

# 团 体 标 准

T/CCPIA 226—2023

## 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂

Flonicamid + bifenthrin suspension concentrate

2023-05-16 发布

2023-05-16 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：山东奥坤作物科学股份有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、中国农业科学院植物保护研究所。

本文件主要起草人：曹冲、黄啟良、翟慎吉、吕晓玲、胡立圆、曹立冬、张桂婷、李凤敏、赵鹏跃。



# 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂

## 1 范围

本标准规定了氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂的技术要求、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。

本标准适用于氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂产品的质量控制。

注：氟啶虫酰胺、联苯菊酯的其他名称、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—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

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒地测定方法

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

本品外观应是可流动、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

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂应符合表1要求。

表1 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂控制项目指标

| 项 目           | 指 标                                  |  |
|---------------|--------------------------------------|--|
|               | 30%                                  | 408 g/L                                |
| 氟啶虫酰胺质量分数 a/% | 15.0 <sup>+0.9</sup> <sub>-0.9</sub> | 25.7 <sup>+1.28</sup> <sub>-1.28</sub> |
| 联苯菊酯质量分数 a/%  | 15.0 <sup>+0.9</sup> <sub>-0.9</sub> | 9.3 <sup>+0.93</sup> <sub>-0.93</sub>  |

| 项 目  |          | 指 标   |                       |
|--|----------|---|-----------------------|
|  |          | 30%   | 408 g/L               |
| 氟啶虫酰胺质量浓度 (20 °C) / (g/L)  |          | $175^{+10.5}_{-10.5}$   | $300^{+15}_{-15}$     |
| 联苯菊酯质量浓度 (20 °C) / (g/L)   |          | $175^{+10.5}_{-10.5}$   | $108^{+10.8}_{-10.8}$ |
| pH   |          | 4.0~7.0   |                       |
| 氟啶虫酰胺悬浮率/%   |          | ≥80   |                       |
| 联苯菊酯悬浮率/%  |          | ≥80   |                       |
| 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  |          | ≤60   |                       |
| 低温稳定性 <sup>b</sup>   |          | 冷储后, 悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。   |                       |
| 热储稳定性 <sup>b</sup>   |          | 热储后, 氟啶虫酰胺、联苯菊酯的质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%; pH、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。 |                       |
| <sup>a</sup> 当质量发生争议时, 以氟啶虫酰胺、联苯菊酯质量分数为仲裁依据。<br><sup>b</sup> 正常生产时, 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 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 规定执行。用随机数表法确定抽样的包装件, 最终取样量一般应不少于 1000 mL。

### 5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与氟啶虫酰胺 (联苯菊酯) 质量分数的测定同时进行, 在相同的液谱操作条件下, 试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氟啶虫酰胺 (联苯菊酯) 色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

### 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 氟啶虫酰胺 (联苯菊酯) 质量分数和质量浓度的测定

#### 5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+水(水用磷酸调pH=2.6~3.0)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244 nm下对试样中的氟啶虫酰胺(联苯菊酯)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 甲醇:色谱级。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.5 氟啶虫酰胺标样:已知氟啶虫酰胺质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 联苯菊酯标样:已知联苯菊酯质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 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 (内径)不锈钢,内装 $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$ 填充物(或具等效效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

### 5.5.4 液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相 A:乙腈。

5.5.4.2 流动相 B:0.05%磷酸水。

5.5.4.3 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      | 30      | 70      |
| 7.0    | 30      | 70      |
| 7.1    | 95      | 5       |
| 15.0   | 95      | 5       |
| 15.1   | 30      | 70      |
| 20     | 30      | 70      |

5.5.4.4 流量:1.0 mL/min。

5.5.4.5 检测波长:244 nm。

5.5.4.6 柱温:室温(温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ )。

5.5.4.7 进样体积:5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.8 保留时间:氟啶虫酰胺约5.9 min,联苯菊酯约14.1 min。

5.5.4.9 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数，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。典型的氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂高效液相色谱图见图1。



图1 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂高效液相色谱图

## 5.5.5 测定步骤

### 5.5.5.1 标样溶液的制备

#### 5.5.5.1.1 测定30%氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂质量分数时标样溶液的制备

称取0.05 g(精确至0.000 1 g) 氟啶虫酰胺标样、0.05 g(精确至0.000 1 g) 联苯菊酯标样，置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

#### 5.5.5.1.2 测定408 g/L 氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂质量分数时标样溶液的制备

称取0.08 g(精确至0.000 1 g) 氟啶虫酰胺标样、0.03 g(精确至0.000 1 g) 联苯菊酯标样，置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取约0.33 g(精确至0.000 1 g)的试样，置于50 mL容量瓶中，先加入2 mL水使试样分散，再加入40 mL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。

### 5.5.5.3 测定

在上述液谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氟啶虫酰胺(联苯菊酯)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。

## 5.5.6 计算 质量浓度计算公式

将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中的氟啶虫酰胺(联苯菊酯)峰面积分别进行平均，试样中氟啶虫酰胺(联苯菊酯)的质量分数按式(1)计算，质量浓度按公式(2)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_2}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_2 \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\omega_1$ ——试样中氟啶虫酰胺(联苯菊酯)质量分数，以百分数(%)表示；

- $A_2$ ——试样溶液中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）峰面积平均值；  
 $m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；  
 $\omega_2$ ——标样中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）的质量分数，以百分数（%）表示；  
 $A_1$ ——标样溶液中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）峰面积平均值；  
 $m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；  
 $\rho_1$ ——20℃时试样中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）质量浓度，单位为克每升（g/L）  
 $\rho$ ——20℃时试样密度的数值，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

两次平行测定结果之相对偏差，氟啶虫酰胺应不大于 0.6%，联苯菊酯不大于 1.0%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

### 5.7 悬浮率试验

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 规定执行。称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样。用长吸管吸取余下的 1/10（即 25 mL）悬浮液，用 20 mL 甲醇分三次洗涤量筒，洗液一并转移至 50 mL 容量瓶中，超声波振荡 10 min 使其溶解，取出冷却至室温，用甲醇稀释定容至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜过滤，然后按 5.5 测定氟啶虫酰胺（联苯菊酯）的质量，计算其悬浮率。

#### 5.7.1 计算

试样的悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega_{b1}) \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

- $\omega_3$ ——悬浮率，以百分数（%）表示；  
 $m_4$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $\omega_1$ ——试样中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）的质量分数，以百分数（%）表示；  
 $A_4$ ——试样溶液中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）峰面积平均值；  
 $m_3$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $\omega_2$ ——标样中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）的质量分数，以百分数（%）表示；  
 $A_3$ ——标样溶液中氟啶虫酰胺（联苯菊酯）峰面积平均值。

### 5.8 倾倒性试验

按 GB/T 31737 规定执行。

### 5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 规定执行。

### 5.10 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

### 5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 规定执行。

### 5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 规定执行。热储前后试样的质量变化率应不大于 1%。

## 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 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。  
出厂检验和型式检验中任一项目不符合第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 的规定。

### 7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下，氟啶虫酰胺·联苯菊酯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

氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的有关规定；氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂用洁净、干燥的高阻隔瓶包装，每瓶净含量为 100 mL (g)、200 mL (g)、500 mL (g) 等，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量不超过 10 kg。根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

### 8.2 储运

氟啶虫酰胺·联苯菊酯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。

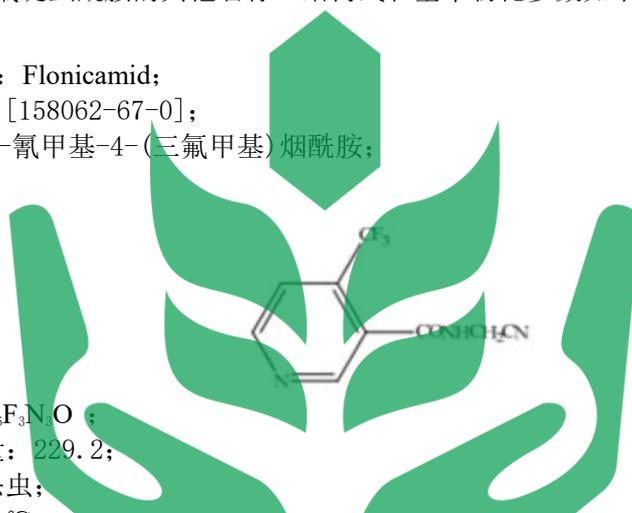
## 附录 A

(资料性)

## 氟啶虫酰胺、联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分氟啶虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

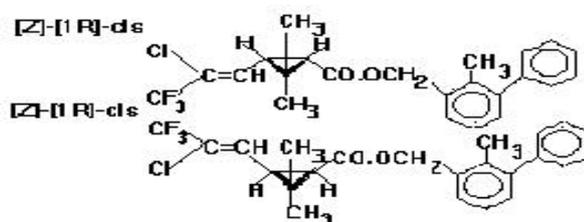
- ISO通用名称：Flonicamid；
- CAS登录号：[158062-67-0]；
- 化学名称：N-氰甲基-4-(三氟甲基)烟酰胺；
- 结构式：



- 分子式：C<sub>9</sub>H<sub>6</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O；
- 相对分子质量：229.2；
- 生物活性：杀虫；
- 熔点：157.5℃；
- 溶解度（20℃）：水中 5.2 g/L、乙烷 0.000 2 g/L、正辛醇 3.0 g/L、甲醇 110.6 g/L、甲苯 0.55 g/L、异丙醇 15.7 g/L、二氯甲烷 4.5 g/L、丙酮 186.7 g/L、乙酸乙酯 33.9 g/L、乙腈 146.1 g/L；
- 稳定性：对光、热、水解稳定。

A.2 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如下：

- ISO通用名称：Bifenthrin；
- CAS登录号：[82657-04-3]；
- 化学名称：2-甲基联苯基-3-基甲基(Z)-(1R,3R;1S,3S)-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：



- 分子式：C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>ClF<sub>3</sub>O<sub>2</sub>；
- 相对分子质量：422.9；
- 生物活性：杀虫；
- 熔点：57~64.6℃；
- 沸点：320~350℃；
- 溶解度：水中 <1 μg/L (20℃)，溶于丙酮、氯仿、二氯甲烷、乙醚和甲苯，微溶于庚烷和甲醇；

——稳定性：常温下稳定 2 年。



中华人民共和国  
团体标准  
氟啶虫酰胺·联苯菊酯悬浮剂  
T/CCPIA 226—2023

\*

中国农药工业协会  
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)  
(邮政编码: 100125 网址: [www.ccpia.org.cn](http://www.ccpia.org.cn))

\*

2023年5月第1版 2023年5月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换  
联系电话: (010) 84885183