



Q/LTSW

广西乐土生物科技有限公司企业标准

Q/LTSW 35-2019

代替 Q/LTSW 35-2017

0.05%呋虫胺颗粒剂

2019-02-15 发布

2019-03-01 实施

广西乐土生物科技有限公司 发布



前 言

本标准以 HG/T 2467.12—2003《农药颗粒剂产品标准编写规范》为基础，按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构编写规则》的要求制定。

本标准自实施之日起，代替Q/LTSW 35-2017《0.05%呋虫胺颗粒剂》。

本标准与Q/LTSW 35-2017的主要差异为：

——修订“保证期”为“质量保证期”（见5.4）。

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：陆明光、吕昆明、周伟东、廖春丽。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年11月10日 09点28分



0.05%呋虫胺颗粒剂

1 范围

本标准规定了 0.05%呋虫胺颗粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运安全和质量保证期。

本标准适用于由符合标准的呋虫胺原药与适宜的助剂、肥料及载体加工而成的 0.05%呋虫胺颗粒剂。

注：呋虫胺的其他名称、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 1600-2001 农药水分测定方法

GB/T 1601-1993 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604-1995 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

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 30360-2013 颗粒状农药粉尘测定方法

HG/T 2467.12-2003 农药颗粒剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的呋虫胺原药以及载体和助剂加工制成，应为干燥、自由流动的灰色至黑色圆滑或多边形疏松颗粒，具有轻微刺激性气味；无可见的外来物和硬块。

3.2 技术指标

0.05%呋虫胺颗粒剂应符合表 1 要求。



表1 0.05%呋虫胺颗粒剂控制项目和指标

项 目		指 标
呋虫胺质量分数/%		0.050±0.012
水分/%	≤	3.0
pH值范围		5.0~8.0
松密度和堆密度/(g/mL)	松密度	0.6~0.9
	堆密度	0.7~1.0
粒度范围(2000μm~5000μm)/%		≥ 85
脱落率/%		≤ 3.0
粉尘		基本无粉尘
热贮稳定性 ^a		合格
^a 正常生产时, 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

本试验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

按照GB/T 1605-2001中“固体制剂采样”方法进行。用随机法确定抽样的包装件, 最终抽样量应不少于1200g。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与呋虫胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中呋虫胺的色谱峰保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

4.4 呋虫胺质量分数的测定

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Sperisorb C₁₈填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的呋虫胺进行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: 色谱纯;

水: 新蒸的二次蒸馏水;

呋虫胺标样: 已知准确质量分数, ω ≥ 99.0%。

4.4.3 仪器



高效液相色谱仪：可变波长紫外检测器；

色谱工作站；

色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Sperisorb C₁₈填充物，粒径5μm；

微量进样器：100μL；

定量进样管：10μL；

过滤器：滤膜孔径约0.45μm；

超声波清洗器。

4.4.4 液相色谱操作条件

流动相：甲醇+水=30+70 (V/V)；

流量：1.0mL/min；

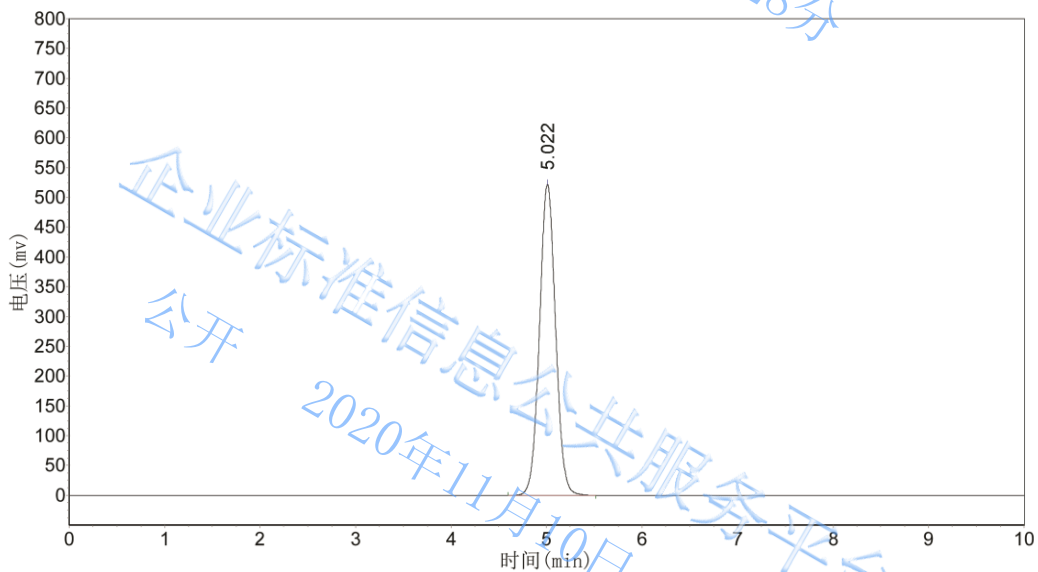
柱温：室温（温差上下不超过2℃）；

检测波长：270nm；

进样体积：10μL；

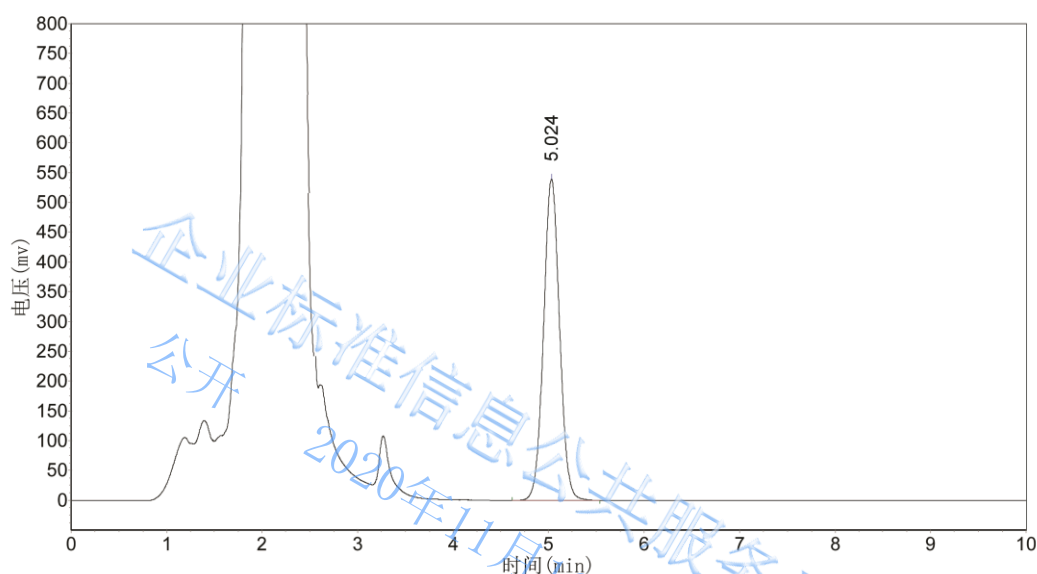
保留时间：呋虫胺约5.0min。

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。
典型的呋虫胺标样和0.05%呋虫胺颗粒剂试样的高效液相色谱图分别见图1、图2。



注：5.022min——呋虫胺。

图1 呋虫胺标样高效液相色谱图



注：5.024min——呋虫胺。

图2 0.05%呋虫胺颗粒剂试样的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取呋虫胺标样0.05 g（准确至 0.0001 g），置于50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。准确移取上述标样溶液2.0mL于50mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，备用。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取经破碎研磨混匀后的试样约 4.0g（精确至 0.0001 g），置于250 mL锥形瓶中，用移液管准确加入50.0mL流动相，摇匀，超声助溶约 20 min 后，取出冷却至室温，用 0.45 μm 孔径滤膜过滤，滤液备用。

4.4.5.3 测定

上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针呋虫胺峰面积的相对响应值变化小于1.5%，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呋虫胺的峰面积分别进行平均。试样中呋虫胺的质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times 25} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_1 ——试样中呋虫胺的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中，呋虫胺峰面积的平均值；

m_1 ——呋虫胺标样的质量，单位为克（g）；



ω ——标准品中呋虫胺的质量分数，以%表示；
 A_1 ——标样溶液中，呋虫胺峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；
25——稀释倍数。

4.4.6 允许差

呋虫胺质量分数两次平行测定结果之差，应不大于0.005%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按GB/T 1600-2001中“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH值的测定

按GB/T 1601-1993进行。

4.7 松密度和堆密度的测定

4.7.1 方法提要

将已知质量的样品放入玻璃量筒中，测量其体积。然后将量筒垂直提高25mm，落在橡胶垫上，重复做100次后再测定样品的体积。

4.7.2 仪器

量筒：250mL；
橡胶基垫：具有（30~40）BS硬度，或其他类似硬度的材料，如氯丁橡胶片；
蜡光纸。

4.7.3 测定步骤

按HG/T 2467.12-2003中4.8进行。称取约占90%量筒体积的样品（精确至0.1g）于蜡光纸上，将纸折成斜槽，使样品滑入量筒，轻轻弄平颗粒表面，测量体积，精确至1mL（ V_1 ）。轻握量筒上部，提高25mm，让其落在橡胶基垫上。如此重复100次，每2s颠1次。测量并记录颗粒体积，精确至1mL（ V_2 ）。

4.7.4 计算

试样的松密度 ρ_1 （g/mL）和堆密度 ρ_2 （g/mL）分别按式（2）和式（3）计算：

$$\rho_1 = \frac{m}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_2 = \frac{m}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_1 ——试样的松密度，单位为克/毫升（g/mL）；
 ρ_2 ——试样的堆密度，单位为克/毫升（g/mL）；
 m ——试样的质量，单位为克（g）；
 V_1, V_2 ——按4.7.3操作测量的体积，单位为毫升（mL）。



4.8 粒度范围的测定

4.8.1 仪器

标准筛组1: 孔径为 2 mm 和 5 mm 双层筛, 并配有筛底和筛盖;

振筛机: 350 次/min、振幅为 3~5 mm;

电子天平: 精度为 0.1 g

4.8.2 测定步骤

将标准筛上下叠装, 大孔径筛置于小孔径筛上面, 筛下装承接盘, 同时将组合好的筛组固定在振筛机上, 称取约 150 g (精确至 0.1 g) 的试样, 置于上面筛中, 并加盖封闭, 启动振筛机振荡 10 min, 收集小粒径筛上物称量。

4.8.3 计算

试样的粒度 X_1 (%) 按式 (4) 计算:

$$X_1 = \frac{m_3}{m_4} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中:

X_1 ——试样的粒度, 以%表示;

m_3 ——通过大孔筛而未通过小孔筛的试样质量, 单位为克 (g);

m_4 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.9 脱落率的测定

4.9.1 仪器

标准筛: 孔径与 4.8.1 标准筛组中小粒径筛相同;

钢球: 15 个 ($\Phi 30 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$);

振筛机: 350 次/min、振幅为 3~5 mm。

4.9.2 操作步骤

按HG/T 2467.12-2003中4.11进行。准确称取已测过粒度的试样50g, 放入盛有15个钢球的标准筛中, 将筛置于底盘上加盖, 移至振筛机中固定后震荡15min, 准确称取接盘内试样质量 (精确至0.1g)。试样的脱落率 X_2 (%) 按式 (5) 计算:

$$X_2 = \frac{m_5}{m_6} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

式中:

X_2 ——试样的脱落率, 以%表示;

m_5 ——接盘中试样的质量, 单位为克 (g);

m_6 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.10 粉尘的测定

按GB/T 30360-2013进行。



4.11 热贮稳定性的试验

按GB/T 19136-2003中“其他制剂”进行。试样冷却至室温后，在24h内完成对试样中呋虫胺质量分数、pH值、粒度范围、脱落率、粉尘的测定。热贮后呋虫胺质量分数应不低于热贮前的95%，并且呋虫胺质量分数、pH值、粒度范围、脱落率、粉尘指标仍符合本标准3.2中要求则热贮稳定性合格。

4.12 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604-1995的有关规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和质量保证期

5.1 标志、标签、包装

0.05%呋虫胺颗粒剂的标志、标签和包装，应符合GB 3796的规定。0.05%呋虫胺颗粒剂采用两层包装，内袋为聚乙烯塑料袋，外装为聚丙烯覆膜编织袋，袋口折边以尼龙线机器缝合；每袋净含量为5 kg、10 kg、12.5 kg、20 kg、40 kg等规格。也可根据用户的要求或定货协议，采用其他形式的包装，但要符合GB 3796的要求。

5.2 贮运

0.05%呋虫胺颗粒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

在使用说明书或包装容器上，除有醒目的毒性标志以外，还应说明使用方法、注意事项、中毒、解毒及急救措施。

5.4 质量保证期

在规定的贮运条件下，0.05%呋虫胺颗粒剂的质量保证期，从生产日期算起为两年。质量保证期内产品质量规格应符合相应的控制项目指标的要求。



附 录 A
(资料性附录)

呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分呋虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

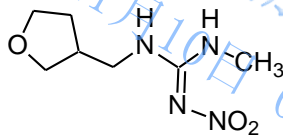
ISO通用名称：dinotefuran

CAS登录号：165252-70-0

CIPAC数字代码：749

化学名称：(RS)-1-甲基-2-硝基-3-(四氢-3-呋喃甲基)胍

结构式：



分子式：C₇H₁₄N₄O₃

相对分子质量：202.2（按 2013 年国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

熔点：107.5℃

蒸气压（30℃）：≤1.7×10⁻³ mPa

溶解度（g/L，20℃）：水 39.8，正己烷 9.0×10⁻⁶，庚烷 1.1×10⁻⁵，二甲苯 7.2×10⁻²，甲苯 0.15，二氯甲烷 61，丙酮 58，甲醇 57，乙醇 19，乙酸乙酯 5.2

稳定性：在150℃以下稳定，水解DT₅₀>1年（pH4、7、9），水中光解DT₅₀=3.8小时（无菌水、自然水）