

ICS 65.100.10  
CCS G 25

NY

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4395—2023

## 氟虫腈原药

Fipronil technical material

2023-12-22 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：顺毅南通化工有限公司、江苏长青农化股份有限公司、安徽华星化工有限公司、浙江埃森化学有限公司、沈化测试技术(南通)有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：姜宜飞、高杰、王岱峰、郭海霞、方斌、樊丽莉、何路、刘华、胡波、秦丛生、吴进龙。



# 氟虫腈原药

## 1 范围

本文件规定了氟虫腈原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于氟虫腈原药产品的质量控制。

注：氟虫腈的其他名称、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

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

## 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

白色至淡黄色粉末，无可见外来杂质。

### 4.2 技术指标

氟虫腈原药应符合表 1 的要求。

表 1 氟虫腈原药技术指标

项目	指标
氟虫腈质量分数，%	≥95.0
水分，%	≤0.5
丙酮不溶物，%	≤0.5
pH	4.0~7.0

## 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。

### 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

#### 5.3.1 红外光谱法

氟虫腓原药与氟虫腓标样在 4 000/cm~650/cm 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。氟虫腓标样的红外光谱图见图 1。

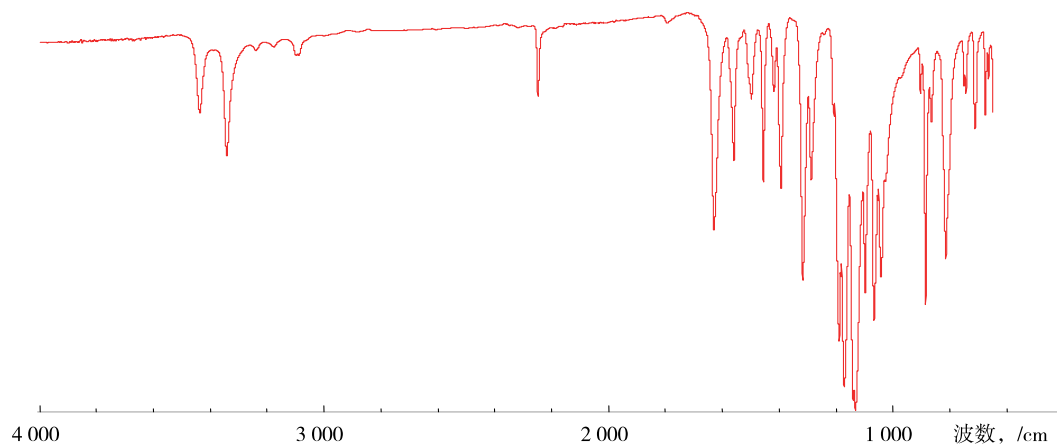


图 1 氟虫腓标样的红外光谱图

#### 5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与氟虫腓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氟虫腓色谱峰的保留时间,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 氟虫腓质量分数的测定

#### 5.5.1 方法提要

试样用异丙醇溶解,以乙腈+水为流动相,使用以 C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 280 nm 下对试样中的氟虫腓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 异丙醇: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 氟虫腓标样:已知质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C<sub>18</sub>、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 定量进样管:5 μL。

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: $\psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 65:35$ 。

5.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

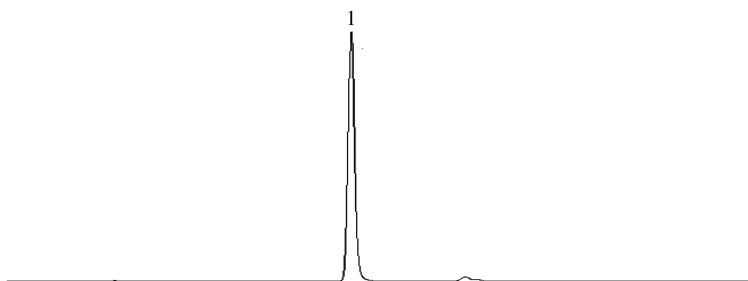
5.5.4.3 柱温:(40±2)℃。

5.5.4.4 检测波长:280 nm。

5.5.4.5 进样体积:5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间:氟虫腈约 6.9 min。

5.5.4.7 上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的氟虫腈原药的高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:  
1——氟虫腈。

图 2 氟虫腈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 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟虫腈标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 异丙醇,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用异丙醇稀释至刻度,摇匀。

### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟虫腈的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 异丙醇,超声波振荡 10 min,冷却至室温,用异丙醇稀释至刻度,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,直至相邻两针氟虫腈峰面积的相对变化小于 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氟虫腈的峰面积比分别进行平均。试样中氟虫腈的质量分数按公式(1)计算。

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

式中:

$\omega_1$ ——试样中氟虫腈质量分数的数值,单位为百分号(%);

$A_2$ ——试样溶液中氟虫腈峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样质量的数值,单位为克(g);

$\omega$ ——标样中氟虫腈质量分数的数值,单位为百分号(%);

$A_1$ ——标样溶液中氟虫腈峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

### 5.5.7 允许差

氟虫腈质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

## 5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定执行。

## 5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 的规定执行。

## 5.8 pH 的测定

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 章技术要求中外观、氟虫腈质量分数、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 1 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 判定检验结果是否符合本文件的要求。

按第 5 章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,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,氟虫腈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

氟虫腈原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定;氟虫腈原药采用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋或内衬保护层的铁桶或纸板桶包装。每袋或每桶净含量一般为 10 kg、20 kg、25 kg、50 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

氟虫腈原药包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,严防潮湿和日晒,避免渗入地面;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)

## 氟虫腓的其他名称、结构式和基本物化参数

氟虫腓的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

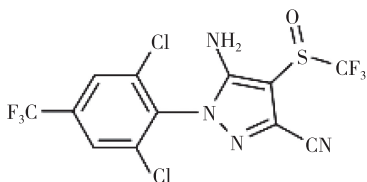
——ISO 通用名称：Fipronil；

——CAS 登录号：[120068-37-3]；

——CIPAC 数字代码：581；

——化学名称：5-氨基-1-[2,6-二氯-4-(三氟甲基)苯基]-4-[(RS)-(三氟甲基)亚磺酰基]-1*H*-吡唑-3-甲腈；

——结构式：



——分子式： $C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$ ；

——相对分子质量：437.2；

——生物活性：杀虫；

——熔点：203 ℃；

——蒸气压：0.002 mPa(25 ℃)；

——溶解度(g/L, 20 ℃~25 ℃)：水中  $1.9 \times 10^{-3}$  (pH 5)、 $1.9 \times 10^{-3}$  (蒸馏水)、 $2.4 \times 10^{-3}$  (pH 9)，丙酮中 545.9、二氯甲烷中 22.3、正己烷中 0.028、甲苯中 3.0；

——稳定性：在 pH 5 和 pH 7 水中稳定，pH 9 时缓慢水解， $DT_{50}$  约 28 d；对热稳定，在光照下缓慢降解，连续照射 12 d 后约损失 3%；在水中光解  $DT_{50}$  约 0.33 d。