

团 体 标 准

T/CCPIA 049—2020

0.5%噻虫胺颗粒剂

0.5% Clothianidin granule

2020-02-25 发布

2020-02-25 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：山东省联合农药工业有限公司、山东大农药业有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：王博、张佳庆、刘杰、黄新玉、滕振远、余友成。



CCPIA

0.5%噻虫胺颗粒剂

1 范围

本标准规定了0.5%噻虫胺颗粒剂的要求、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胺原药、载体及适宜的助剂加工而成的0.5%噻虫胺颗粒剂。

注：噻虫胺的其他名称、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

GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

GB/T 33810 农药堆密度测定方法要求

2.1 外观

应为干燥、可自由流动的颗粒，无可见的外来物和硬块，基本无粉尘。

2.2 技术指标

0.5%噻虫胺颗粒剂还应符合表1要求。

表1 0.5%噻虫胺颗粒剂控制项目指标

| 项 目 | | 指 标 |
|---|------------|--|
| 噻虫胺质量分数/% | | 0.50 ^{+0.12} _{-0.12} |
| 水分/% ≤ | | 3.0 |
| 堆密度 | 松密度/(g/mL) | 0.7~1.3 |
| | 实密度/(g/mL) | 0.8~1.4 |
| pH 范围 | | 5.0~9.0 |
| 粒度范围(孔径之比为4:1的两个标准筛 ^a 之间物)/% ≥ | | 90 |
| 粉尘 | | 合格 |
| 耐磨性/% ≥ | | 97 |
| 热储稳定性 ^b | | 合格 |
| ^a 标准筛的孔径根据具体产品确定； ^b 正常生产时，热储稳定性试验每3个月至少进行一次。 | | |

3 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。

3.1 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。

3.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.3 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。

3.3 鉴别试验

本鉴别试验可与噻虫胺质量分数的测定同时进行。在相同色谱条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中噻虫胺色谱峰的保留时间其相对差值应在 1.5% 以内。

3.4 噻虫胺质量分数的测定

3.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+0.1%磷酸水溶液为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 269 nm 下对试样中的噻虫胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

3.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

磷酸。

0.1%磷酸水溶液。

噻虫胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

3.4.3 仪器

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。

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。

3.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ν (甲醇 : 0.1%磷酸水溶液)=50:50，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：0.6 mL/min；

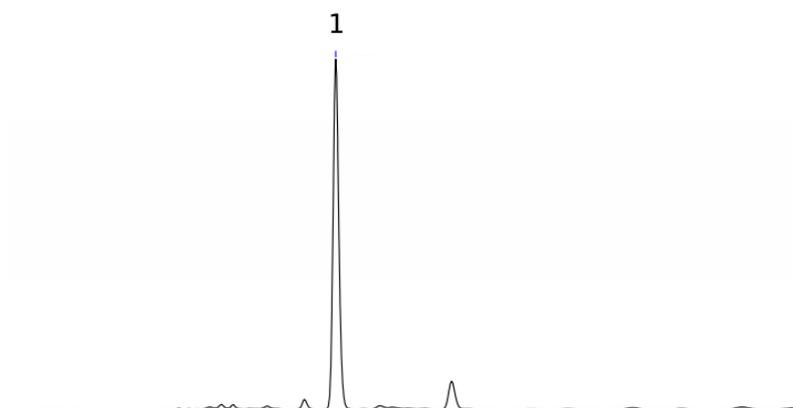
柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

检测波长：269 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：噻虫胺约 8.2 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 0.5%噻虫胺颗粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——噻虫胺。

图1 0.5%噻虫胺颗粒剂的高效液相色谱图

3.4.5 测定步骤

3.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1g) 噻虫胺标样于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 超声波振荡 15 min, 冷却至室温, 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。

3.4.5.2 试样溶液的制备

称取 2 g (精确至 0.000 1 g) 试样于 100 mL 容量瓶中, 加入 50 mL 甲醇, 超声波振荡 15 min, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。

3.4.5.3 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, 直至相邻两针噻虫胺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。

3.4.5.4 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的噻虫胺峰面积分别进行平均, 试样中噻虫胺质量分数按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times 10} \quad (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中噻虫胺的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中噻虫胺峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中噻虫胺的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中噻虫胺峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g);

10——标样稀释倍数。

3.4.6 允许差

噻虫胺质量分数两次平行测定结果之差, 应不大于 0.05%, 取其算术平均值作为测定结果。

3.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

3.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

3.7 堆密度的测定

按 GB/T 33810 进行。

3.8 粒度范围的测定

3.8.1 仪器

标准筛组：孔径之比为4:1的两个标准筛，并配有筛底和筛盖，标准筛孔径根据样品粒度确定。

振筛机：振幅36 mm，振荡次数243次/min，振荡时间10 min。

3.8.2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大孔径筛置于小孔径筛的上面，筛下装筛底，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，称取100 g(精确至0.1 g)试样，置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡10 min，收集小孔径筛上物称量。

3.8.3 计算

试样的粒度范围按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

ω_2 ——试样的粒度范围，以%表示；

m_1 ——小孔径筛上物质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

3.9 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

3.10 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

3.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行。热储后，有效成分噻虫胺的相对分解率不大于 5%，粒度范围、pH 值、粉尘和耐磨性符合标准要求为合格。

4 验收和质量保证期

4.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

4.2 质量保证期

在规定的储运条件下，0.5%噻虫胺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。

5 标志、标签、包装、储运

5.1 标志、标签和包装

0.5%噻虫胺颗粒剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

0.5%噻虫胺颗粒剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋或铝箔袋包装，小包装每袋净含量 250 g 等，大包装每袋净含量为 1 kg 等。也可以根据用户要求和订货协议，采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

5.2 储运

0.5%噻虫胺颗粒剂储运时，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、干燥的仓库中。



附录 A
(资料性附录)

噻虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分噻虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Clothianidin

CAS登录号: 210880-92-5

CIPAC数字代码: 738

化学名称: (E)-1-(2-氯-1,3-噻唑-5-基甲基)-3-甲基-2-硝基胍

结构式:



实验式: $C_8H_8ClN_5O_2S$

相对分子质量: 249.7

生物活性: 杀虫

熔点: 176.8 °C

蒸气压 (mPa): 3.8×10^{-8} (20 °C)、 1.3×10^{-7} (25 °C)

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C): 水0.304 (pH 4)、0.340 (pH 10) 丙酮15.2, 甲醇6.26, 乙酸乙酯2.03, 二氯甲烷1.32, 二甲苯0.0128, 正庚烷<0.00104, 正辛醇0.938

稳定性: 在pH 5和7的水溶液 (50 °C) 中稳定, DT_{50} 1401 d (pH 9, 20 °C), 水中光解 DT_{50} 3.3 h (pH 7, 25 °C)

CCPIA