

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4575—2025

四螨嗪悬浮剂

Clofentezine suspension concentrate

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、安徽众邦生物工程有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：尹秀娥、赵晨灿、黄白云、刘莹、吴电亮。



四螨嗪悬浮剂

1 范围

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

本文件适用于四螨嗪悬浮剂产品的质量控制。

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 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 14825—2006 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

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

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

4.2 技术指标

四螨嗪悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 四螨嗪悬浮剂技术指标

项 目	指 标	
	20 %规格	500 g/L 规格
四螨嗪质量分数，%	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	42.0 ^{+2.1} _{-2.1}
四螨嗪质量浓度 ^a （20℃），（g/L）	238 ⁺¹⁴ ₋₁₄	500 ⁺²⁵ ₋₂₅

表 1(续)

pH		4.5~8.0
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 mm 试验筛),%		≥98
持久起泡性(1 min 后泡沫量),mL		≤40
低温稳定性		冷储后,悬浮率和湿筛试验应符合本文件的要求
热储稳定性		热储后,四螨嗪质量分数应不低于热储前的 95%,pH、悬浮率、倾倒性和湿筛试验应符合本文件的要求
^a 当质量发生争议时,以四螨嗪质量分数为仲裁依据。		

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 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 1 000 mL。

5.3 鉴别试验

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 四螨嗪质量分数和质量浓度

5.5.1 方法提要

试样用混合溶剂溶解,以乙腈+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 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 三氯甲烷。

5.5.2.4 磷酸。

5.5.2.5 混合溶剂:分别量取 900 mL 乙腈、100 mL 三氯甲烷和 1 mL 磷酸,混合均匀,超声脱气,备用。

5.5.2.6 四螨嗪标样:已知四螨嗪质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器。

5.5.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径 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: $\phi_{\text{乙腈:水}} = 70:30$ 。

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 ℃)。

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:四螨嗪约为 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。典型的四螨嗪悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

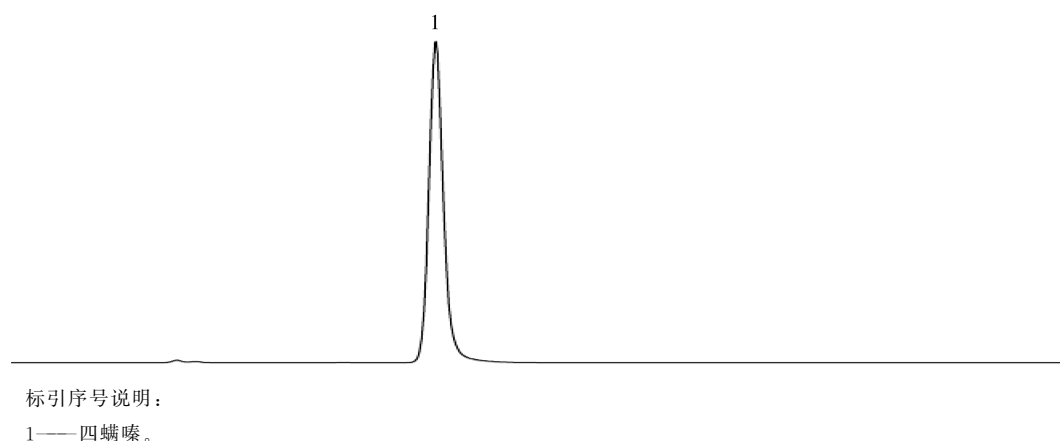


图 1 四螨嗪悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.03 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

称取含四螨嗪约 0.15 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,先加入 4 mL 水使试样均匀分散;再加入约 80 mL 混合溶剂,超声振荡 5 min;冷却至室温,用混合溶剂稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,过滤。

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,试样中四螨嗪的质量浓度按式(2)计算。

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

$$\rho_1 = w_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_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);

w ——标样中四螨嗪质量分数的数值,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);

n ——试样溶液的稀释倍数, $n=5$;

ρ_1 ——20 ℃时试样中四螨嗪质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样密度的数值,按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 的规定执行,单位为克每毫升(g/mL)。

5.5.7 允许差

四螨嗪质量分数 2 次平行测定结果之差,20%四螨嗪悬浮剂应不大于 0.4%,500 g/L 四螨嗪悬浮剂应不大于 0.6%。500 g/L 四螨嗪悬浮剂质量浓度 2 次平行测定结果之差应不大于 8 g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH

按 GB/T 1601 进行。

5.7 悬浮率

5.7.1 测定

称取含四螨嗪约 0.3 g(精确至 0.000 1 g)的试样,按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定执行。用 60 mL 乙腈将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,超声振荡 5 min;冷却至室温后,用乙腈稀释至刻度,摇匀,过滤。按 5.5 方法测定四螨嗪的质量,计算悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按公式(3)计算。

$$w_2 = \left(1 - \frac{A_4 \times m_3 \times w}{m_4 \times w_1 \times A_3} \right) \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- w_2 ——悬浮率的数值,单位为百分号(%)
- m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g)
- w_1 ——试样中四螨嗪的质量分数的数值,单位为百分号(%)
- A_4 ——试样溶液中,四螨嗪峰面积的平均值
- m_3 ——标样质量的数值,单位为克(g)
- w ——标样中四螨嗪的质量分数的数值,单位为百分号(%)
- A_3 ——标样溶液中,四螨嗪峰面积的平均值。

5.8 倾倒性

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定执行。

5.10 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定执行。

5.12 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储前后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、四螨嗪质量分数、四螨嗪质量浓度、pH、悬浮率、倾倒性、湿筛试验、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) 国家法定质量监督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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

四螨嗪悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

四螨嗪悬浮剂采用清洁、干燥的聚酯瓶、聚乙烯瓶或高阻隔瓶包装,并应有铝箔封口,外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱;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

四螨嗪悬浮剂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

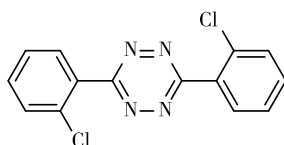
四螨嗪的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——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 µg/L；

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