

团 体 标 准

T/CCPIA 003-2019

5. 7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂

5.7% Emamectin benzoate water dispersible granules

2019 - 02 - 25 发布

2019 - 03 - 01 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：惠州市银农科技股份有限公司、浙江威尔达化工有限公司、山东省联合农药工业有限公司、河北兴柏农业科技有限公司、农业农村部农药检定所。

本标准主要起草人：武鹏、冯彦妮、韦沙迪、杨婷、崔建华、王志亭、郭海霞、王庆敏。

CCPIA
团体标准

5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂

1 范围

本标准规定了5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药与适宜的助剂和填料加工制成的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂。

注：甲氨基阿维菌素和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、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 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- 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 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—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法
- GB/T 32775 农药分散性测定方法
- GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

3 要求

3.1 外观

应为干燥的、能自由流动的颗粒，基本无粉尘，无可见外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂还应符合表1要求。

表1 5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂控制项目指标

项 目	指 标
甲氨基阿维菌素质量分数/%	5.0 ^{+0.5} _{-0.5}
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂质量分数/%	5.7 ^{+0.5} _{-0.5}
α (B_{1a}/B_{1b}) \geq	20
pH 范围	5.5~8.5
水分/% \leq	3.0
润湿时间/s \leq	90
悬浮率/% \geq	70
湿筛试验(通过 75 μ m 试验筛)/% \geq	98
分散性/% \geq	80
持久起泡性 (1 min 后泡沫量) /mL \leq	60
耐磨性/% \geq	90
粉尘	合格
热储稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时, 热储稳定性试验每 3 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

本标准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4.3.3进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.3方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件; 最终抽样量应不少于600 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下, 试样溶液中某二色谱峰的保留时间与标样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 和 B_{1b} 色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

4.4 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂质量分数以及 α (B_{1a}/B_{1b}) 的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+乙腈+氨水溶液为流动相, 使用 C_{18} 不锈钢柱和紫外检测器, 在波长 245 nm 下对试样中的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂进行高效液相色谱分离, 外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

氨水（ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）=25%~28%。

氨水溶液：体积比： Ψ （ $\text{H}_2\text{O} : \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）=300 : 1。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样：已知甲氨基阿维菌素苯甲酸盐（ $\text{B}_{1a} + \text{B}_{1b}$ ）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇 : 乙腈 : 氨水溶液）=40 : 40 : 20，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.5 mL/min。

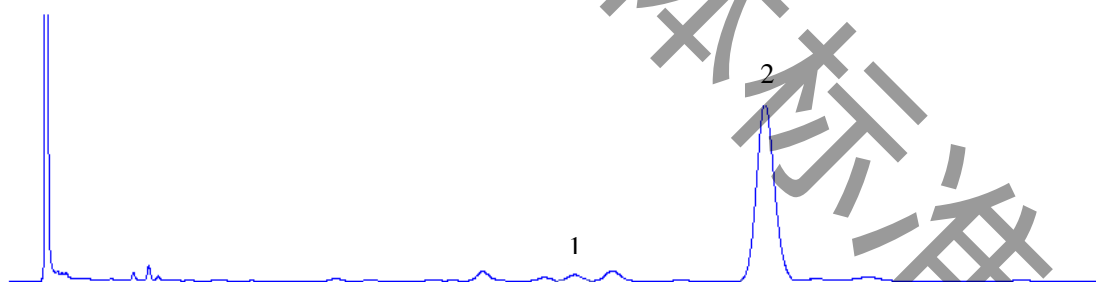
柱温：室温（温差应不大于2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL 。

保留时间： B_{1b} 约15.5 min， B_{1a} 约20.6 min。

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做适当调整，以期获得最佳效果，典型的5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂中甲氨基阿维菌素的液相色谱图见图1。



说明：

1——甲氨基阿维菌素 B_{1b} ；

2——甲氨基阿维菌素 B_{1a} 。

图1 5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散剂中甲氨基阿维菌素的液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标准溶液的制备

称取0.02 g（精确至0.000 01 g）甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并

稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使标样溶解，冷却至室温，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.02 g（精确至 0.000 01 g）甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀，过滤。

4.4.5.3 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，直至相邻两针甲氨基阿维菌素峰面积相对变化小于 1.5% 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。

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甲氨基阿维菌素的峰面积分别进行平均。试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数按公式（1）计算，甲氨基阿维菌素的质量分数按公式（2）计算：

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

$$\omega_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times \frac{886.13}{1008.26} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数，以%表示；

ω_2 ——试样中甲氨基阿维菌素质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中甲氨基阿维菌素（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中甲氨基阿维菌素（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样（ $B_{1a}+B_{1b}$ ）的质量分数，以%表示；

886.13——甲氨基阿维菌素的相对分子质量；

1008.26——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的相对分子质量。

试样中 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ 按式（3）计算：

$$\alpha (B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_3}{A_4} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_3 ——两针试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 峰面积平均值；

A_4 ——两针试样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1b} 峰面积平均值。

4.4.6 允许差

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.2进行。

4.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

4.9 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

4.10 悬浮率的测定

称取1.0 g（精确至0.0002 g）的试样，按GB/T 14825—2006中4.2进行。将量筒底部剩余的1/10悬浮液及沉淀物全部转移到50 mL容量瓶中，用25 mL甲醇分三次洗涤量筒，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡5 min使样品溶解，取出冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按4.4测定甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量并计算悬浮率。

4.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.12 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

4.13 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

4.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.3进行。热储后，甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数不低于储前的95%， α (B_{1a}/B_{1b})、pH值、湿筛试验、悬浮率、分散性、耐磨性和粉尘符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定：采用铝箔袋、PE塑料瓶包装，外包装用瓦楞纸板箱，每袋净含量10 g、15 g，每瓶净含量100 g、250 g，每箱净含量不超过15 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式包装，但需符合GB 3796的规定。

6.2 储运

5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂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，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)

甲氨基阿维菌素和甲氨基阿维菌素苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分甲氨基阿维菌素的其他名称、结构式和基本物化参数

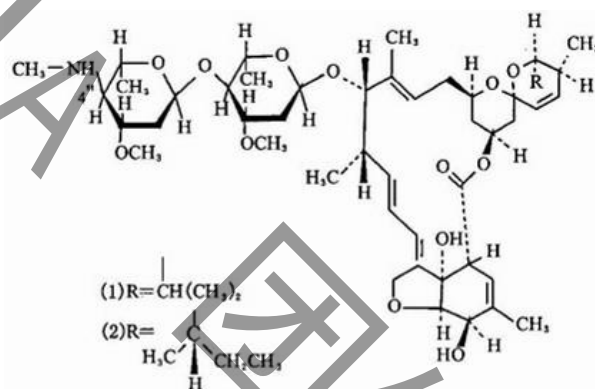
ISO 通用名称: Emamectin

CIPAC 数字代码: 791

CAS 登记号: 119791-41-2

化学名称: 4''-甲氨基-4''-脱氧阿维菌素 B₁

结构式:



实验式: (1) B_{1b}: C₄₈H₇₃NO₁₃, (2) B_{1a}: C₄₉H₇₅NO₁₃

相对分子质量: B_{1b}: 872.1, B_{1a}: 886.1

溶解度: 溶于丙酮和甲醇, 微溶于水, 不溶于己烷

稳定性: 在通常的贮存条件下稳定, 对紫外光不稳定。

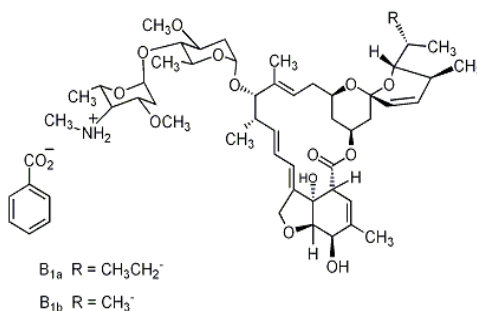
A.2 本产品有效成分甲氨基阿维菌素苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Emamectin benzoate

CAS 登记号: 155569-91-8

化学名称: 4''-表-甲氨基-4''-脱氧阿维菌素苯甲酸

结构式:



实验式：(1) B_{1b}: C₅₅H₇₉NO₁₅, (2) B_{1a}: C₅₆H₈₁NO₁₅

相对分子质量：B_{1b}: 994.2, B_{1a}: 1008.3

熔点：141 °C~146 °C

溶解度：水中0.024 g/L (pH7, 25 °C)

稳定性：25 °C时在pH5、6、7、8水溶液中稳定，光解迅速。

CCPIA

团体标准