

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2024

溴氰虫酰胺原药

Cyantraniliprole technical material

(征求意见稿)

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 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：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

CCPIA 团体标准征求意见稿

溴氰虫酰胺原药

1 范围

本文件规定了溴氰虫酰胺原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了溴氰虫酰胺原药的试验方法。

本文件适用于溴氰虫酰胺原药产品的质量控制。

注：溴氰虫酰胺的其他名称、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 1600—2021 农药水分测定方法

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 43179—2023 农药N，N-二甲基甲酰胺不溶物测定方法

NY/T 4119—2022 农药产品中有效成分含量测定通用分析方法高效液相色谱法

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

白色或类白色粉末。

4.2 技术指标

溴氰虫酰胺原药应符合表1的要求。

表1 溴氰虫酰胺原药技术指标

项 目	指 标
溴氰虫酰胺质量分数/%	≥94.0

表1 溴氰虫酰胺原药技术指标（续）

项 目	指 标
水分/%	≤1.0
<i>N, N</i> -二甲基甲酰胺不溶物/%	≤0.5
pH值	4.5~7.5

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5.3.1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100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

溴氰虫酰胺原药与溴氰虫酰胺标样在4000 cm^{-1} ~650 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应没有明显区别，溴氰虫酰胺标样红外光谱图见图1。

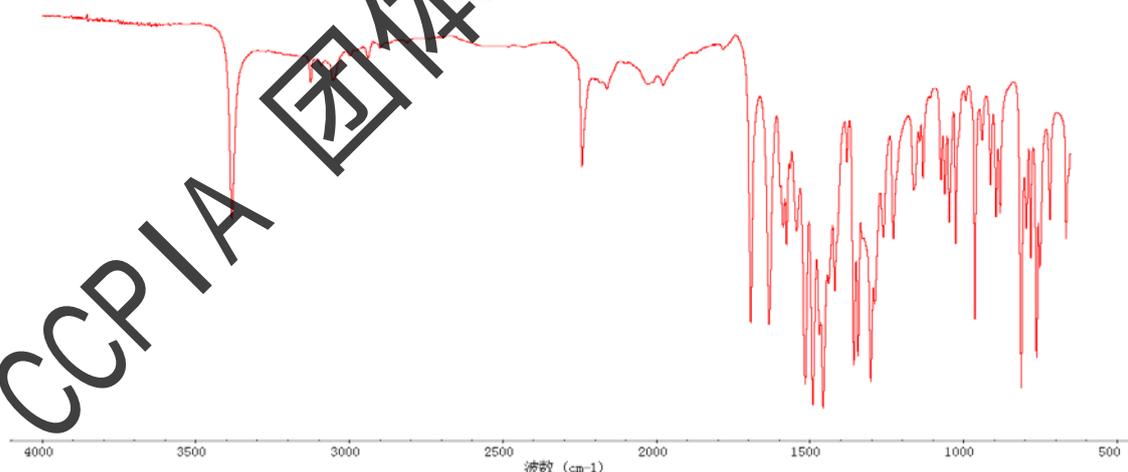


图1 溴氰虫酰胺标样红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与溴氰虫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溴氰虫酰胺色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 溴氰虫酰胺质量分数

5.5.1 方法提要

按 NY/T 4119—2022 中 5.411 进行，试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 260 nm 下对试样中的溴氰虫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 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 磷酸溶液： ψ (磷酸：水)=0.5 : 1 000

5.5.2.5 溴氰虫酰胺标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

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：150 mm×4.6 mm (内径) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μ m 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 μ m。

5.5.3.4 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： ψ (甲醇：磷酸溶液)=55 : 45。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

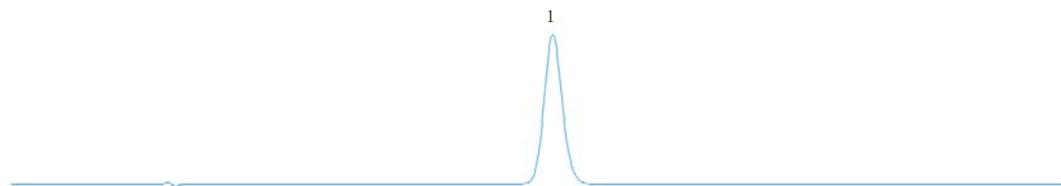
5.5.4.3 柱温：35 \pm 2 $^{\circ}$ C。

5.5.4.4 检测波长：260 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μ L。

5.5.4.6 保留时间：溴氰虫酰胺约 5.1 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 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。典型的溴氰虫酰胺原药的高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：

1——溴氰虫酰胺。

图2 溴氰虫酰胺原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.04 g（精确至0.000 01 g）溴氰虫酰胺标样，置于100 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

称取含0.04 g（精确至0.000 01 g）溴氰虫酰胺的试样，置于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 测定

在5.5.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针溴氰虫酰胺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。

5.5.6 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溴氰虫酰胺峰面积分别进行平均，试样中溴氰虫酰胺的质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——试样中溴氰虫酰胺的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中溴氰虫酰胺峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中溴氰虫酰胺的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中溴氰虫酰胺峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

溴氰虫酰胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 *N,N*-二甲基甲酰胺不溶物

按 GB/T 43179—2023 中6进行。

5.8 pH 值

按 GB/T 1601 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章中外观、溴氰虫酰胺质量分数、水分和pH值。

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，则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，溴氰虫酰胺原药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

溴氰虫酰胺原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；溴氰虫酰胺原药应采用清洁、干燥、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量 25 kg；也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

溴氰虫酰胺原药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 团体标准征求意见稿

附录 A

(资料性)

溴氰虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数

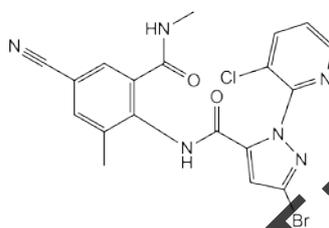
溴氰虫酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Cyantraniliprole；

——CAS登录号：736994-63-1；

——化学名称：3-溴-1-(3-氯-2-吡啶基)-N-[4-氰基-2-甲基-6-(甲基氨基甲酰基)苯基]-N-吡唑-5-甲酰胺；

——结构式：



——分子式：C₁₉H₁₄BrClN₆O₂；

——相对分子质量：473.7；

——生物活性：杀虫；

——熔点：224 °C；

——蒸气压（20 °C）：5.1×10⁻¹² mPa；

——溶解度（g/L，20 °C~25 °C）：水 1.4×10⁻²，正己烷 6.7×10⁻⁵、甲醇 4.73、乙腈 2.45、丙酮 6.54、二氯甲烷 5.05、乙酸乙酯 1.96；

——稳定性：水解 DT₅₀<1 d (pH 9)。

CCPIA 团体标准征求意见稿