

团 体 标 准

T/CCPIA 077—2021

50%啮虫胺·吡蚜酮水分散粒剂

50% Dinotefuran and pymetrozine water dispersible granule

2021-04-30 发布

2021-04-30 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》的规定起草。

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并归口。

本文件起草单位：山东海利尔化工有限公司、连云港立本作物科技有限公司、中国农业科学院植物保护研究所。

本文件主要起草人：李凤敏、曹冲、葛家成、李晓静、戎诤、殷军利。



CCPIA

50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂

1 范围

本文件规定了50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

注：呋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 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 技术要求

4.1 外观

干燥的、可自由流动的固体颗粒，无可见的外来物质和硬块，基本无粉尘。

4.2 技术指标

50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂还应符合表1要求。

表1 50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
吡蚜酮质量分数/%	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
呋虫胺质量分数/%	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
水分/%	≤3.0
pH 值	4.5~7.5
呋虫胺悬浮率/%	≥80
吡蚜酮悬浮率/%	≥80
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%	≥98
分散性/%	≥80
润湿时间/s	≤90
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL	≤60
粉尘/mg	≤30
耐磨性/%	≥90
热储稳定性 ^a	热储后，呋虫胺（吡蚜酮）质量分数不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、湿筛试验、悬浮率、分散性、耐磨性、粉尘等仍符合本文件要求。
^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

警示：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，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 进行。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 方法进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 600 g。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与呋虫胺、吡蚜酮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呋虫胺或吡蚜酮色谱峰的保留时间，其相对差值在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 呋虫胺和吡蚜酮质量分数的测定

5.5.1 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，在波长 270 nm 下对试样中的呋虫胺和吡蚜酮进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 呋虫胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 吡蚜酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 95.0\%$ 。（没有更高含量？）

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

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

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比 $\Psi_{(\text{甲醇}:\text{水})}=30:70$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

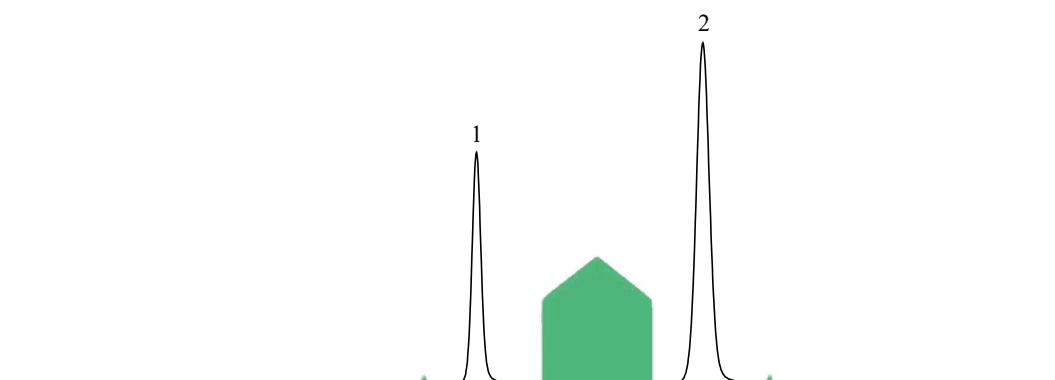
5.5.4.3 柱温：室温（温差变化应不大于 2 ℃）。

5.5.4.4 检测波长：270 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：呋虫胺约 5.3 min，吡蚜酮约 7.8 min。

5.5.4.7 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 50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——呋虫胺。

2——吡蚜酮。

图 1 50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺标样和 0.2 g（精确至 0.000 1 g）吡蚜酮标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使其溶解，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，甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）呋虫胺的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使其溶解，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，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.5.3 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，直至相邻两针呋虫胺和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。

5.5.6 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呋虫胺和吡蚜酮峰面积分别进行平均。试样中呋虫胺（吡蚜酮）的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中呋虫胺（吡蚜酮）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中呋虫胺（吡蚜酮）峰面积的平均值；

m_1 ——呋虫胺（吡蚜酮）标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样溶液中呋虫胺（吡蚜酮）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中呋虫胺（吡蚜酮）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差，呋虫胺质量分数应不大于 0.2%，吡蚜酮质量分数应不大于 0.8%，各取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

5.7 pH 的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 悬浮率的测定

5.8.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。准确称取约 0.2 g（准确至 0.000 1 g）试样。将量筒底部剩余的 1/10（即 25 mL）悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中，用 60 mL 甲醇分 3 次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶中，超声波振荡 5 min 使样品溶解，取出冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按照 5.5 方法测定呋虫胺（吡蚜酮）的质量。

5.8.2 计算

悬浮率按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega_{b1})}{m_4 \times \omega_1} \times A_3 \times 111.1 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ω_2 ——悬浮率，以百分数（%）表示；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_4 ——试样溶液中，呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值；

m_3 ——呋虫胺（螺虫乙酯）标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中呋虫胺（螺虫乙酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_3 ——标样溶液中，呋虫胺（螺虫乙酯）峰面积的平均值。

5.9 一湿筛试验

按 GB/T 16150 中 2.2 进行

5.10 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

5.11 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

5.12 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.13 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。

5.14 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

5.15 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第 4 章技术指标中除热储稳定性以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；
- a) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按第 4 章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，50%呋虫胺·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，各项指标均应符合文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒剂水分散粒剂应用清洁、干燥的铝箔袋包装，每袋净含量通常为 200 g，外包装为瓦楞纸箱，每箱净含量不超过 10 Kg；也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

50%呋虫胺·吡蚜酮水分散粒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)

呋虫胺和吡蚜酮的其它名称、结构式和基本物化参数

呋虫胺和吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 呋虫胺

ISO 通用名称：Dinotefuran

CAS 登录号：165252-70-0

化学名称：*N*-甲基-*N'*-硝基-*N''*-[(四氢-3-呋喃)甲基]胍

结构式：



分子式： $C_7H_{14}N_4O_3$

相对分子质量：202.2

生物活性：杀虫

熔点 ($^{\circ}C$)：107.5

蒸汽压(30 $^{\circ}C$)： $<1.7 \times 10^{-3}$ mpa。

溶解度 (g/L, 20 $^{\circ}C$)：水 39.8, 正己烷 9×10^{-6} , 庚烷 11×10^{-6} , 二甲苯 72×10^{-3} , 甲苯 150×10^{-3} , 二氯甲烷 61, 丙酮 58, 甲醇 57, 乙醇 19, 乙酸乙酯 5.2

稳定性：在 150 $^{\circ}C$ 下稳定；水解半衰期大于 1 y (pH 4、7、9)；光解半衰期 3.8 h (灭菌/天然水)

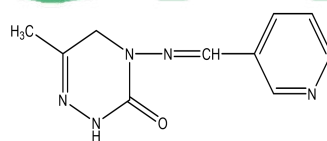
(2) 吡蚜酮

ISO 通用名称：pymetrozine

CAS 登录号：123312-89-0

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：



分子式： $C_{10}H_{11}N_5O$

相对分子质量：217.2

生物活性：杀虫

熔点 ($^{\circ}C$)：217

蒸气压 (25 $^{\circ}C$)： $<4 \times 10^{-6}$ Pa

溶解度 (g/L, 25 $^{\circ}C$)：水中溶解度 0.29 (pH 6.5)；乙醇 2.4, 己烷 <0.001 , 甲苯 0.034, 二氯甲烷 1.2, 正辛醇 0.45, 丙酮 0.94, 乙酸乙酯 0.26

稳定性：对光、热稳定，弱酸弱碱条件下稳定