基吡啶的质量分数,以百分数(%)表示;

A_3 ——标样溶液中3-甲基吡啶峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

n_1 ——标样的稀释倍数, $n_1=20$ 。

5.6.6 允许差

3-甲基吡啶质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 甲基磺酸质量分数的测定

5.7.1 方法提要

试样用水溶解,以氢氧化钾溶液为淋洗液,使用阴离子分析柱和电导检测器的离子色谱仪,对试样中的甲基磺酸进行分离,外标法定量。本方法的定量限为23.59 mg/kg。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.2.1 乙腈:色谱级。

5.7.2.2 氢氧化钾。

5.7.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.7.2.4 100 mmol/L 氢氧化钾溶液:称取 5.6 g(精确至 0.01 g)氢氧化钾,溶于 1000 mL 水中,混合均匀。

5.7.2.5 5 mmol/L 氢氧化钾溶液:称取 0.28 g(精确至 0.001 g)氢氧化钾,溶于 1000 mL 水中,加入 5 mL 乙腈,混合均匀。

5.7.2.6 甲基磺酸标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 离子色谱仪：具有电导检测器。

5.7.3.2 色谱柱：250 mm×4.0 mm (i. d.) Dionex IonPac AS23 阴离子分析柱（或具有同等效果的阴离子分析柱）。

5.7.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.22 μm。

5.7.3.4 超声波清洗器。

5.7.4 高效液相色谱操作条件

5.7.4.1 淋洗液 A：氢氧化钾溶液， $c_{\text{（氢氧化钾）}}=100 \text{ mmol/L}$ 。

5.7.4.2 淋洗液 B：氢氧化钾溶液， $c_{\text{（氢氧化钾）}}=5 \text{ mmol/L}$ 。

5.7.4.3 梯度洗脱条件见表 3。

表3 梯度洗脱条件

时间/min	淋洗液 A/%	淋洗液 B/%
0.0	0	100
11.0	0	100
11.1	75	25
13.0	75	25
13.1	0	100
40.0	0	100

5.7.4.4 流速：1.5 mL/min。

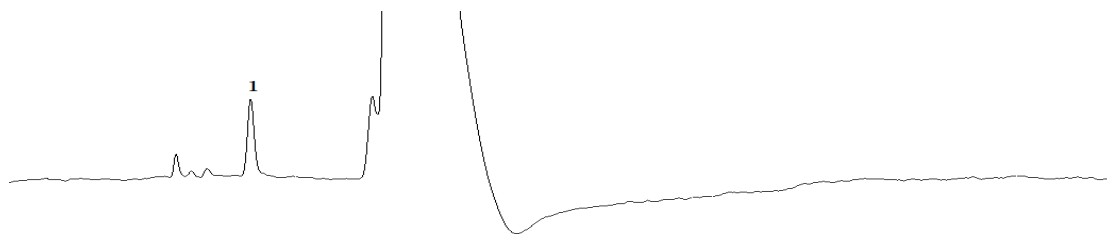
5.7.4.5 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.7.4.6 电导池温度：30 °C ± 2 °C。

5.7.4.7 进样体积：10 μL。

5.7.4.8 保留时间：甲基磺酸离子约 10.0 min。

5.7.4.9 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。典型的氯虫苯甲酰胺悬浮剂中甲基磺酸色谱图见图 3。



说明:

1——甲基磺酸。

图3 氯虫苯甲酰胺悬浮剂中甲基磺酸的阴离子色谱图

5.7.5 测定步骤

5.7.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g (精确至0.000 01 g) 甲基磺酸标样, 置于100 mL容量瓶中, 加入80 mL水, 超声波振荡10 min使之溶解, 冷却至室温, 用水定容至刻度, 摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液, 置于50 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.7.5.2 试样溶液的制备

称取1.5 g (精确至0.000 01 g) 试样, 置于50 mL容量瓶中, 加入40 mL水超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

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, 直至相邻两针甲基磺酸峰面积相对变化小于1.2%时, 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甲基磺酸峰面积分别进行平均。试样中甲基磺酸的质量分数按式(4)计算:

$$\omega_5 = \frac{A_6 \times m_5 \times \omega_4}{A_5 \times m_6 \times n_2} \dots \dots \dots (4)$$

式中:

ω_5 ——试样中甲基磺酸的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_6 ——试样溶液中甲基磺酸峰面积的平均值;

m_5 ——标样的质量, 单位为克(g);

ω_4 ——标样中甲基磺酸的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_5 ——标样溶液中甲基磺酸峰面积的平均值;

m_6 ——试样的质量, 单位为克(g)。

n_2 ——标样的稀释倍数, $n_2=100$ 。

5.7.7 允许差

甲基磺酸质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于10%, 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 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

5.11 悬浮率的测定

5.11.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中4.2进行。称取1 g（精确至0.000 1 g）试样。用60 mL乙腈分3次将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL容量瓶中，超声波振荡10 min，取出冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀，过滤。按5.5测定测定氯虫苯甲酰胺的质量。

5.11.2 计算

悬浮率按式（5）计算：

$$\omega_6 = \frac{m_8 \times \omega_1 - A_8 \times m_7 \times \omega \div A_7 \times \frac{10}{9} \times 100}{m_8 \times \omega_1} \dots \dots \dots (5)$$

式中：

ω_6 —悬浮率，以百分数（%）表示；

m_8 —试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 —试样中氯虫苯甲酰胺的质量分数，以百分数（%）表示；

A_8 —试样溶液中，氯虫苯甲酰胺峰面积的平均值；

m_7 —氯虫苯甲酰胺标样的质量，单位为克（g）；

ω —标样中氯虫苯甲酰胺的质量分数，以百分数（%）表示；

A_7 —标样溶液中，氯虫苯甲酰胺峰面积的平均值。

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 19137—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3-甲基吡啶质量分数、甲基磺酸质量分数、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，氯虫苯甲酰胺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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

氯虫苯甲酰胺悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

氯虫苯甲酰胺悬浮剂应采用聚酯瓶包装，每瓶100 g (mL)、250 g (mL)、500 g (mL)等，紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中，每箱净含量不超过15 kg；也可根据用户要求或订货协议，采取其他形式包装，但应符合 GB 3796 规定。

8.2 储运

氯虫苯甲酰胺悬浮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。



附录 A
(资料性)

氯虫苯甲酰胺、3-甲基吡啶、甲基磺酸的其他名称、结构式和基本物化参数

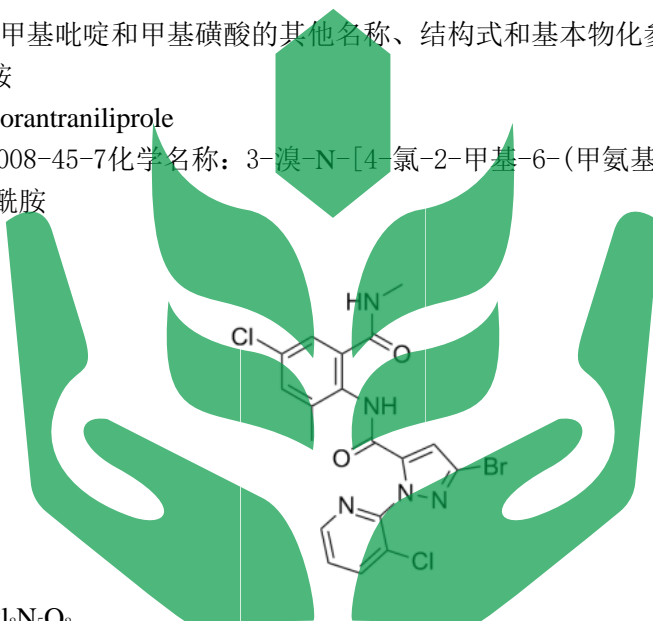
氯虫苯甲酰胺、3-甲基吡啶和甲基磺酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 氯虫苯甲酰胺

ISO通用名称：Chlorantraniliprole

CAS登录号：500008-45-7 化学名称：3-溴-N-[4-氯-2-甲基-6-(甲氨基甲酰基)苯]-1-(3-氯吡啶-2-基)-1H-吡唑-5-甲酰胺

结构式：



分子式： $C_{18}H_{14}BrCl_2N_5O_2$

相对分子质量：483.2

生物活性：杀虫

熔点(°C)：208~210

蒸气压： 6.3×10^{-9} mPa (20 °C)； 2.11×10^{-8} mPa (25 °C)

密度(20 °C~25 °C)：1.5189 g/cm³

溶解度(20 °C~25 °C, g/L)：水中1.0 mg/L (pH 4~9)；丙酮3.4，乙腈0.71，乙酸乙酯1.14，二氯甲烷2.48，N,N-二甲基甲酰胺124，甲醇1.71，己烷<0.001，辛醇0.386

稳定性：在水中 DT₅₀ 10 d (pH 9, 25 °C)

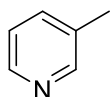
(2) 3-甲基吡啶

ISO通用名称：3-Picoline

CAS登录号：108-99-6

化学名称：3-甲基吡啶

结构式：



分子式： C_6H_7N

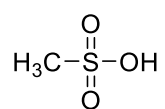
相对分子质量：93.13

(3) 甲基磺酸

ISO通用名称：Methanesulfonic acid

CAS登录号：75-75-2 化学名称：甲基磺酸

结构式：



分子式：CH₄O₃S

相对分子质量：96.11



CCPIA