

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2024

螺虫乙酯悬浮剂

Spirotetramat suspension concentrate

（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

螺虫乙酯悬浮剂

1 范围

本文件规定了螺虫乙酯悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了螺虫乙酯悬浮剂的试验方法。

本文件适用于螺虫乙酯悬浮剂产品的质量控制。

注：螺虫乙酯的其他名称、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—2023 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 农药倾倒性测定方法
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法
- 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

可流动，易测量体积的悬浮液体；存放过程中，可能出现沉淀，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

4.2 技术指标

螺虫乙酯悬浮剂应符合表1的要求。

表1 螺虫乙酯悬浮剂技术指标

项 目		指 标
螺虫乙酯质量分数/%		22.4 ^{+1.3} _{-1.3}
螺虫乙酯质量浓度 ^a （20℃）/（g/L）		240 ⁺¹⁴ ₋₁₄
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		≤60
低温稳定性		冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性		热储后，螺虫乙酯质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。
^a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时，按质量分数的结果判定产品是否合格。		

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1 000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与螺虫乙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螺虫乙酯色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 螺虫乙酯质量分数、质量浓度

5.5.1 方法提要

按 NY/T 4119—2022 中5.257进行，试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的螺虫乙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 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 螺虫乙酯标样：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：250 mm×4.6 mm（内径）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 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 （乙腈：水）=60：40。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

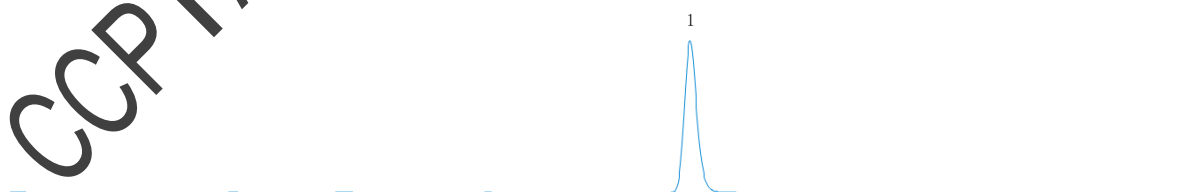
5.5.4.3 柱温：30 $^{\circ}C \pm 2$ $^{\circ}C$ 。

5.5.4.4 检测波长：240 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：螺虫乙酯约 5.9 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。典型的螺虫乙酯悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明：

1——螺虫乙酯。

图1 螺虫乙酯悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）螺虫乙酯试样，置于100 mL容量瓶中，加入40 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。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）螺虫乙酯的试样，置于100 mL容量瓶中，加入40 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，直至相邻两针螺虫乙酯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螺虫乙酯峰面积分别进行平均，试样中螺虫乙酯的质量分数按公式（1）计算，质量浓度按公式（2）计算：

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

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

式中：

w_1 ——试样中螺虫乙酯的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中螺虫乙酯的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃时试样中螺虫乙酯质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.3或3.4进行测定）；

10——换算系数。

5.5.7 允许差

螺虫乙酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH值

按 GB/T 1601 进行。

5.7 悬浮率

5.7.1 测定

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2023 中4.2进行，将量筒底部剩余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3次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，

超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定螺虫乙酯的质量，并计算悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_4 \times w_1 - A_4 \times m_3 \times w \div A_3}{m_4 \times w_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_2 ——悬浮率，%；

m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

w_1 ——试样中螺虫乙酯的质量分数，%；

A_4 ——试样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值；

m_3 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中螺虫乙酯的质量分数，%；

A_3 ——标样溶液中螺虫乙酯峰面积的平均值；

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

5.8 倾倒性

按 GB/T 31737 进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

5.10 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2008 中2.2进行。

5.12 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中4.4.1进行。热储时，样品应密封储存，热储前后试样的质量变化率应不大于1.0%。

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、螺虫乙酯质量分数、螺虫乙酯质量浓度、pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和持久起泡性。

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，螺虫乙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

螺虫乙酯悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；螺虫乙酯悬浮剂应采用聚酯瓶包装，每瓶100 g（mL）或250 g（mL），紧密排列于钙塑箱或纸板箱中，每箱净含量不超过5 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

螺虫乙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)

螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

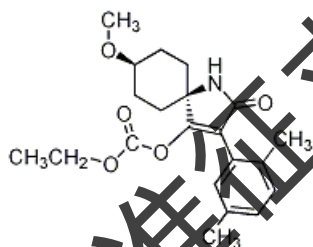
——ISO通用名称：Spirotetramat；

——CAS登录号：203313-25-1；

——CIPAC数字代码：795；

——化学名称：顺-4-(乙氧基羰基氧基)-8-甲氧基-3-(2,5-二甲苯基)-1-氮杂螺[4.5]癸-3-烯-2-酮；

——结构式：



——分子式：C₂₁H₂₇NO₅；

——相对分子质量：373.5；

——生物活性：杀虫；

——熔点：142 ℃；

——蒸气压：5.6×10⁻⁶ mPa (20 ℃)；1.5×10⁻⁵ mPa (25 ℃)；

——溶解度 (g/L, 20 ℃~25 ℃)：水 29.9 mg/L (pH 7)，正己烷 0.055、二氯甲烷>600、二甲基亚砜 200~300、甲苯 80、丙酮 100~120、乙酸乙酯 67、乙醇 44；

——稳定性：30 ℃时稳定≥1 y，水解 DT₅₀ 32.5 d (pH 4)、8.6 d (pH 7)、0.32 d (pH 9) (25 ℃)，生成相应的烯醇后稳定，不会继续水解