



中华人民共和国国家标准

GB 28141—2011

吡虫啉可溶液剂

Imidacloprid soluble concentrate

2011-12-30 发布

2012-04-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO 规格 582/SL(May 2006)《吡虫啉可溶液剂》。

本标准与 FAO 规格 582/SL(May 2006)《吡虫啉可溶液剂》的主要技术差异及原因如下:

——本标准控制水分和 pH 值范围两项指标,FAO 规格未控制这两项指标。本标准指标项目比 FAO 规格全面。

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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:深圳诺普信农化股份有限公司、江苏克胜集团股份有限公司、浙江海正化工股份有限公司、上海悦联化工有限公司、青岛海利尔药业有限公司、南京红太阳股份有限公司、江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、管艳坤、李欧燕、吴重言、王天胜、虞祥发、李学臣、刘奎涛、吉瑞香。

吡虫啉可溶液剂

1 范围

本标准规定了吡虫啉可溶液剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。
本标准适用于由吡虫啉原药和助剂溶解在适宜的水溶性有机溶剂中加工成的吡虫啉可溶液剂。
注：吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825 农药悬浮率测定方法
- GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的吡虫啉原药和必要的助剂制成，应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

吡虫啉可溶液剂应符合表 1 要求。

表 1 吡虫啉可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标		
	5%	10%	20%
吡虫啉质量分数/%	$5.0^{+0.5}_{-0.5}$	$10.0^{+1.0}_{-1.0}$	$20.0^{+1.2}_{-1.2}$
水分/% ≤	0.5		
pH 值范围	5.0~8.0		

表 1 (续)

项 目	指 标		
	5%	10%	20%
溶液稳定性	合格		
低温稳定性*	合格		
热贮稳定性*	合格		
* 正常生产时低温稳定性试验,热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。			

4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件;最终抽样量应不少于 200 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉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吡虫啉的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 吡虫啉质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+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 260 nm 下,对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

吡虫啉标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

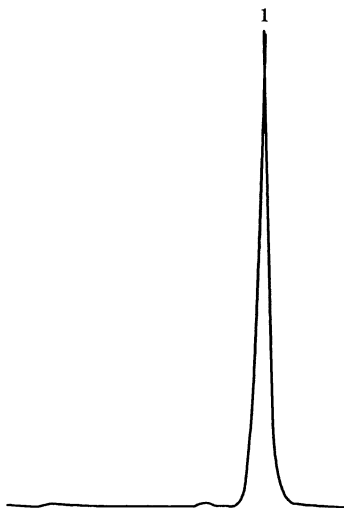
色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:250 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱);
 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;
 微量进样器:50 μL ;
 定量进样管:5 μL ;
 超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (甲醇:水)=40:60,经滤膜过滤,并进行脱气;
 流速:0.8 mL/min;
 柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);
 检测波长:260 nm;
 进样体积:5 μL ;
 保留时间:吡虫啉约 6.0 min。

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。
 典型的吡虫啉可溶液剂高效液相色谱图见图 1。



1——吡虫啉。

图 1 吡虫啉可溶液剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)吡虫啉标样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声波振

荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 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,直至相邻两针吡虫啉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。

4.4.5.4 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吡虫啉峰面积分别进行平均。试样中吡虫啉的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

- w_1 —— 试样中吡虫啉质量分数,以%表示;
- A_2 —— 试样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m_1 —— 吡虫啉标样的质量,单位为克(g);
- w —— 吡虫啉标样的质量分数,以%表示;
- A_1 —— 标样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m_2 —— 试样的质量,单位为克(g)。

4.4.6 允许差

吡虫啉质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 溶液稳定性

4.7.1 试剂和仪器

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$, 按 GB/T 14825 配制。

量筒: 100 mL。

4.7.2 试验步骤

用移液管吸取 0.5 mL 试样,置于 100 mL 量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀,将此量筒放入 $30 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中,静置 1 h,稀释液均一,无析出物为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后吡虫啉质量分数应不低于贮前的 97%。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

吡虫啉可溶液剂应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量一般为 100 g、500 g 等;外包装用瓦楞纸盒或铝塑箱,每箱净重不超过 10 kg。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。

5.2 贮运

吡虫啉可溶液剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时,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。

5.3 安全

本品属低毒制剂。可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触,施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,吡虫啉可溶液剂的保证期,从生产日期起为两年。

附 录 A

(资料性附录)

吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

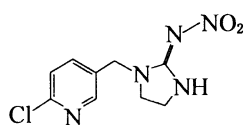
ISO 通用名称:Imidacloprid

CAS 登录号:138261-41-3

CIPAC 数字代码:582

化学名称:1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量:255.7

生物活性:杀虫

熔点:144 °C

蒸气压(20 °C): 4×10^{-7} mPa

溶解度(20 °C, g/L):水中 0.61, 甲苯中 0.68, 二氯甲烷中 55, 异丙醇中 1.2, 正己烷中小于 0.1

稳定性:pH 值 5~11 时稳定, 不易水解。
