

HG

中华人民共和国化工行业标准

农 药

(2000)

2000-06-05 发布

2001-03-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:7481—2000

HG 3671—2000

前 言

本标准是参考国产吡虫啉可湿性粉剂实际质量和国际农药分析合作理事会(CIPAC)分析方法制定的。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由沈阳化工研究院归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏克胜集团、山东京蓬药业公司。

本标准主要起草人:赵欣昕、邢红、吴重言、葛鹤萍、张毅。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

吡虫啉可湿性粉剂

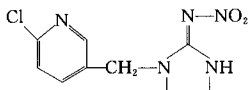
Imidacloprid Wettable Powders

该产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Imidacloprid

CIPAC 数字代号: 582

化学名称: 1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺
结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量: 255.7 (按 1995 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀虫

熔点: 144℃

蒸气压(20℃): 200 mPa

溶解度(g/L, 20℃): 水中 0.61, 乙腈 50, 苯 0.68, 二氯甲烷 55, 异丙醇 1.2

稳定性: 在正常的贮存条件下及中性和微酸性介质中稳定; 在碱性水介质环境中缓慢分解

1 范围

本标准规定了吡虫啉可湿性粉剂的要求、试验方法及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由符合标准的吡虫啉原药、填料及适宜的助剂加工而成的吡虫啉可湿性粉剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1601—1993 农药 pH 值测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

GB/T 5451—1985 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 14825—1993 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

3 要求

3.1 外观: 组成均匀的疏松粉末, 不应有团块。

国家石油和化学工业局 2000-06-05 批准

2001-03-01 实施

3.2 吡虫啉可湿性粉剂控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 吡虫啉可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
	10%	25%
吡虫啉含量,% ≥	10.0	25.0
pH 值	6.0~10.0	
悬浮率,% ≥	70	
润湿时间,s ≤	90	
细度(通过 45 μm 标准筛),% ≥	- 96	
加速贮存试验	合格	
注:正常情况下,加速贮存试验每 3 个月至少进行一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—1979(89)中“粉剂和可湿性粉剂采样”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 250 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法: 本鉴别试验可与吡虫啉含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡虫啉色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时, 可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 吡虫啉含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇和水为流动相, 使用 Novapak C_{18} 、5 μm 为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器, 对试样中的吡虫啉进行分离和测定。

4.3.2 仪器、设备

液相色谱仪: 具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱: 3.9 mm(id) \times 150 mm 不锈钢柱, 内装 Novapak C_{18} 、5 μm 填充物。

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器: 50 μL 。

4.3.3 试剂和溶液

甲醇: 色谱级。

水: 新蒸二次蒸馏水。

吡虫啉标样: 已知含量, 大于等于 98.0%。

4.3.4 液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇: 水) = 40: 60。

流动相流量: 0.4 mL/min。

柱温: 室温(温差变化应不大于 2℃)。

检测波长: 260 nm。

进样体积: 5 μL 。

保留时间: 吡虫啉 5.0 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的吡虫啉可湿性粉剂高效液相色谱图见图1。

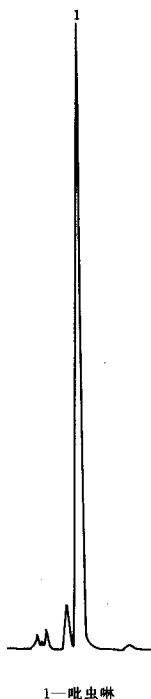


图1 吡虫啉可湿性粉剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取吡虫啉标样0.1 g(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡5 min,恢复至室温,定容,摇匀;用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉0.01 g的试样(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加适量甲醇溶解,在超声波浴中振荡5 min,恢复至室温,定容,摇匀;用0.45 μm孔径滤膜过滤。

4.3.5.3 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,直至相邻两针吡虫啉峰面积相对变化小于1.0%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。

4.3.6 计算

以质量分数表示的试样中吡虫啉的含量 $X_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2 \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_1 ——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

P ——吡虫啉标样的质量分数, %。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差, 10%可湿性粉剂应不大于0.4%, 25%可湿性粉剂应不大于1.0%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 pH值的测定

按 GB/T 1601—1993 中 pH 计法进行。

4.5 悬浮率的测定

4.5.1 测定方法

按 GB/T 14825 进行。

称取含吡虫啉 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g)。将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中, 用 60 mL 甲醇分 3 次将 25 mL 的剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中, 在超声波浴中振荡 5 min, 恢复至室温, 定容, 摇匀; 用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤, 按 4.3 测定吡虫啉质量, 计算其悬浮率。

4.5.2 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 5%。取其算术平均值作为测定结果。

4.6 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.7 细度的测定

按 GB/T 16150—1995 中的“湿筛法”进行。

4.8 加速贮存试验

4.8.1 方法提要

通过加压热贮试验, 使产品加速老化, 预测常温储存产品性能的变化。

4.8.2 仪器、设备

恒温箱: (54 \pm 2) $^{\circ}$ C。

烧杯: 250 mL, 内径 6.0~6.5 cm。

圆盘: 直径大小应与烧杯配套, 恰好产生 2.45 kPa 的平均压力。

4.8.3 试验步骤

将 20 g 试样放入烧杯, 不加任何压力, 使其铺成等厚度的平滑均匀层。将圆盘压在试样上面, 置烧杯于烘箱中, 在 54 $^{\circ}$ C 下, 贮存 14 d。取出烧杯, 放入干燥器中, 使试样冷至室温, 在 24 h 内完成对有效成分含量和悬浮率的测定。测定结果有效成分含量允许降至贮前的 97%, 悬浮率仍应符合标准要求。

4.9 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理, 采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 吡虫啉可湿性粉剂的标志、标签、包装, 应符合 GB 3796 的规定。

5.2 吡虫啉可湿性粉剂应用铝塑复合膜包装袋包装, 每袋净含量不超过 100 g, 外包装用瓦楞纸箱或钙塑箱, 每箱净含量应不超过 10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议, 可以采用其他形式的包装, 但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 吡虫啉可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时,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。

5.6 安全:本品为低毒制剂,对人体有害,使用本品应带防护手套、口罩,穿干净防护服。使用后,应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,应及时去医院检查治疗。

5.7 保证期

在规定的贮运条件下,吡虫啉可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为2年。
