

ICS 65.100.10
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4574—2025

四螨嗪原药

Clofentezine technical material

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、江苏优嘉植物保护有限公司、山西绿海农药科技有限公司。

本文件主要起草人：尹秀娥、赵晨灿、潘文轩、谢邦伟、姜欣。



四螨嗪原药

1 范围

本文件规定了四螨嗪原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装、储运;描述了四螨嗪原药的试验方法。

本文件适用于四螨嗪原药产品的质量控制。

注:四螨嗪的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 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

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

品红色晶体或粉末。

4.2 技术指标

四螨嗪原药应符合表 1 的要求。

表 1 四螨嗪原药技术指标

项 目	指 标
四螨嗪质量分数, %	≥ 98.0
水分, %	≤ 0.3
N, N-二甲基甲酰胺不溶物, %	≤ 0.3
pH	5.0~8.0

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 的规定执行。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 红外光谱法

5.3.1 四螨嗪原药与四螨嗪标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。四螨嗪标样红外光谱图见图 1。

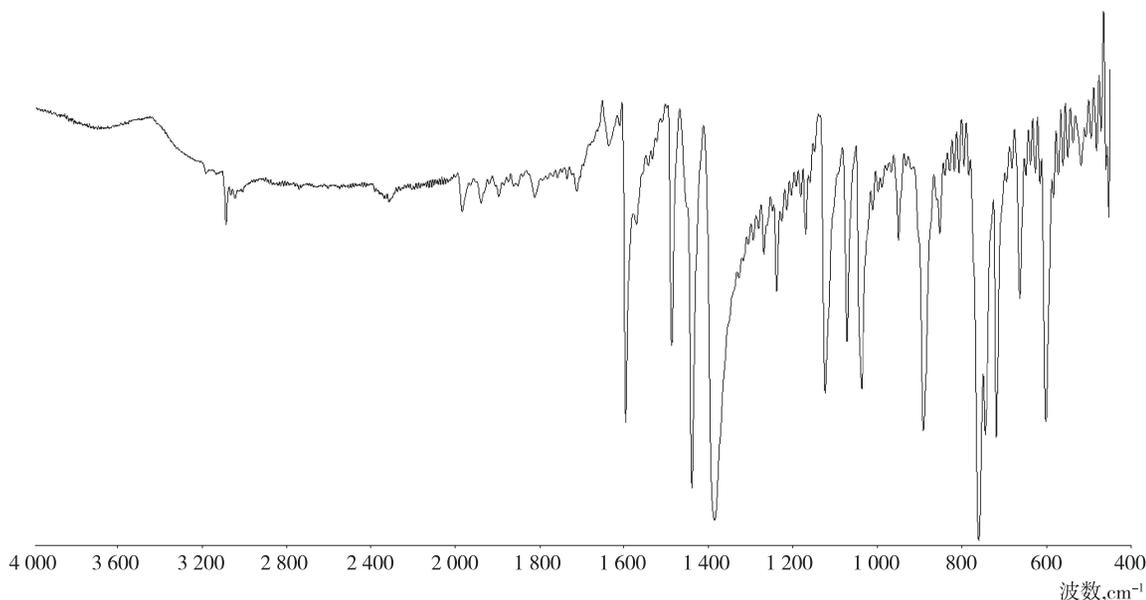


图 1 四螨嗪标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与四螨嗪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四螨嗪色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 四螨嗪质量分数

5.5.1 方法提要

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 271 nm 下对试样中的四螨嗪进行反相高效液相色谱分离,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 四螨嗪标样:已知四螨嗪质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.2.1 高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器。

5.5.2.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm (内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3 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: $\psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 70:30$ 。

5.5.4.2 流速:1.4 mL/min。

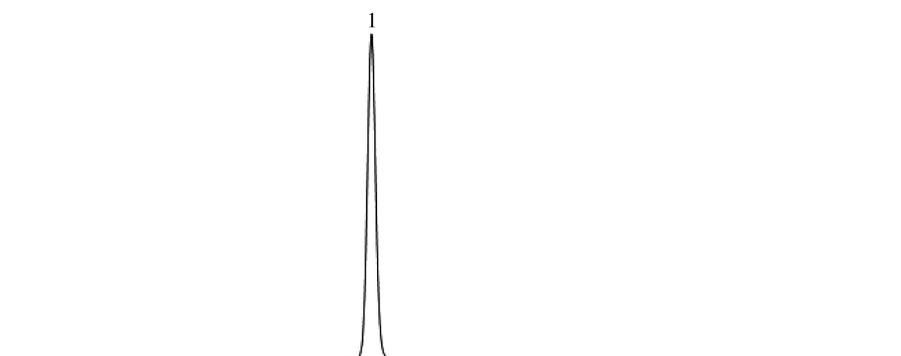
5.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长:271 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.4.6 保留时间:四螨嗪约 6.3 min。

5.5.4.7 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。典型的四螨嗪原药的高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:
1——四螨嗪。

图 2 四螨嗪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 0.03 g(精确至 0.000 01 g)四螨嗪标样,置于 100 mL 容量瓶中;加入约 80 mL 乙腈超声振荡 5 min,使之溶解;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

称取含四螨嗪 0.03 g(精确至 0.000 01 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中;加入约 80 mL 乙腈超声振荡 5 min,使之溶解;冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 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,直至相邻两针四螨嗪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及试样前后两针标样溶液中四螨嗪峰面积分别进行平均,试样中四螨嗪的质量分数按公式(1)计算。

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

式中:

ω_1 ——试样中四螨嗪质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中,四螨嗪峰面积的平均值;

m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);

ω ——标样中四螨嗪的质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中,四螨嗪峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.7 允许差

2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 的规定执行。

5.7 N,N-二甲基甲酰胺不溶物

5.7.1 方法提要

试样溶解在沸腾的 *N,N*-二甲基甲酰胺中,将不溶物过滤,干燥后称重。

5.7.2 试剂与仪器

- 5.7.2.1 *N,N*-二甲基甲酰胺。
- 5.7.2.2 标准具塞磨口锥形烧瓶:250 mL。
- 5.7.2.3 回流冷凝器。
- 5.7.2.4 玻璃砂芯坩埚漏斗:G3 型。
- 5.7.2.5 锥形抽滤瓶:500 mL。
- 5.7.2.6 烘箱:(160±2)℃。
- 5.7.2.7 玻璃干燥器。
- 5.7.2.8 加热套。

5.7.3 测定步骤

将玻璃砂芯坩埚漏斗在烘箱中烘干至恒重(精确至 0.000 1 g),放入干燥器中冷却待用。称取约 10 g (精确至 0.000 1 g)试样,置于锥形烧瓶中,加入 150 mL *N,N*-二甲基甲酰胺并振摇,使试样尽量溶解;然后,装上回流冷凝器,在加热套中加热至沸腾;自开始回流 5 min 后,停止加热。装配玻璃砂芯坩埚漏斗抽滤装置,在减压条件下尽快使热溶液快速通过漏斗。用 60 mL *N,N*-二甲基甲酰胺分 3 次洗涤,抽干后取下玻璃砂芯坩埚漏斗,将其放入烘箱中干燥 30 min;取出放入干燥器中,冷却后称重(精确至 0.000 1 g)。

5.7.4 计算

N,N-二甲基甲酰胺不溶物按公式(2)计算。

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_2 ——*N,N*-二甲基甲酰胺不溶物质量分数的数值,单位为百分号(%) ;
- m_3 ——不溶物与玻璃砂芯坩埚漏斗质量的数值,单位为克(g) ;
- m_4 ——玻璃砂芯坩埚漏斗质量的数值,单位为克(g) ;
- m_5 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.7.5 允许差

2 次平行测定结果的相对差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.8 pH

按 GB/T 1601 的规定执行。

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、四螨嗪质量分数、水分、pH。

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 的规定判定检验结果是否符合本文件的要求。

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,四螨嗪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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

四螨嗪原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

四螨嗪原药应采用清洁、干燥的塑料袋包装,外包装可用纸板桶或编织袋;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。

8.2 储运

四螨嗪原药包装件应储存在通风、阴凉、干燥的库房中。储运时,应严防潮湿和日晒,不应与食物、种子和饲料混放;应避免与皮肤、眼睛接触,并防止由口鼻吸入。

附 录 A

(资料性)

四螨嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

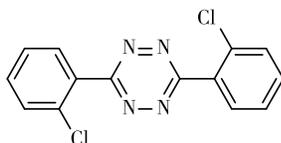
四螨嗪的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Clofentezine；

——CAS 登录号：74115-24-5；

——化学名称：3,6-双(2-氯苯基)-1,2,4,5-四嗪；

——结构式：



——分子式： $C_{14}H_8Cl_2N_4$ ；

——相对分子质量：303.1；

——生物活性：杀螨；

——熔点：183 °C；

——蒸气压(25 °C)： 1.4×10^{-4} mPa；

——水中溶解度(pH 5, 20 °C ~ 25 °C)：2.5 μ g/L；

——有机溶剂中溶解度(20 °C ~ 25 °C)：丙酮 9.3 g/L, 二氯甲烷 37 g/L, 乙醇 0.5 g/L, 乙酸乙酯 5.7 g/L, 二甲苯 5 g/L；

——稳定性：对光、热和空气稳定, 水解(22 °C)DT₅₀ = 248 h(pH 5), 水解(22 °C)DT₅₀ 34 h(pH 7), 水解(22 °C)DT₅₀ 4 h(pH 9), 在自然光下水中光解小于 7 d。