

# 团 体 标 准

T/CCPIA 013-2019

0.12%噻虫嗪颗粒剂

0.12% Thiamethoxam 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：广西田园生化股份有限公司、河南远见农业科技有限公司、孟州沙隆达植物保护技术有限公司、浙江省农业科学院。

本标准主要起草人：胡秀卿、赵学平、丁培芳、张云林、赵玉玺、刘卫强。

CCPIA  
团体标准

# 0.12%噻虫嗪颗粒剂

## 1 范围

本标准规定了0.12%噻虫嗪颗粒剂的要求、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噻虫嗪原药、载体及适宜的助剂用包衣法加工而成的0.12%噻虫嗪颗粒剂。

注：噻虫嗪的其他名称、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 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 颗粒状农药粉尘测定方法

## 3 要求

### 3.1 外观

应是干燥、自由流动的颗粒，无可见的外来物和硬块，基本无粉尘。

### 3.2 技术指标

0.12%噻虫嗪颗粒剂还应符合表1要求。

表1 0.12%噻虫嗪颗粒剂控制项目指标

项 目		指 标
噻虫嗪质量分数/%		0.12 <sup>+0.03</sup> <sub>-0.03</sub>
水分/% ≤		5.0
堆密度	松密度/ g/mL	0.7~1.1
	实密度/ g/mL	0.8~1.2
pH范围		5.0~8.0
粒度范围(1.25 mm~4.75 mm)/% ≥		90.0
脱落率/% ≤		3.0
粉尘		合格
热储稳定性 <sup>a</sup>		合格
<sup>a</sup> 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中的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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噻虫嗪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噻虫嗪色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

##### 4.4 噻虫嗪质量分数的测定

###### 4.4.1 方法提要

试样经粉碎混匀后用甲醇水溶解，以乙腈+水为流动相，使用ODS-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的噻虫嗪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

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

甲醇水溶液： $\psi$ (甲醇:水)=50:50。

噻虫嗪标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.5\%$ 。

#### 4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ODS-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m 填充物(或同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约0.45  $\mu$ m。

微量进样器：50  $\mu$ L。

定量进样管：5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\psi$ (乙腈:水)=40:60，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

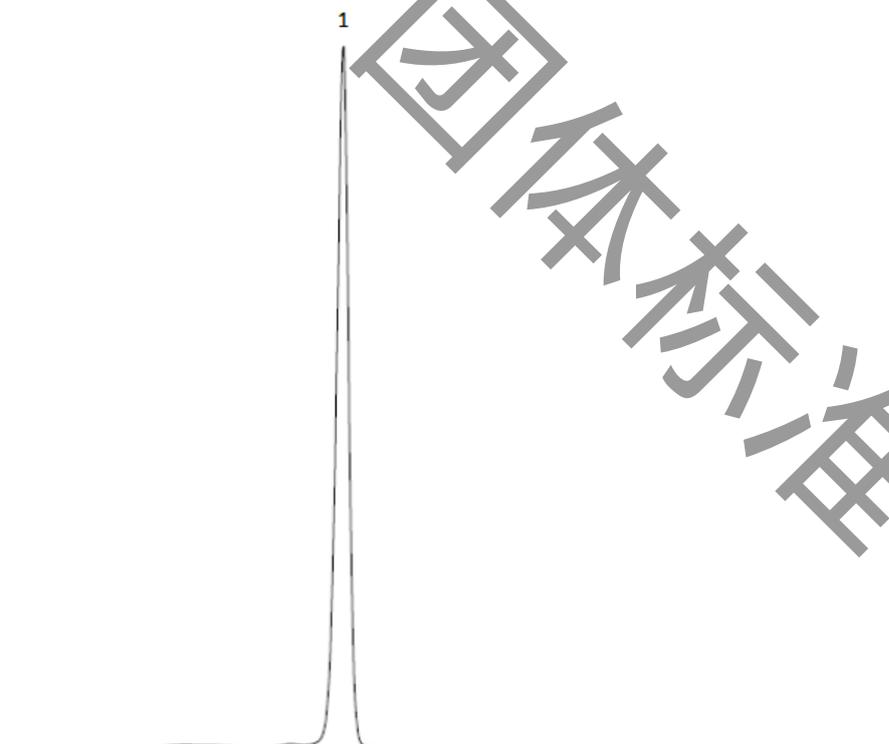
柱温：室温（温差变化应不大于2℃）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

保留时间：噻虫嗪约2.6 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作适当调整，以期获得最佳效果，典型的0.12%噻虫嗪颗粒剂的高效液相色谱图见图1。



说明：

1——噻虫嗪。

图1 0.12%噻虫嗪颗粒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 1 g）噻虫嗪标样于50 mL容量瓶中，用甲醇水溶液溶解并定容至刻度，摇匀，准确移取上述溶液5.0 mL，置于50 mL容量瓶中，用甲醇水溶液稀释至刻度，摇匀。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取经研磨粉碎混匀后含0.005 g（精确至0.000 1 g）噻虫嗪的试样于100 mL容量瓶中，准确移取50 mL甲醇水溶液，超声振荡15 min使其完全溶解，放置至室温，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，直至相邻两针噻虫嗪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噻虫嗪峰面积分别进行平均。试样中噻虫嗪的质量分数按式(1)计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中噻虫嗪的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值；

$A_2$ ——试样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值；

$m_1$ ——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）；

$\omega$ ——标样中噻虫嗪的质量分数，以%表示；

$f$ ——标样的稀释因子， $f=0.1$ 。

#### 4.4.6 允许差

噻虫嗪质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.02%，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2.2进行。

#### 4.6 堆密度的测定

##### 4.6.1 方法提要

已知质量的试样放入玻璃量筒中，测量其体积。然后将量筒垂直提高25 mm，落在橡胶垫上，重复做100次后再测定试样的体积。

##### 4.6.2 仪器

量筒：250 mL；

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

#### 4.6.3 测定步骤

称取约占90%量筒体积的试样（精确至0.1 g）于蜡光纸上，将纸折成斜槽，使试样滑入量筒，轻轻弄平颗粒表面，测量体积，精确至1 mL（ $V_1$ ）。轻握量筒上部，提高25 mm，让其落在橡胶基垫上，如此重复100次，每2 s重复1次，测量并记录颗粒体积，精确至1 mL（ $V_2$ ）。

#### 4.6.4 计算

试样的松密度 $\rho_1$ （g/mL）和实密度 $\rho_2$ （g/mL）分别按式（2）和式（3）计算：

$$\rho_1 = \frac{m_3}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_2 = \frac{m_3}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_3$ ——试样质量的数值，单位为克（g）。

#### 4.7 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.8 粒度范围

##### 4.8.1 仪器

标准筛组：孔径1.25 mm、4.75 mm各一个，并配有底盘和筛盖；

电动振筛机：振幅为36 mm，240 次/min。

##### 4.8.2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大粒径筛置于小孔径筛上面，筛下装承接盘，准确称取约100 g（精确至0.1 g）的试样，置于上面筛上，加盖密封，将组合好的筛组安装在振荡机上，启动振筛机振荡10 min。然后取出粒径范围内筛上物进行称量。

##### 4.8.3 计算

试样的粒度 $w_2$ （%）按式（4）计算：

$$w_2 = \frac{m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_4$ ——小孔径筛上物质量，单位为克（g）；

$m_5$ ——试样质量，单位为克（g）。

#### 4.9 脱落率

#### 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。

钢球或瓷球：15个（ $\Phi 7.9$  mm）。

电动振筛机：振幅为36 mm，240次/min。

#### 4.9.2 测定步骤

准确称取已测过粒度的试样约50 g（精确至0.1 g），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振荡15 min，准确称取接盘内试样质量（精确至0.1 g）。

#### 4.9.3 计算

试样的脱落率 $w_3$ （%），按式（5）计算：

$$w_3 = \frac{m_6}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_6$ ——接盘中试样质量，单位为克（g）；

$m_7$ ——试样的质量，单位为克（g）。

#### 4.10 粉尘的测定

按 GB/T 30360进行。测得粉尘 $\leq 30$  mg为合格。

#### 4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003中2.3进行。热储后，噻虫嗪质量分数应不低于储前的95%，pH值、粒度范围、粉尘、脱落率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，0.12%噻虫嗪颗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

0.12%噻虫嗪颗粒剂的标志、标签和包装，应符合GB 3796的规定。

0.12%噻虫嗪颗粒剂采用两层包装，内袋为塑料袋，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。0.12%噻虫嗪颗粒剂应用铝塑复合袋密封包装。每袋最大包装净含量不超过20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但要符合GB 3796的规定。

## 6.2 储运

0.12%噻虫嗪颗粒剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中，堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

CCPIA

团体标准

## 附录 A

(资料性附录)

## 噻虫嗪的其它名称、结构式和基本物化参数

## A.1 本产品有效成分噻虫嗪的其它名称、结构式和基本物化参数

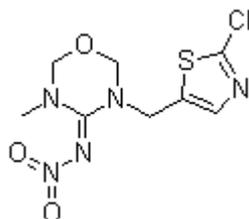
中文通用名：噻虫嗪

ISO通用名称：Thiamethoxam

CAS 登记号：153719-23-4

化学名称：(EZ)-3-(2-氯-1,3-噻唑-5-基甲基)-5-甲基-1,3,5-恶二嗪-4-基亚(硝基)胺

结构式：

实验式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>5</sub>O<sub>3</sub>S

相对分子质量：291.71

生物活性：杀虫

熔点：139.1℃

蒸气压 (20℃)：6.6×10<sup>-9</sup> Pa

溶解度 (25℃,g/L)：水4.1，丙酮48，乙酸乙酯 7.0，甲醇13，二氯甲烷110，己烷>1 mg/L，辛醇620 mg/L，甲苯680 mg/L