

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂

Nitenpyram and pymetrozine water dispersible granules

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

中国农药工业协会 发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》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。

本文件由中国农药工业协会提出。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂

1 范围

本文件规定了烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由烯啶虫胺原药、吡蚜酮原药、适宜的助剂和填料加工制成的烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂。

注：烯啶虫胺和吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

应为干燥的、可自由流动的颗粒，基本无粉尘，无可见外来杂质和硬块。

4.2 技术指标

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂还应符合表 1 要求。

表1 烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
烯啶虫胺质量分数/%	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
吡蚜酮质量分数/%	60.0 ^{+2.5} _{-2.5}
水分/%	≤ 3.0
pH 范围	6.0~9.0
润湿时间/s	≤ 120
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%	≥ 98
分散性/%	≥ 80
烯啶虫胺悬浮率/%	≥ 75
吡蚜酮悬浮率/%	≥ 75
持久起泡性 (1 min 后泡沫量) /mL	≤ 60
耐磨性/%	≥ 95
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 个月至少进行一次。	

5 试验方法

安全提示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，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。

5.2 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。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中烯啶虫胺、吡蚜酮色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

5.4 烯啶虫胺、吡蚜酮质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇+水溶解，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 260 nm 下对试样中的烯啶虫胺、吡蚜酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

烯啶虫胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

吡蚜酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 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 不锈钢柱(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。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=20：80，经滤膜过滤，并进行脱气；

流量：1.0 mL/min；

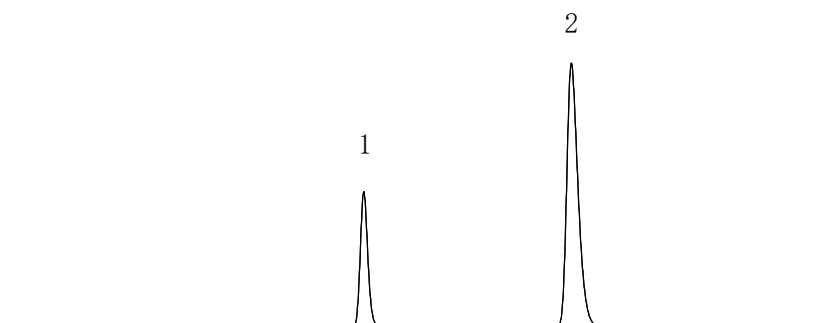
柱温：40 $^{\circ}\text{C} \pm 2$ $^{\circ}\text{C}$ ；

检测波长：260 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：烯啶虫胺约 10.8 min，吡蚜酮约 17.2 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。典型的烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——烯啶虫胺;

2——吡蚜酮。

图1 烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 烯啶虫胺标样和 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 吡蚜酮标样, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 加入 80 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.04 g (精确至 0.000 1 g) 烯啶虫胺的试样, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 水使试样分散均匀, 再加入 80 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.4.5.3 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, 直至相邻两针烯啶虫胺(吡蚜酮)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。

5.4.5.4 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烯啶虫胺(吡蚜酮)峰面积分别进行平均, 试样中烯啶虫胺(吡蚜酮)的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中烯啶虫胺(吡蚜酮)的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中烯啶虫胺(吡蚜酮)峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克(g);

ω ——标样中烯啶虫胺（吡蚜酮）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中烯啶虫胺（吡蚜酮）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.4.6 允许差

烯啶虫胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%，吡蚜酮质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.6%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.9 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

5.10 悬浮率的测定

称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.1 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 甲醇分三次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.4 测定烯啶虫胺和吡蚜酮质量，计算其悬浮率。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.12 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

5.13 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

5.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行，热储后，烯啶虫胺和吡蚜酮质量分数不低于储前的 95%，pH

值、烯啶虫胺悬浮率、吡蚜酮悬浮率、湿筛试验、分散性和耐磨性仍应符合文件要求为合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，烯啶虫胺·吡蚜酮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。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂包装应用清洁、干燥的铝箔袋或塑料瓶包装，每袋（瓶）净含量 10 g、70 g；外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱，每箱净含量不超过 10 kg；也可根据用户要求或订货协议，采取其他形式包装，但应符合 GB 3796 规定。

7.2 储运

烯啶虫胺·吡蚜酮水分散粒剂储运时，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)

烯啶虫胺和吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数

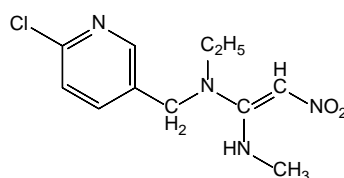
A.1 本产品有效成分烯啶虫胺的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Nitenpyram

CAS登记号: 150824-47-8

化学名称: (E)-N-(6-氯-3-吡啶甲基)-N-乙基-N'-甲基-2-硝基亚乙烯基二胺

结构式:



实验式: $C_{11}H_{15}ClN_4O_2$

相对分子质量: 270.72

生物活性: 杀虫

熔点: $83\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 84\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): $1.1 \times 10^{-6}\text{ mPa}$

溶解度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, g/L): 水(pH=7) > 590, 二氯甲烷、甲醇 > 1000, 氯仿 700, 丙酮 290, 乙酸乙酯 34.7, 甲苯 10.6, 二甲苯 4.5, 正己烷 4.7×10^{-3}

稳定性: $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 稳定。在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, pH3、pH5、pH7 条件下稳定, DT50 (pH9, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$) 69h

A.2 本产品有效成分吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数

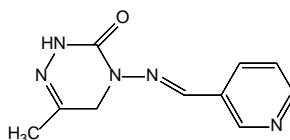
ISO通用名称: Pymetrozine

CAS登录号: 1233612-89-0

CIPAC数字代码: 593

化学名称: (E)-4,5-二氢-6-甲基-4-(3-吡啶基亚甲基氨基)-1,2,4-三嗪-3(2H)-酮

结构式:



实验式: $C_{10}H_{11}N_5O$

相对分子质量: 217.2

生物活性: 杀虫

熔点（℃）：217

蒸气压（25℃）：<0.0042 mPa

溶解度（20℃~25℃，g/L）：水0.27，乙醇2400，二氯甲烷1200，丙酮940，乙酸乙酯260，甲苯34，正辛烷450，正己烷<1

稳定性：对光、热稳定，弱酸弱碱条件下稳定
