

# 团 体 标 准

T/CCPIA 090—2021

---

## 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂

12%Abamectin and spirotetramat suspension concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 实施

---

中国农药工业协会 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这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：海利尔药业集团股份有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、山东省农药科学研究院。

本文件主要起草人：林波、张强、葛家成、李士翠、钟娉婷、陈永泽。



CCPIA

# 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂

## 1 范围

本文件规定了12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂的技术要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

注：阿维菌素和螺虫乙酯的其他名称、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/T1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T1604 商品农药验收规则
- GB/T1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- 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

## 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

可流动、易测量体积的悬浮液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

### 4.2 技术指标

12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂还应符合表1要求。

表 1 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
阿维菌素 (B <sub>1a</sub> +B <sub>1b</sub> ) 质量分数/%		2.0 <sup>+0.3</sup> <sub>-0.3</sub>
螺虫乙酯质量分数/%		10.0 <sup>+1.0</sup> <sub>-1.0</sub>
阿维菌素 B <sub>1a</sub> 与 B <sub>1b</sub> 的比值		≥10.0
pH 值		6.0~9.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤5.0
	洗涤后残余物/%	≤0.5
阿维菌素悬浮率/%		≥90
螺虫乙酯悬浮率/%		≥90
湿筛试验 (通过 75 μm 试验筛) /%		≥98
持久起泡性 (1 min 后泡沫量) /mL		≤60
低温稳定性 <sup>a</sup>		冷储后, 悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性 <sup>a</sup>		热储后, 阿维菌素 (B <sub>1a</sub> +B <sub>1b</sub> ) 质量分数、螺虫乙酯质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%, 阿维菌素 B <sub>1a</sub> 与 B <sub>1b</sub> 的比值、悬浮率、pH 值、湿筛试验、倾倒性仍应符合本文件要求。
<sup>a</sup> 正常生产时, 低温稳定性和热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。		

## 5 试验方法

**警示:** 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, 并保证符合国家有关法规的规定。

### 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。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

### 5.2 取样

按 GB/T 1605-2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定取样的包装件; 最终取样量应不少于 800 mL。

### 5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>)、螺虫乙酯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阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 或螺虫乙酯色谱峰的保留时间, 其相对差应在 1.5% 以内。

### 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 质量分数以及阿维菌素 B<sub>1a</sub> 与 B<sub>1b</sub> 的比值的测定

#### 5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+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 245 nm 下对试样中的阿维菌素进行高效液相色谱分离，外标法定量。

## 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 乙腈：色谱级。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 阿维菌素 ( $B_{1a}+B_{1b}$ ) 标样：已知质量分数， $\omega \geq 95.0\%$ 。

## 5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  不锈钢柱（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.3.4 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.3.5 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：体积比  $\psi_{(\text{甲醇:乙腈:水})} = 40:35:25$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.4.2 流量：1.0 mL/min。

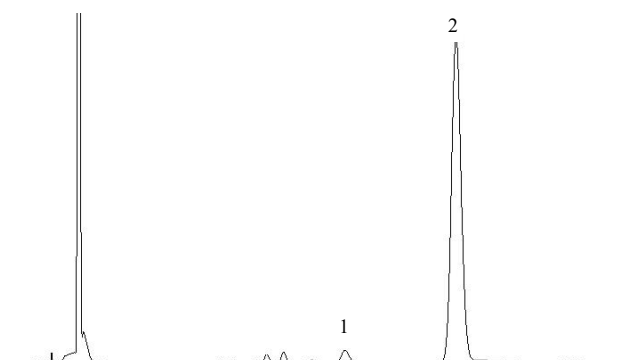
5.5.4.3 柱温：40  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：245 nm。

5.5.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间：阿维菌素  $B_{1b}$  约 26.4 min，阿维菌素  $B_{1a}$  约 35.0 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 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——阿维菌素B<sub>1b</sub>;

2——阿维菌素B<sub>1a</sub>。

图 1 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 阿维菌素标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 30 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min 使之溶解, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 阿维菌素的试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 先加入 5 mL 水使样品分散, 再加入 30 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 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, 直至相邻两针阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 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以及试样前后两针标样溶液中的阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 峰面积分别进行平均, 试样中阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 质量分数按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$\omega_1$ ——试样中阿维菌素 (B<sub>1a</sub>+B<sub>1b</sub>) 的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

$A_2$ ——试样溶液中, 阿维菌素B<sub>1b</sub>与B<sub>1a</sub>峰面积和的平均值;

$m_1$ ——标样的质量, 单位为克 (g);

$\omega_{b1}$ ——标样中阿维菌素的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

$A_1$ ——标样溶液中, 阿维菌素B<sub>1b</sub>与B<sub>1a</sub>峰面积和的平均值;

$m_2$ ——试样的质量, 单位为克 (g)。

试样中阿维菌素B<sub>1a</sub>与B<sub>1b</sub>的比值按式 (2) 计算:

$$\alpha_{(B_{1a}/B_{1b})} = \frac{A_{B_{1a}}}{A_{B_{1b}}} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\alpha_{(B_{1a}/B_{1b})}$ ——试样中阿维菌素B<sub>1a</sub>与B<sub>1b</sub>的比值;

$A_{B_{1a}}$ ——试样溶液中, 阿维菌素B<sub>1a</sub>的峰面积;

$A_{B_{1b}}$ ——试样溶液中, 阿维菌素B<sub>1b</sub>的峰面积。

#### 5.5.7 允许差

阿维菌素质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

## 5.6 螺虫乙酯质量分数的测定

### 5.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+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 230 nm 下对试样中的螺虫乙酯进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 甲醇：色谱级。

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.3 螺虫乙酯标样：已知螺虫乙酯质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  不锈钢柱（或同等效果的色谱柱）。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.6.3.4 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

### 5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相 A：水。

5.6.4.2 流动相 B：甲醇。

5.6.4.3 梯度洗脱条件见表 2。

表 2 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/(mL/min)
0.0	25	75	1.0
10.0	25	75	1.0
10.1	0	100	1.0
20.0	0	100	1.0
20.1	25	75	1.0
30.0	25	75	1.0

5.6.4.4 柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

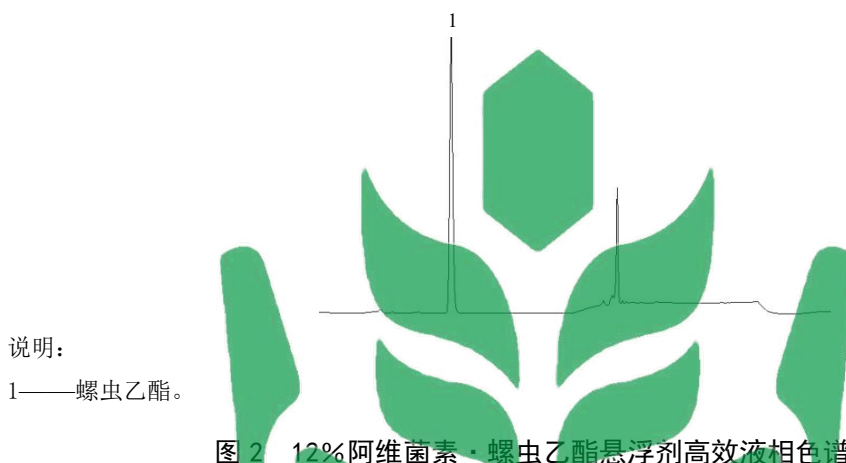
5.6.4.5 检测波长：230 nm。

5.6.4.6 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。



5.6.4.7 保留时间：螺虫乙酯约 7.7 min。

5.6.4.8 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 12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂高效液相色谱图见图 2。



### 5.6.5 测定步骤

#### 5.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）螺虫乙酯标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 30 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使之溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

#### 5.6.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g（精确至 0.000 1 g）螺虫乙酯的试样，置于 50 mL 容量瓶中，先加入 5 mL 水使样品分散，再加入 30 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.6.5.3 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，直至相邻两针螺虫乙酯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。

### 5.6.6 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的螺虫乙酯峰面积分别进行平均，试样中螺虫乙酯质量分数按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_{b2}}{A_3 \times m_4} \dots \dots \dots (3)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中螺虫乙酯的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_4$ ——试样溶液中，螺虫乙酯峰面积的平均值；

$m_3$ ——标样的质量，单位为克（g）；



$\omega_{a2}$ ——标样中螺虫乙酯的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_3$ ——标样溶液中，螺虫乙酯峰面积的平均值；

$m_4$ ——试样的质量，单位为克（g）。

### 5.6.7 允许差

螺虫乙酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

### 5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

### 5.9 悬浮率的测定

#### 5.9.1 测定

按 GB/T 14825-2006 中 4.2 进行。称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，用 30 mL 甲醇分三次将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中。超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定阿维菌素质量，按 5.6 测定螺虫乙酯质量。

#### 5.9.2 计算

悬浮率按式（2）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_6 \times \omega - (A_6 \times m_5 \times \omega_b) \div A_5 \div n}{m_6 \times \omega} \times 111.1 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

$\omega_3$ ——悬浮率，以百分数（%）表示；

$m_6$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——试样中阿维菌素（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）或螺虫乙酯的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_6$ ——试样溶液中，阿维菌素  $B_{1a}$  与  $B_{1b}$  峰面积和或螺虫乙酯峰面积的平均值；

$m_5$ ——阿维菌素或螺虫乙酯标样的质量，单位为克（g）；

$\omega_b$ ——标样中阿维菌素（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）或螺虫乙酯的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_5$ ——标样溶液中，阿维菌素（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）或螺虫乙酯峰面积和的平均值；

$n$ ——阿维菌素或螺虫乙酯标样溶液的稀释倍数，当计算阿维菌素质量时  $n=0.5$ ，当计算螺虫乙酯质量时  $n=2.5$ 。

### 5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150-1995 中 2.2 进行。

### 5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

### 5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中2.2进行。

### 5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.1 进行。

## 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章技术指标中除热储稳定性和低温稳定性以外的所有项目。

### 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

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标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

在规定的储运条件下,12%阿维菌素·螺虫乙酯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要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂应采用聚酯瓶、聚乙烯瓶包装或高阻隔瓶包装,并应有铝箔封口,每瓶的净含量可以为 50 g (mL)、100 g (mL)、250 g (mL)、500 g (mL)、1 kg (L) 等,也可采取更大包装;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱,每箱的净含量不应超过 15 kg,也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

### 8.2 储运

12%阿维菌素·螺虫乙酯悬浮剂装件应储存在通风、干燥的库房中；储运时，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。



附录 A  
(资料性附录)

阿维菌素和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数

阿维菌素和螺虫乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 阿维菌素

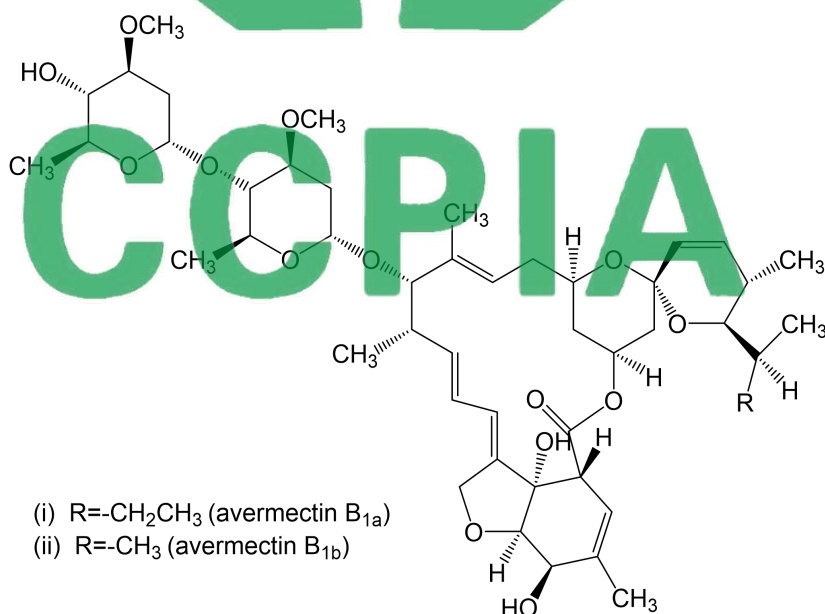
ISO通用名称：Abamectin

CAS登录号：71751-41-2 (abamectin), 65195-55-3 (B<sub>1a</sub>), 65195-56-4 (B<sub>1b</sub>)

CIPAC数字代码：284

化学名称：(10E, 14E, 16E) - (1R, 4S, 5'S, 6S, 6'R, 8R, 12S, 13S, 20R, 21R, 24S) -6'-[(S)-仲丁基]-21, 24-二羟基-5', 11, 13, 22-四甲基-2-氧代-3, 7, 19-三氧杂四环[15.6.1.1<sup>4,8</sup>.0<sup>20,24</sup>]二十五-10, 14, 16, 22-四烯-6-螺-2'-(5', 6'-二氢-2'H-吡喃)-12-基-2, 6-二脱氧-4-O-(2, 6-二脱氧-3-O-甲基-α-L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基-α-L-阿拉伯-己吡喃糖苷(i)与(10E, 14E, 16E) - (1R, 4S, 5'S, 6S, 6'R, 8R, 12S, 13S, 20R, 21R, 24S) -6'-异丙基-21, 24-二羟基-5', 11, 13, 22-四甲基-2-氧代-3, 7, 19-三氧杂四环[15.6.1.1<sup>4,8</sup>.0<sup>20,24</sup>]二十五-10, 14, 16, 22-四烯-6-螺-2'-(5', 6'-二氢-2'H-吡喃)-12-基-2, 6-二脱氧-4-O-(2, 6-二脱氧-3-O-甲基-α-L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基-α-L-阿拉伯-己吡喃糖苷(ii)的混合物。

结构式：



分子式：阿维菌素B<sub>1a</sub> C<sub>48</sub>H<sub>72</sub>O<sub>14</sub>；阿维菌素B<sub>1b</sub> C<sub>47</sub>H<sub>70</sub>O<sub>14</sub>

相对分子质量：阿维菌素B<sub>1a</sub> 873.1；阿维菌素B<sub>1b</sub> 859.1

生物活性：杀虫

熔点(℃)：161.8~169.4(分解)

蒸气压(25℃)：<3.7×10<sup>-3</sup> mPa

溶解度(g/L, 20℃~25℃)：水1.21 mg/L, 甲苯23, 丙酮72, 甲醇13, 正辛醇83, 乙酸乙酯160, 二氯甲烷470, 正己烷0.11

稳定性：在pH 5~9的水溶液（25 °C）中稳定性好，对强酸、强碱敏感，在紫外光照射下首先会变成8,9-Z-异构体，然后降解为未知产物

（2）螺虫乙酯

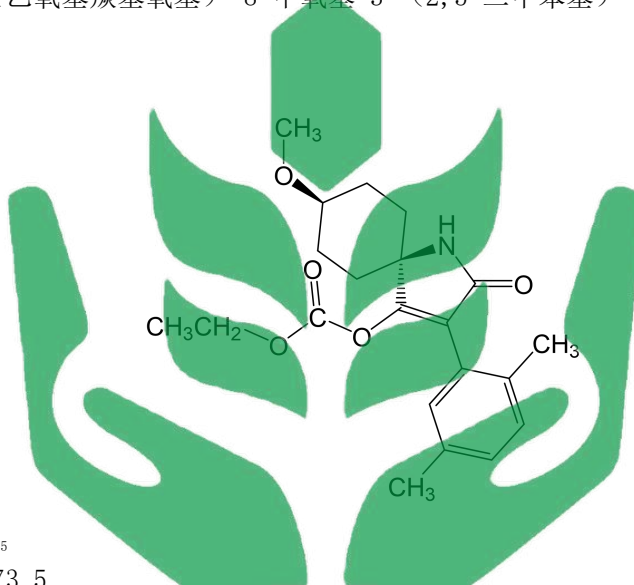
ISO通用名称：Spirotetramat

CAS登录号：203313-25-1

CIPAC数字代码：795

化学名称：顺-4-（乙氧基羰基氧基）-8-甲氧基-3-（2,5-二甲苯基）-1-氮杂螺[4.5]癸-3-烯-2-酮

结构式：



分子式：C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>5</sub>

相对分子质量：373.5

生物活性：杀虫

熔点：142 °C

沸点：235 °C分解，未沸腾

蒸气压：5.6×10<sup>-6</sup> mPa（20°C）、1.5×10<sup>-5</sup> mPa（25°C）

溶解度（g/L，20°C~25°C）：水29.9 mg/L（pH 7），正己烷0.055，二氯甲烷>600，二甲基亚砜200~300，甲苯60，丙酮100~120，乙酸乙酯67，乙醇44

稳定性：30 °C时稳定≥1 y，水解DT<sub>50</sub> 32.5 d（pH 4）、8.6 d（pH 7）、0.32 d（pH 9）（25 °C），生成相应的烯醇后稳定，不会继续水解