

团 体 标 准

T/CCPIA 006-2019

600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂

600 g/L Imidacloprid suspension concentrate for seed treatment

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：安徽丰乐农化有限责任公司、深圳诺普信农化股份有限公司、吉林省八达农药有限公司、山东省联合农药工业有限公司、江苏省农垦生物化学有限公司、拜耳作物科学（中国）有限公司、贵州省分析测试研究院。

本标准主要起草人：聂天堂、朱平、高瞻、王芳、李欧燕、吴景龙、李颖、刘杰、华敬本、江涛、彩婷婷、鲁忠华、林绍霞、罗艳、蒋云。

团体标准

600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂

1 范围

本标准规定了600 g/L吡虫啉种子处理悬浮剂的要求、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吡虫啉原药、载体与助剂经加工制成的600 g/L吡虫啉种子处理悬浮剂。

注：吡虫啉其他名称、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 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 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 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 要求

3.1 外观

应为可流动、易测量体积的悬浮液体。应加入警戒色，经过搅拌和摇晃在水中稀释后能形成均匀的悬浮液体。

3.2 技术指标

600 g/L吡虫啉种子处理悬浮剂还应符合表1要求。

表1 600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
吡虫啉质量分数 ^a /%		48.0 _{2.4} ^{2.4}	
吡虫啉质量浓度(20 ℃) / (g/L)		600 ₃₀ ³⁰	
pH范围		5.0~8.0	
附着性/%	≥	90	
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 μm试验筛) /%		≥	99
持久起泡性(1 min后的泡沫量) /mL		≤	50
低温稳定性 ^b		合格	
热储稳定性 ^b		合格	
^a 当质量发生争议时,以质量分数为仲裁; ^b 正常生产时,低温稳定性试验、热储稳定性试验每3个月至少进行一次。			

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5.3.2进行。用随机数表示确定抽样的包装件,最终抽样量不少于1000 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液同一色谱峰的保留时间与标样溶液吡虫啉色谱峰的保留时间,其相对差值1.5%以内。

4.4 吡虫啉质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在检测波长260 nm下,对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

吡虫啉标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm ×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装C₁₈、5 μm填充物（或具等效效果的色谱柱）。

色谱工作站。

微量进样器：100 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ （甲醇：水）= 65：35，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：0.9 mL/min。

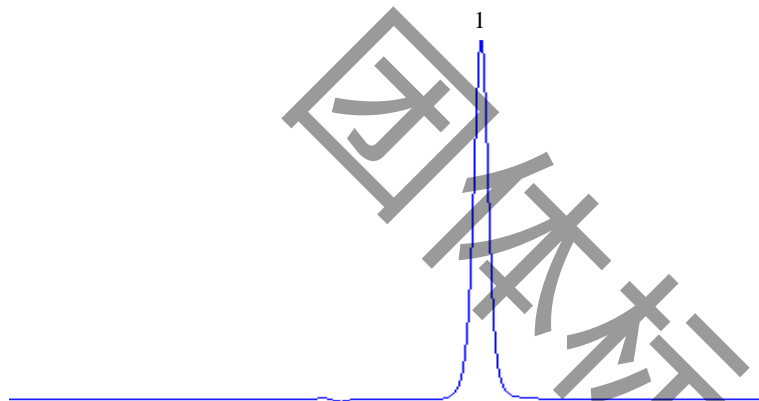
柱温：室温（温差变化应不大于2 ℃）。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：吡虫啉约4.0 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的600 g/L吡虫啉种子处理悬浮剂的高效液相色谱图见图1。



说明：

1——吡虫啉。

图1 600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 2 g）吡虫啉标样于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解，在超声波中振荡3 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 2 g）吡虫啉的试样于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解，在超声波中震荡3 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

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，直至相邻两针吡虫啉峰面积相对变化小于1.5%时，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吡虫啉的峰面积分别进行平均，试样中吡虫啉质量分数 ω_1 （%）按式（1）计算，吡虫啉质量浓度 ω_2 （g/L）按式（2）计算：

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

$$\omega_2 = \omega_1 \times \rho \times 10 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

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 ——标样中吡虫啉的质量分数，以%表示；

ρ ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按GB/T 32776—2016中3.4进行）。

4.4.6 允许差

吡虫啉质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.0%，取其算数平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601进行。

4.6 附着性的测定

4.6.1 方法提要

按CIPAC方法中MT 194进行。经过包衣的种子通过上端玻璃漏斗倒落在导槽隔门上，打开隔门，种子在固定高度上自由落体在筛子上，从种子上脱落的药剂粉未经筛子实现分离。上述过程重复进行5次，测定种子上残留的药剂含量，并与未经试验的种子上的药剂量进行比较，计算药剂的附着性。

4.6.2 仪器

玻璃圆柱形导槽：长410 mm~470 mm，内径（i.d.）80 mm~85 mm。

下端密封连接玻璃漏斗：高100 mm，内径（i.d.）80 mm~85 mm，下口径15 mm~30 mm，长15 mm~30 mm。

上端玻璃漏斗：上口径为（i.d.）145 mm~175 mm，下口径（i.d.）15 mm~30 mm，下口径长度15 mm~30 mm。

滑盖门：安装在漏斗底部。

支架：保证导槽处于垂直状态。

试验筛：网眼尺寸小于被测种子，以防止被测种子通过试验筛。

锥形瓶：250 mL。

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装C₁₈、5 μm填充物（或具等效效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：100 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

离心机。

4.6.3 试剂

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

4.6.4 测定步骤

称取种子50 g（精确至1 g）于培养皿中，用注射器吸取试样1 g，注入到培养皿中，加盖翻转5 min，打开盖子，将包衣种子平展开，放置至药液干燥，待用。

将按上述处理的330 g种子，储存在温度23℃±5℃，相对湿度40%~60%的环境条件下至少24 h。从准备好的种子样品中各称取3份20 g的样本到3个锥形瓶中，加入50 mL甲醇，在超声波振荡中至种子表面的染料完全溶解。取出静置10 min或离心，移取清液50 mL于100 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，按4.4中方法测定试样中吡虫啉的质量 m_1 、 m_2 、 m_3 。

将剩余的270 g种子按照每份90 g均分成3份，并按下述方式进行试验：90 g样本经过上端玻璃漏斗缓慢倒入圆柱导槽中，当所有种子均到达导槽底部时，打开隔门，使种子自由落体在筛子上，关闭隔门。种子掉落过程中不必清理实验装置，按上述过程再重复4次，取出20 g样本，用于种子上药剂量测试。在进行下一批次样本实验前，将导槽、筛子、和装置上的残留粉末清理干净，将剩余的2份样本重复以上实验过程，跌落试验完成后取出的3份样本，按未进行实验的种子样品处理后，按4.4中方法测定试样中吡虫啉的质量 m_1 、 m_2 、 m_3 。

附着性装置图见图2。

单位为毫米

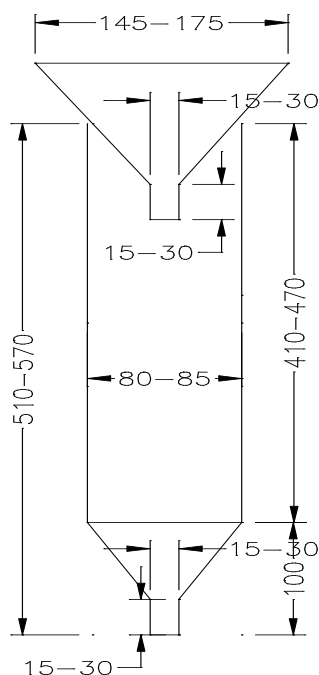


图2 仪器装置

4.6.5 计算

种子附着性 ω_3 的计算按式(6)计算:

$$m = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{3} \dots\dots\dots (4)$$

$$m' = \frac{m'_1 + m'_2 + m'_3}{3} \dots\dots\dots (5)$$

$$\omega_3 = \frac{m'}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ω_3 ——试样的附着性,以%表示;

m ——未进行过实验操作后3份样本中吡虫啉质量的均值,单位为克(g);

m' ——进行过实验操作的3份样本中吡虫啉质量的均值,单位为克(g)。

4.7 悬浮率的测定

称取1.0 g(精确至0.000 2 g)的试样,按GB/T 14825—2006中4.2进行。将量筒底部剩余的1/10悬浮液及沉淀物转移至50 mL容量瓶中,用30 mL甲醇分3次将25 mL的剩余物全部洗入50 mL容量瓶中,超声波中震荡3 min,冷却至室温,定容,摇匀,过滤后,按4.4测定吡虫啉的质量,计算其悬浮率。

4.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。湿筛试验符合标准要求为合格。

4.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热储后，吡虫啉的质量分数不低于储前的 95%，pH 值、附着性、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍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，600 g/L 吡虫啉种子处理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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮剂应用聚酯瓶包装，每瓶净含量为 50 g、100 g、500 g。也可根据用户要求或定货协议，采用其它形式的包装，但应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

600 g/L 吡虫啉种子处理悬浮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)

吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数

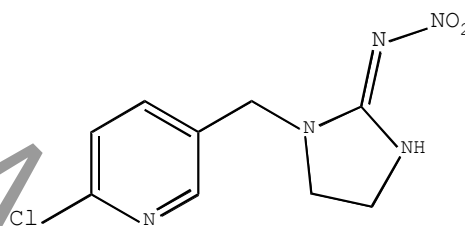
A.1 本产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Imidacloprid

CAS登记号: 138261-41-3

化学名称: 1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子量: 255.7

生物活性: 杀虫

熔点: 144 °C

密度 (25 °C): 1.54 g/cm³

蒸气压 (20 °C): 4×10^{-7} mPa

溶解度 (g/L, 20 °C): 水中 0.61, 二氯甲烷中 67, 异丙醇中 1.2, 甲苯中 0.68, 正己烷中 <0.1

稳定性: pH 5~11时稳定, 不易水解。