

# 团 体 标 准

T/CCPIA 048—2020

---

## 30% 噻唑磷微囊悬浮剂

30% Fosthiazate aqueous capsule suspension

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：山东联合农药工业有限公司、青岛金尔农化研制开发有限公司、青岛恒丰作物科学有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：侯德粉、张晓霞、姜文文、徐冉、刘会涛、路波、段又生。



# CCPIA

# 30%噻唑磷微囊悬浮剂

## 1 范围

本标准规定了30%噻唑磷微囊悬浮剂的要求、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噻唑磷原药、载体及适宜的助剂加工而成的30%噻唑磷微囊悬浮剂。

注：噻唑磷的其他名称、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 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 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

## 3 要求

### 3.1 外观

应为可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现分层，但经摇动，应恢复原状，不应有絮凝或结块。

### 3.2 技术指标

30%噻唑磷微囊悬浮剂还应符合表1要求。

表1 30%噻唑磷微囊悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
噻唑磷质量分数/%		$30.0_{-1.5}^{+1.5}$
游离噻唑磷质量分数/%		$\leq 3.0$
pH 范围		5.0~8.0
湿筛试验(通过 75 $\mu\text{m}$ 试验筛)/%		$\geq 98$
悬浮率/%		$\geq 90$
自发分散性/%		$\geq 95$
倾倒性	倾倒后残余物/%	$\leq 5.0$
	洗涤后残余物/%	$\leq 0.5$
释放速率 <sup>a,b</sup>	10 min 囊外噻唑磷质量占噻唑磷总质量的百分数/%	30~55
	30 min 囊外噻唑磷质量占噻唑磷总质量的百分数/%	40~65
	180 min 囊外噻唑磷质量占噻唑磷总质量的百分数/%	$\geq 70$
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL		$\leq 25$
冻融稳定性 <sup>a</sup>		合格
热储稳定性 <sup>a</sup>		合格
<sup>a</sup> 正常生产时, 释放速率、冻融稳定性和热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。 <sup>b</sup> 释放速率仅适用于具有缓释或控释功能的微囊悬浮剂, 具体控制指标和测定方法应根据产品特性进行相应调整。		

#### 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 中的 5.3.2 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 800 mL。

##### 4.3 鉴别试验

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

##### 4.4 噻唑磷质量分数的测定

#### 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  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 220 nm 下对试样中的噻唑膦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。

乙二醇。

20% 乙二醇水溶液。

水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。

噻唑膦标样: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  $\mu\text{m}$  不锈钢柱(或同等效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

微量进样器:50  $\mu\text{L}$ 。

定量进样管:5  $\mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

低速离心机。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi$ (甲醇:水)=70:30,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温度变化应不大于 2  $^{\circ}\text{C}$ );

检测波长:220 nm;

进样体积:5  $\mu\text{L}$ ;

保留时间:噻唑膦约 6.0 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 30%噻唑膦微囊悬浮剂高效液相色谱图见图 1,30%噻唑膦微囊悬浮剂中游离噻唑膦的高效液相色谱图见图 2。

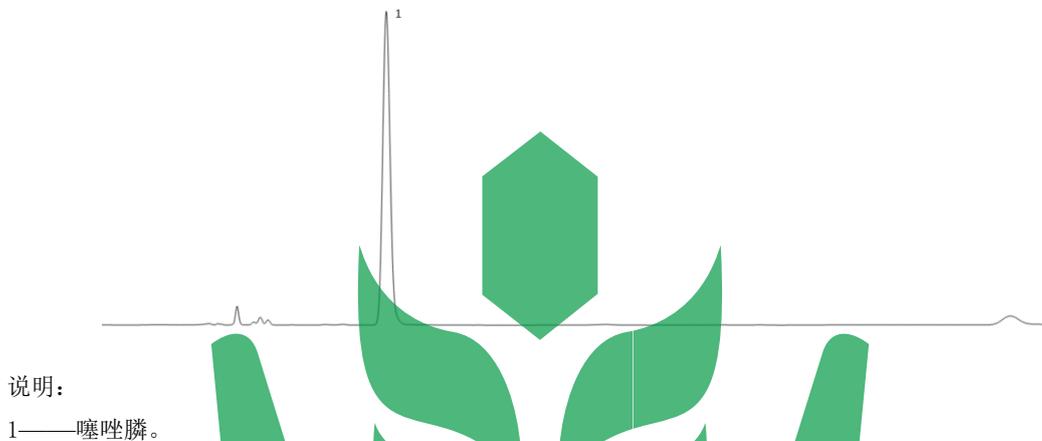


图1 30%噻唑磷微囊悬浮剂高效液相色谱图



图2 30%噻唑磷微囊悬浮剂中游离噻唑磷的高效液相色谱图

#### 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) 噻唑磷标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

##### 4.4.5.2 噻唑磷试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 噻唑磷的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 10 min 使样品溶解，冷却至室温，摇匀，过滤。

##### 4.4.5.3 测定游离噻唑磷试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 噻唑磷的试样，置于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 20% 乙二醇水溶液稀释样品，并摇匀，以 3000 r/min 离心 5 min，立刻将上清液用 0.45 μm 滤膜过滤。

#### 4.4.5.4 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，直至相邻两针噻唑磷峰面积相对变化小于 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。

#### 4.4.5.5 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唑磷峰面积分别进行平均，试样中噻唑磷质量分数和游离噻唑磷质量分数按式（1）计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中噻唑磷（游离噻唑磷）的质量分数，以%表示；

$A_2$ ——试样溶液中噻唑磷（游离噻唑磷）峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中噻唑磷的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中噻唑磷峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样（测定游离噻唑磷试样）的质量，单位为克（g）；

$n$ ——稀释因子，测定噻唑磷的质量分数时  $n=1$ ，测定游离噻唑磷质量分数时  $n=5$ 。

#### 4.4.6 允许差

噻唑磷质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。游离噻唑磷质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.3%，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 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

#### 4.7 悬浮率的测定

称取 1.0 g（精确至 0.000 1 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 100 mL 容量瓶中。用 50 mL 甲醇洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，用甲醇稀释至刻度，超声振荡 10 min，取出冷却至室温，摇匀，过滤。按 4.4 测定噻唑磷质量，计算其悬浮率。

#### 4.8 自发分散性的测定

##### 4.8.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配置成适当浓度的悬浮液。在规定条件下，于量筒中静置一定时间，测定底部十分之一悬浮液中有效成分质量，计算其自发分散性。

#### 4.8.2 试剂

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 配制。

#### 4.8.3 仪器

量筒：250 mL，带磨口玻璃塞，0~250 mL 刻度间距为 20.0 cm~21.5 cm，250 mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4 cm~6 cm。

玻璃吸管：长约 40 cm，内径约为 5 mm，一端尖处有约 2 mm~3 mm 的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上。

恒温水浴： $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ，水浴液面应没过量筒颈部。

#### 4.8.4 测定步骤

在 250 mL 量筒中加入 237.5 mL ( $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ) 的标准硬水，然后放于天平上，加入 12.5 mL 样品，记录加入样品质量（精确至 0.0001 g），15 s 内完全加完。盖上塞子，以量筒底部为轴心，将量筒上下颠倒 1 次。打开塞子，再垂直放入无振动的恒温水浴中，避免阳光直射，放置 5 min。用吸管在 10 s~15 s 内将内容物的 9/10（即 225 mL）悬浮液移出，不要摇动或挑起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。

按 4.4 测定留在量筒底部 25 mL 悬浮液中的有效成分质量，计算其自发分散性。

#### 4.8.5 计算

试样中噻唑磷自发分散性按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样的自发分散性，以%表示；

$m_3$ ——配制悬浮液所取试样的质量，单位为克（g）；

$m_4$ ——留在量筒底部 25 mL 悬浮液中有效成分的质量，单位为克（g）；

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

#### 4.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

#### 4.10 释放速率的测定

##### 4.10.1 方法提要

称取一定试样置于 100 mL 容量瓶中，用特定溶液定容，摇匀后在规定条件下用磁力搅拌器不停搅动，于 10 min、30 min 和 180 min 时取样测定溶液中囊外噻唑磷质量分数，计算其释放速率。

##### 4.10.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。  
 特定溶液： $\Psi$ （甲醇:水）=45:55。  
 噻唑膦标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 4.10.3 仪器

恒温磁力搅拌器：1000 r/min。  
 过滤器：滤膜孔径约0.22  $\mu\text{m}$ 。

#### 4.10.4 试验步骤

称取含 0.1 g（精确至 0.000 1 g）噻唑膦的试样于 100 mL 容量瓶中，用特定溶液稀释至刻度线，加入转子，立刻将容量瓶放于磁力搅拌器上，控制温度为  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，设定转速为 1000 r/min，分别于 10 min、30 min 和 180 min 时取 1 mL 溶液，迅速过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜。按 4.4 测定噻唑膦的质量，计算释放速率。

#### 4.10.5 计算

释放速率按式（3）计算：

$$X = \frac{m_6}{m_5} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

X——释放速率，以%表示；

$m_5$ ——所称取试样中噻唑膦的质量，单位为克（g）；

$m_6$ ——溶液中囊外噻唑膦的质量，单位为克（g）。

#### 4.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 4.12 冻融稳定性试验

##### 4.12.1 方法提要

取一定量的试样密封，在  $(20 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $(-10 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$  之间做四个循环，每个循环为结冻 18 h，融化 6 h，恢复至室温，游离噻唑膦质量分数、pH 值、倾倒性、悬浮率、自发分散性和湿筛试验，均符合标准要求为合格。

##### 4.12.2 仪器

恒温箱： $(20 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；  
 恒温冰箱： $(-10 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；  
 安瓿瓶：50 mL；  
 医用注射器：50 mL

##### 4.12.3 测定步骤

用注射器取约 40 mL 试样，注入洁净的安瓿瓶中（避免试样接触瓶颈），用高温火焰封口（避免溶

剂挥发)。至少封 800 mL, (20±2) °C 分别称量。将封好的安瓿瓶置于金属容器内, 再将金属容器放入 (-10±2) °C 恒温冰箱中, 放置 18 h 后取出, 放入 (20±2) °C 恒温箱中融化 6 h, [在 (20±2) °C 和 (-10±2) °C 之间做四个循环, 每个循环为: 结冻 18 h, 融化 6 h, 恢复至室温, 将安瓿瓶分别称量, 质量未发生变化的试样, 于 24 h 内, 测定游离噻唑磷的质量分数、pH 值、倾倒性、悬浮率、自发分散性和湿筛试验项目, 测试结果均符合标准要求为合格。

#### 4.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行, 热储后, 噻唑磷质量分数不低于储前的 95%, 游离噻唑磷质量分数应不高于 6.0%, pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和自发分散性仍应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, 30%噻唑磷微囊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、储运

#### 6.1 标志、标签和包装

30%噻唑磷微囊悬浮剂的标志、标签和包装, 应符合 GB 3796 的规定。

30%噻唑磷微囊悬浮剂包装采用塑料瓶或聚酯瓶包装, 每瓶净含量 100 g、200 g、500 g; 也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装, 但需符合 GB 3796 的规定。

#### 6.2 储运

30%噻唑磷微囊悬浮剂储运时, 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)

噻唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分噻唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

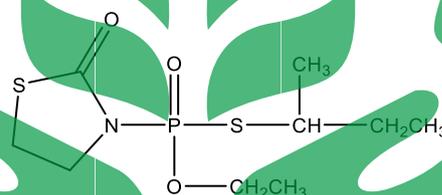
ISO通用名称: Fosthiazate

CAS登录号: 98886-44-3

CIPAC数字代码: 585

化学名称: *O*-乙基-*S*-仲丁基-2-氧代-1,3-噻唑烷-3-基硫代磷酸酯

结构式:



实验式:  $C_9H_{18}NO_3PS_2$

相对分子质量: 283.3

生物活性: 杀虫

沸点: 198 °C (67 Pa)

蒸气压 (25 °C): 0.56 mPa

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C): 水中9.85, 正己烷15.14, 与二甲苯、*N*-甲基吡咯烷酮和异丙醇  
混溶

稳定性: 在水中  $DT_{50}$  3 d (pH 9, 25 °C)

CCPIA