

中华人民共和国农业行业标准

NY 621—2002

多·福·克悬浮种衣剂

Carbendazim, thiram and carbofuran
suspension concentrates for seed dressing

2002-12-30 发布

2003-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准根据 GB/T 17768—1999《悬浮种衣剂产品标准编写规范》要求编写,并结合国内生产企业实际情况制定。

本标准由农业部市场与经济信息司提出。

本标准由农业部农药检定所归口。

本标准由农业部农药检定所负责起草。

本标准主要起草人:李国平、孙绮丽、田秋兰。

本标准委托农业部农药检定所负责解释。

多·福·克悬浮种衣剂

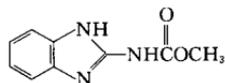
产品中有有效成分通用名称、结构式和基本物化参数如下：

a) 多菌灵

ISO 通用名称: carbendazim

化学名称: N-苯并咪唑-2-基氨基甲酸酯

结构式:



实验式: $C_9H_9N_3O_2$

相对分子质量: 191.2 (按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀菌

熔点: 310°C (分解)

蒸气压 (20°C): 100 nPa

溶解度 (20°C) / (mg/L): 水中 28 (pH4.8)、8 (pH7)、7 (pH8), 丙酮中 300, 二氯甲烷中 68, 三氯甲烷

中 100

稳定性: 对酸稳定, 对光、热较稳定, 碱性条件下缓慢分解

b) 福美双

ISO 通用名称: thiram

化学名称: 双(N,N-二甲基甲硫酰)二硫化物

结构式:



实验式: $C_6H_{12}N_2S_4$

相对分子质量: 240.4 (按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀菌

熔点: 146°C

溶解度 (20°C) / (g/L): 水中 0.018, 丙酮中 80, 三氯甲烷中 230, 乙醇中小于 10

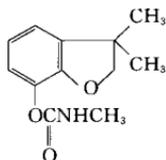
稳定性: 遇碱易分解, 长时间暴露在空气、热、潮湿的环境中部分降解

c) 克百威

ISO 通用名称: carbofuran

化学名称: 2,3-二氢-2,2-二甲苯并呋喃-7-基 N-甲基氨基甲酸酯

结构式:



实验式: $C_{12}H_{15}NO_3$

相对分子质量: 221.26(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: $150^{\circ}\text{C}\sim 152^{\circ}\text{C}$

蒸气压(33°C): 2.7 mPa

溶解度(20°C)/(mg/L): 水中 320, 二氯甲烷中大于 200, 异丙醇中 20~50

稳定性: 酸性和中性介质中稳定, 碱性介质中不稳定。

1 范围

本标准规定了多·福·克悬浮种衣剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于多·福·克悬浮种衣剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

3 要求

3.1 组成与外观: 本品应由符合标准的多菌灵、福美双、克百威原药和其他助剂(包括警戒剂)组成;应为可流动的均匀悬浮液,长期存放可有少量沉淀或分层,但置于室温下用手摇动应能恢复原状,不应有结块。

3.2 多·福·克悬浮种衣剂应符合表 1 要求。

表 1 多·福·克悬浮种衣剂控制项目指标

项 目	指 标
总有效成分含量/(%)	≥ 标明含量*
其中:多菌灵含量/(%)	≥ 标明含量*
福美双含量/(%)	≥ 标明含量*
克百威含量/(%)	≥ 标明含量*
pH 值范围	5.0~7.0
悬浮率/(%)	≥ 90
筛析(通过 44 μm 试验筛)/(%)	≥ 99
粘度范围(25°C)/(mPa·s)	100~600
成膜性 ^b	合格
包衣均匀度 ^b /(%)	≥ 90
包衣脱落率 ^b /(%)	≤ 8

表 1(续)

项 目	指 标
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^b	合格
a 标明含量应精确至 0.1%。 b 在正常生产时,每 3 个月至少进行一次试验。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中“商品农药采样方法”进行,用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量一般不少于 250 mL。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱主峰的保留时间与标样溶液中多菌灵或福美双或克百威的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑问时,至少要用另外一种方法进行鉴别。

4.3 多菌灵、福美双、克百威含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以异丙醇+水+氨水为流动相,使用以 C_{18} 键合固定相为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的多菌灵、福美双和克百威进行高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.3.2 试剂

异丙醇;

水:二次重蒸水;

冰乙酸;

氨水;

多菌灵标准品:已知含量, $\geq 99.0\%$;

福美双标准品:已知含量, $\geq 98.0\%$;

克百威标准品:已知含量, $\geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具可变波长紫外检测器;

色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(i. d.) 不锈钢柱,内装 ALLTIMA C_{18} 键合固定相,5 μ m(或具有相同柱效的其他反相色谱柱);

保护柱;

柱温箱:精度 $\pm 2^\circ\text{C}$;

色谱数据处理机;

微量进样器:50 μ L;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:异丙醇+水+氨水=32+68+0.1(体积比);

流速:0.7 mL/min;

检测波长:270 nm;

进样量:10 μ L;

柱温:35℃;

保留时间:多菌灵 5.5 min,福美双 6.3 min,克百威 7.7 min。

上述操作参数是典型的(见图1),可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

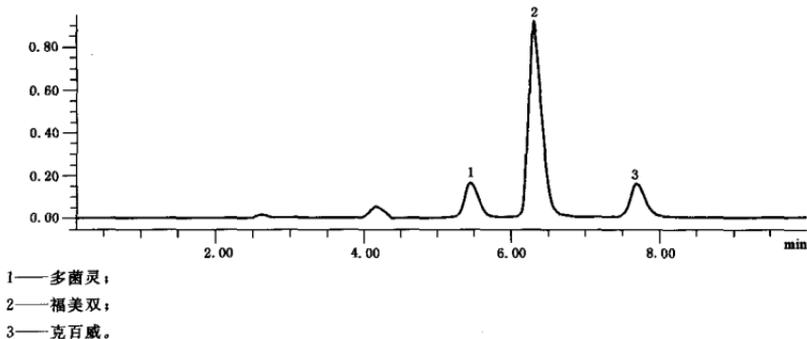


图1 多·福·克悬浮种衣剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取多菌灵标样 30 mg(精确至 0.1 mg)、福美双和克百威标样适量(根据样品中有效成分的比例确定,精确至 0.1 mg)于同一 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 冰乙酸,用超声清洗机超声处理 2 min。加入 90 mL 甲醇,用超声清洗机超声振荡,使有效成分溶解。取出放至室温后,用甲醇定容,摇匀,备用。

4.3.5.2 试样溶液的配制

将样品充分混匀后,称取含多菌灵 30 mg(精确至 0.1 mg)的样品于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 冰乙酸,用超声清洗机超声处理 2 min。加入 90 mL 甲醇,用超声清洗机超声处理 10 min,使有效成分溶解。取出放至室温后,用甲醇定容,摇匀。将部分溶液转移至 10 mL 具塞离心管中,以 2 000 r/min 的速度离心至溶液澄清,备用。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针的多菌灵(福美双、克百威)峰面积变化小于 1.5%时,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中多菌灵(福美双、克百威)的峰面积分别进行平均,试样中多菌灵(福美双、克百威)的用质量分数表示的含量 X_1 (%),按(1)计算:

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

式中:

- A_1 ——标样溶液中多菌灵(福美双、克百威)峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中多菌灵(福美双、克百威)峰面积的平均值;
- m_1 ——多菌灵(福美双、克百威)标样的质量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——样品的质量,单位为毫克(mg);
- P ——标样中多菌灵(福美双、克百威)的质量分数,%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之相对差值应不大于 5%,取算术平均值作为测定结果。

4.4 pH值的测定

按照 GB/T 1601 进行。

4.5 悬浮率的测定

4.5.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制成适当浓度的悬浮液。在规定的条件下,于恒温水浴中将量筒静置 30 min,测定底部十分之一悬浮液中种衣剂干物质的质量,计算悬浮率。

4.5.2 试剂

无水氯化钙;

无水乙醇;

氯化镁(六个结晶水);

标准硬水的配制:称取无水氯化钙 0.304 g 和带六个结晶水的氯化镁 0.139 g,用蒸馏水稀释至 1 L。

4.5.3 仪器

烧杯;

具塞量筒;250 mL,内径 38.5 mm~40 mm;0 mL~250 mL 刻度间距 20.0 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线与瓶塞底部间距为 4 cm~6 cm;

玻璃吸管;玻璃管另一端与相应抽气装置相连;

恒温水浴;30℃±1℃;

恒温水浴;80℃~90℃。

4.5.4 测定步骤

称取 A、B 两份试样各 5.0 g(精确至 0.02 g,相差小于 0.1 g),于 2 个 200 mL 烧杯中,各加入 50 mL 30℃±1℃ 标准硬水,用手以 120 r/min 的速度作圆周运动 2 min,将该悬浮液移至 250 mL 量筒中,用 30℃±1℃ 标准硬水 100 mL,分三次将烧杯中残余物全部洗入量筒中,并用 30℃±1℃ 标准硬水稀释至刻度,盖上塞子,以量筒底部为轴心,将量筒在 1 min 内上下颠倒 30 次(将量筒倒置并恢复原位为一次,每次约 2 s)。

对 A 试样,立即用吸管在 10 s~15 s 内将内容物的 9/10(即 225 mL)悬浮液移出,确保吸管的开口始终在液面下几毫米处。将其剩余 25 mL 残余物转移至 100 mL 已干燥至恒重的烧杯中,在 80℃~90℃ 的恒温水浴中除水至约 2 mL 时,加入 1 mL 无水乙醇,继续在水浴中除水,直至恒重。称量(精确至 0.002 g),得残余物质量 m_a 。

对 B 试样,打开量筒塞子,垂直放入无振动的恒温水浴中,放置 30 min 后,用吸管在 10 s~15 s 内将内容物的 9/10(即 225 mL)悬浮液移出,不要搅动或搅起量筒内的沉降物,确保吸管的开口始终在液面下几毫米处。剩余 25 mL 残余物处理同 A 试样,得残余物质量 m_b 。

4.5.5 计算

试样的悬浮率 X_2 (%)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(10m_a - m_b) \times 10}{10m_a \times 9} \times 100 = \frac{10m_a - m_b}{10m_a} \times 111 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_a ——留在 A 量筒底部 25 mL 残余物中的干物质的质量,单位为克(g);

m_b ——留在 B 量筒底部 25 mL 残余物中的干物质的质量,单位为克(g)。

4.6 筛析的测定

按 GB/T 16150 中的湿筛法进行。

4.7 粘度的测定

4.7.1 方法提要

使用数字式旋转粘度计,选择适宜的转子,在 30 r/min 转速下,对试样的粘度进行测定。

4.7.2 仪器

数字式旋转粘度计;
 转子号:2号;
 恒温水浴:25℃±1℃;
 烧杯:500 mL。

4.7.3 测定步骤

将测试样摇匀后,置于恒温水浴中,待试样温度达到 25℃后,取约 400 mL 待测样品于烧杯中,置于 25℃恒温水浴中静置 1 h。将粘度计调试正常,安装好转子,转子转速调至(30±1)r/min 后,将转子缓慢插入试样中,使液面刚好浸没转子上的凹槽,启动发动机,1 min 后立即读取粘度值(mPa·s)。

4.8 成膜性的测定

4.8.1 方法提要

取一定量的试样和种子于培养皿中,摇动培养皿使样品与种子充分混合,取出成膜,在规定时间内观察成膜情况。

4.8.2 试剂与材料

秒表;
 培养皿:直径约 200 mm、深 30 mm;
 注射器:5 mL;
 玉米种子:千粒重为 280 g±20 g,含水量在 12%~14%;
 实验室环境条件:温度 20℃~30℃,空气相对湿度 40%~60%。

4.8.3 实验步骤

称取玉米种子 50 g(精确至 1 g)于培养皿中,用注射器吸取试样 1 mL,注入到培养皿中,加盖翻转 5 min,打开盖子,将包衣种子平展开,使其成膜。放置 20 min 后,用玻璃棒轻拨种子,观察种子表面。若所有种子表面的种衣剂已固化成膜,则成膜性为合格。

4.9 包衣均匀度的测定

4.9.1 方法提要

将一定粒数的包衣种子,分别用一定量的乙醇溶液萃取,测定萃取液的吸光度,计算试样包衣均匀度。

4.9.2 试剂和仪器

95%乙醇;
 乙醇溶液: $\phi(95\%C_2H_5OH) : \phi(H_2O) = 55 : 45$
 移液枪:5 mL;
 具塞离心管;
 分光光度计;
 比色皿:厚 1 cm。

4.9.3 测定步骤

随机取测定成膜性合格的包衣种子 100 粒,分别置于 25 个具塞离心管中(每个离心管 4 粒),用移液枪准确加入 2.0 mL~5.0 mL(吸光度在线性范围内)乙醇溶液,加盖,浸泡 1 h,振荡萃取 15 min,静置或离心得到澄清的溶液。以乙醇溶液作参比,在最大吸收波长下,测定其吸光度 $A(550\text{ nm})$ 是以罗丹明 B 为染色剂时的检测波长,如以其他成分为染料,可根据其成分作选择)。

4.9.4 结果计算

将测得的 25 个吸光度数据从小到大进行排列,并计算出平均吸光度值 A_n 。试样包衣均匀度 $X_3(\%)$ 按式(3)计算:

$$X_s = \frac{n}{25} \times 100 = 4n \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

n ——吸光度在 $0.7A_s \sim 1.3A_s$ 范围内的离心管数;

25——总离心管数。

4.10 包衣脱落率的测定

4.10.1 方法提要

称取一定量的包衣种子,置于振荡仪上振荡一定时间,将振荡后的种子,用乙醇溶液萃取,测定吸光度,计算其脱落率。

4.10.2 仪器与试剂

具塞三角瓶:250 mL;

分光光度计;

振荡仪:250 r/min, HY-2A 型调速多用振荡器;

乙醇溶液: $\phi(95\% C_2H_5OH) : \phi(H_2O) = 55 : 45$ 。

4.10.3 实验步骤

称取 10 g(精确至 0.02 g)测定成膜性合格的包衣种子两份,分别置于三角瓶中。一份准确加入 100 mL 乙醇溶液,加塞,浸泡 1 h。置于超声波清洗器中振荡 10 min,使种子外表的种衣剂充分溶解。取出静置 10 min 或离心,取上层清液 10.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,为溶液 A。

将另一份置于振荡器上,振荡 10 min 后,小心将种子移至另一个三角瓶中,按溶液 A 的处理方法,得溶液 B。

以乙醇溶液作参比,在最大波长下,测定其吸光度(550 nm 是以罗丹明 B 为染色剂时的检测波长,如以其他成分为染料,可根据其成分作选择)。

4.10.4 计算

包衣脱落率 $X_i(\%)$ 按式(4)计算:

$$X_i = \frac{A_0/m_0 - A_1/m_1}{A_0/m_0} \times 100 = \frac{A_0 m_1 - A_1 m_0}{A_0 m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_0 ——配制溶液 A 所称取包衣种子的质量,单位为克(g);

m_1 ——配制溶液 B 所称取包衣种子的质量,单位为克(g);

A_0 ——溶液 A 的吸光度;

A_1 ——溶液 B 的吸光度。

4.10.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 1%,以平均值作为检测结果。

4.11 低温稳定性试验

4.11.1 方法提要

试样在 0°C 保持 1 h,观察外观有无变化。继续在 0°C 贮存 7 d,测试其物化指标。

4.11.2 仪器

制冷器:保持 $0^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$;

具塞三角瓶:100 mL。

4.11.3 试验步骤

取 80 mL 样品置于具塞三角瓶中,在 $0^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下,保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌一次,每次 15 s,观察其外观有无变化。在上述条件下继续放置 7 d,7 d 后将三角瓶取出,恢复至室温,对粘度和筛析等

指标进行测试,测试结果符合标准要求为合格。

4.12 热贮稳定性试验

4.12.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴); $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$;

安瓿瓶(或在 $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下,仍能密封的具塞玻璃瓶);50 mL;

医用注射器;50 mL。

4.12.2 试验步骤

用注射器将约 30 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 3 瓶,分别称量。将封好的安瓿瓶置于金属容器内,再将金属容器在 $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱(或恒温水浴)中放置 14 d 取出,将安瓿瓶分别称量,质量未发生变化的试样,于 24 h 内,对克百威、多菌灵和福美双含量、悬浮率进行检验。检验结果,多菌灵、福美双和克百威含量的相对分解率均小于 5%,悬浮率不低于 80%,判定为合格。

4.13 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 的有关规定。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 多·福·克悬浮种衣剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 中的有关规定。

5.2 多·福·克悬浮种衣剂的包装,应为 10 kg、25 kg、50 kg、100 kg 计量单位。也可根据用户要求或定货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的要求。

5.3 包装件应存放在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 在使用说明书或包装容器上,除有相应的毒性标志外还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。如误食,可用阿托品解毒。

5.6 在规定的贮运条件下,多·福·克悬浮种衣剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。
