Q/LTSW

广西乐土生物科技有限公司企业标准

Q/LTSW 04—2017

代替 Q/ LTSW 04—2014

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月19日 09点34分

5% 氯氰·吡虫啉乳油

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月19日 09点34分

2017－03－08 发布　　2017－04－08 实施

广西乐土生物科技有限公司　发布

前　言

本标准是以 HG/T 2743.2—2003《农药乳油产品标准编写规范》为基础，按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则　第 1 部分：标准的结构和编写》的要求，对 Q/LTSW 04—2011《5% 氯氰·吡虫啉乳油》进行修订而成。修订时只对原标准编号进行了更改，主要技术内容没有改变。

本标准由广西乐土生物科技有限公司提出。

本标准由广西乐土生物科技有限公司负责起草。

本标准主要起草人：吕昆明、陆明光、周伟东、庞允靖、何才。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

Q/LTN 04—2001、Q/LTN 04—2005、Q/LTSW 04—2005、Q/LTSW 04—2008、Q/LTSW 04—2011、Q/LTSW 04—2014.

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月19日 09点34分

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月19日 09点34分

5% 氯氰 吡虫啉乳油

1 范围

本标准规定了 5% 氯氰·吡虫啉乳油的要求、试验方法、标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于符合标准的氯氰菊酯原药、吡虫啉原药及乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的 5% 氯氰·吡虫啉乳油。

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，仅所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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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氯氰菊酯原药、吡虫啉原药制成，应为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 5% 氯氰·吡虫啉乳油应符合表 1 要求。

表1 5% 氯氰·吡虫啉乳油控制项目指标

项 目	指 标
氯氰菊酯质量分数，%	4.0±0.4
吡虫啉质量分数，%	1.0±0.15
水分，%	≤0.5
酸度（以 H_2SO_4 计），%	≤0.5
乳液稳定性（稀释 200 倍）	合格

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日09点34分

续上表

低温稳定性[a]	合格
热贮稳定性[a]	合格
[a] 为抽检项目，正常生产期间每六个月至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 一般规定

除另外说明，本试验所用试剂均为分析纯试剂，水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水要求。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2“液体制剂采样”方法进行。用随机法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于 200 mL。

4.3 外观

用目视法检测。

4.4 鉴别试验

本鉴别试验可与氯氰菊酯或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，试样溶液中的某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氯氰菊酯或吡虫啉的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内，则可以认定试样溶液中的有效成份是氯氰菊酯或吡虫啉。

4.5 氯氰菊酯质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以癸二酸二辛酯为内标物，使用 5% 聚甲基硅氧烷 OV-101 或 SE-30/Chromosorb W AW DMCS 填充的玻璃（不锈钢）柱和氢焰离子化检测器，对试样中的氯氰菊酯进行气相色谱分离和定量测定，内标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

氯氰菊酯标样：已知质量分数≥99%。

丙酮。

三氯甲烷。

内标物：癸二酸二辛酯（不应含有干扰分析的杂质）。

固定液：OV-101 或 SE-30。

载体：酸洗硅烷化白色硅藻土载体，Chromosorb W AW DMCS，粒度范围 0.18 mm～0.25 mm。

内标溶液：20.0 mg/mL。准确称取癸二酸二辛酯 2.000 g 置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀备用。

4.5.3 仪器

气相色谱仪：具有氢焰离子化检测器和柱头进样器。

色谱数据处理机。

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分

色谱柱：1.0 m×3 mm（i.d.）玻璃柱。

柱填充物：聚甲基硅氧烷 OV-101 或 SE-30 涂在 Chromosorb W AW DMCS（0.18 mm～0.25 mm 粒径）上， 固定液：载体 =5：100。

微量注射器：10 μL。

4.5.4 气相色谱操作条件

温度：柱室 250 ℃；汽化及检测室 280 ℃。

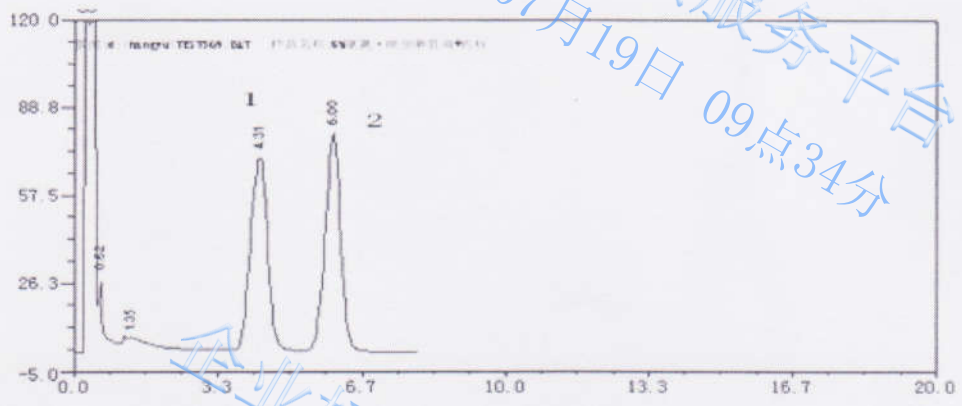
气体流量（mL/min）：载气氮气 50；氢气 40；空气 400。

进样体积：1.0 μL。

保留时间：氯氰菊酯 4.31 min，内标（癸二酸二辛酯）6.00 min。

上述操作参数系典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

在上述操作条件下 5% 氯氰·吡虫啉乳油中氯氰菊酯与内标物的气相色谱图如图 1 所示。



色谱图：

1— 氯氰菊酯；

2— 癸二酸二辛酯。

图1 5% 氯氰·吡虫啉乳油中氯氰菊酯与内标物的气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 氯氰菊酯标样溶液的配制

称取含氯氰菊酯约 0.1 g（精确至 0.000 2 g）的标样置于 25 mL 容量瓶中，用移液管准确加入内标溶液 5.0 mL，加丙酮至刻度，摇匀，贮存于冰箱中备用。

4.5.5.2 试样溶液配制

称取试样约 2.5 g（精确至 0.000 2 g）置于 25 mL 容量瓶中，用移液管准确加入内标溶液 5.0 mL，并加丙酮至刻度，摇匀。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针氯氰菊酯标样溶液，计算各针色谱图中氯氰菊酯与内标峰面积比，待相邻两针的峰面积比值基本稳定（变化小 1.5% 以内），按标样溶液、试样溶液、 试样溶液、标样溶液的顺序进行气相色谱分析。

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分

4.5.6 计算

将测得的试样溶液以及试样前后标样溶液中氯氰菊酯与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中氯氰菊酯的质量分数 X_1（%），按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega_1}{r_1 \cdot m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

r_1 ——标样溶液中，氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中，氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——氯氰菊酯标样的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——标样中氯氰菊酯的质量分数，数值以 % 表示。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之绝对差值，应不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 吡虫啉质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇-水为流动相，使用 C_{18} 填充的不锈钢柱和 254 nm 波长的紫外检测器，对试样中的吡虫啉进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.6.2 试剂和溶液

甲醇。

水：新蒸二次蒸馏水。

吡虫啉标样：已知质量分数≥99%。

4.6.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长的紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱数据工作站。

定量进样阀：10 μL。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，柱填充物：ODS-C_{18} 键合固定相 5 μm。

保护柱：20 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，柱填充物：ODS-C_{18} 键合固定相 5 μm。

微量注射器：50 μL。

过滤膜：滤膜孔径约次0.5 μm。

超声波清洗器。

4.6.4 色谱操作条件

流动相：Ψ（甲醇∶水）=（50∶50），经滤膜过滤，并经超声脱气 20 min。

柱室温度：室温。

检测波长：254 nm。

流量：1 mL/min。

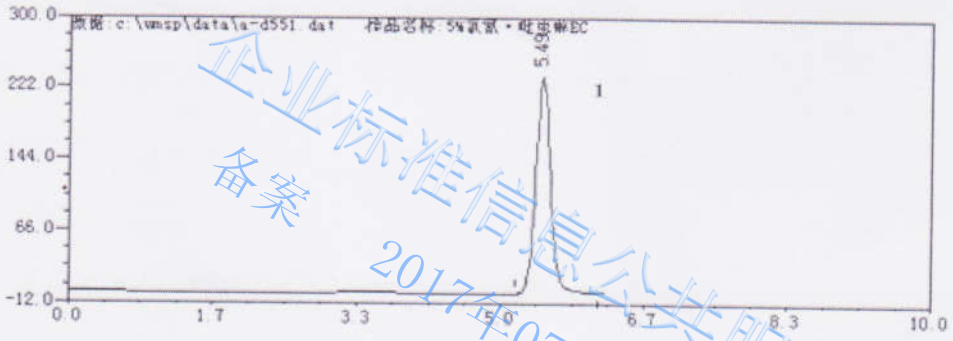
进样体积：20 μL。

保留时间：吡虫啉约 5.49 min。

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分

上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

在上述操作条件下 5% 氯氰·吡虫啉乳油中吡虫啉的典型高效液相色谱图如图 2 所示。



色谱图：

1— 吡虫啉。

图2 5% 氯氰·吡虫啉乳油中吡虫啉的高效液相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的配制

称取含吡虫啉约 0.05 g（精确至 0.000 2 g）的标样置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，贮存于冰箱中备用。

4.6.5.2 试样溶液的配制

称取含吡虫啉约 0.05 g（精确至 0.000 2 g）的试样置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，再经 0.45 μm 孔径滤膜过滤。

4.6.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针吡虫啉标样溶液，测出各针色谱图中吡虫啉的峰面积，待相邻两针的峰面积值基本稳定（变化小于 1.5% 以内），按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行液相色谱分析。

4.6.6 计算

将测得的试样溶液以及试样前后标样溶液中吡虫啉的峰面积，分别进行平均。试样中吡虫啉的质量分数 X_2（%），按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot m_3 \cdot \omega_2}{A_1 \cdot m_4} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中，吡虫啉峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中，吡虫啉峰面积的平均值；

m_3 ——吡虫啉标样的质量，单位为克（g）；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_2 ——标样中吡虫啉质量分数，数值以 % 表示。

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分

4.6.7 允许差

两次平行测定结果之绝对差值，应不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 水分测定

按 GB/T 1600—2001 中的“卡尔·费休法”测定。

4.8 酸度的测定

4.8.1 试剂和溶液

无水乙醇。

氢氧化钠标准滴定溶液：c（NaOH）=0.02 mol/L，按 GB/T 601—2002 中规定的方法制备。

甲基红-溴甲酚绿混合指示液：ϕ（2 g/L甲基红乙醇溶液：1 g/L溴甲酚绿乙醇溶液）=（1∶3），按 GB/T 603—2002 中规定的方法配制。

4.8.2 测定步骤

称取约 2 g 试样（准确至 0.002 g），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 无水乙醇和 5 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，摇匀，用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液颜色呈亮绿色为终点。同时进行空白试验。

4.8.3 计算

试样的酸度 X_3（以 H_2SO_4 计）（%），按式（3）计算：

$$X_3=\frac{c(V_1-V_2)\times 0.049}{m_5}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_5 ——试样的质量，单位为克（g）；

0.049——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c（NaOH）=1.000 mol/L]相当的以克表示的硫酸的质量。

4.8.4 允许差

两次平行测定结果之绝对差值，应不大于 0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

4.9 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603—2001 进行试验，上无浮油，下无沉油或沉淀为合格。

4.10 低温稳定性试验

4.10.1 方法一（仲裁法）

按 GB/T 19137—2003 中 2.1“乳剂和均相液体制剂”方法进行测定。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.10.2 方法二（常检法）

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分

企业标准信息公共服务平台
备案 2017年07月19日 09点34分
企业标准信息公共服务平台
备案 2017年07月19日 09点34分

附 录 A
（资料性附录）

本产品中有效成分的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

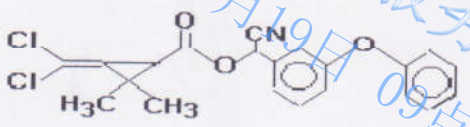
a） 氯氰菊酯

ISO 通用名称：Cypermethrin

CIPAC 代号：332

化学名称：α-氰基-3-苯氧基苄基（1-R，S）-3-（2，2，-二氯乙烯基）-2，2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式：



实验式：$C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量：416.31（按 2007 年国际相对原子质量计）

生物性质：杀虫

熔点：40 ℃

蒸气压（20 ℃）：192 nPa

溶解度（g/L，20 ℃）：难溶于水（0.01 mg/L～0.2 mg/L）；丙酮、氯仿、环己酮、二甲苯>450，乙醇 337， 己烷 103。

稳定性：在中性及弱酸性介质中稳定，在强碱性介质中易分解；对光、热稳定。

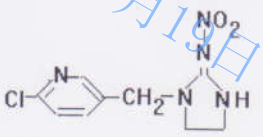
b） 吡虫啉

ISO 通用名称：Imidacloprid

CIPAC 代号：582

化学名称：1-（6-氯-3-吡啶甲基）-N-硝基咪唑-2-亚胺

结构式：



实验式：$C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量：255.66（按 2007 年国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

熔点（℃）：142～143

蒸气压（30 ℃）：5.3 mPa

溶解度（g/L，20 ℃）：水 0.5，二氯甲烷 50～100，异丙醇 1～2，甲醇 10，甲苯 0.5～1，丙酮 20～50。

稳定性：在中性及偏碱性介质中稳定，对光、热稳定。

企业标准信息公共服务平台 备案 2017年07月19日 09点34分