

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY 619—2002

福·克悬浮种衣剂

**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起草。

本标准主要起草人:单炜力、刘苹苹、张志一。

本标准委托农业部农药检定所负责解释。

福·克悬浮种衣剂

产品中有效成分通用名称、结构式和基本物化参数如下:

a) 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: $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$

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

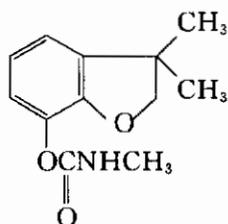
稳定性: 遇碱易分解, 长时间暴露在空气、热、潮湿的环境中部分降解

b) 克百威

ISO 通用名称: carbofuran

化学名称: 2,3-二氢-2,2-二甲基苯并呋喃-7-基 N-甲基氨基甲酸酯

结构式:



实验式: $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_3$

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
- NY 621—2002 多·福·克悬浮种衣剂

3 要求

3.1 组成与外观:本品应由符合标准的福美双、克百威原药和其他助剂(包括警色剂)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 福·克悬浮种衣剂应符合表 1 要求。

表 1 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 ^a
其中:福美双含量/(%)	≥ 标明含量 ^a
克百威含量/(%)	≥ 标明含量 ^a
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℃)/(mPa·s)	100~600
成膜性 ^b	合格
包衣均匀度 ^b /(%)	≥ 90
包衣脱落率 ^b /(%)	≤ 5
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——本鉴别试验可与福美双、克百威含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱主峰的保留时间与标样溶液中福美双、克百威色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

如用上述方法鉴别有疑问时,至少要用另外一种有效的方法进行鉴别。

4.3 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,对试样中的福美双、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;

氨水;

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 C_{18} 键合固定相,5 μ m;

超声波清洗器;

色谱数据处理机;

进样器:10 μ L。

4.3.4 色谱操作条件

流动相:异丙醇+水+氨水=35+65+0.1(体积比);

流量:1.0 mL/min;

检测波长:270 nm;

进样量:10 μ L;

柱温:30 $^{\circ}$ C;

保留时间:福美双 7.9 min,克百威 9.2 min。

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

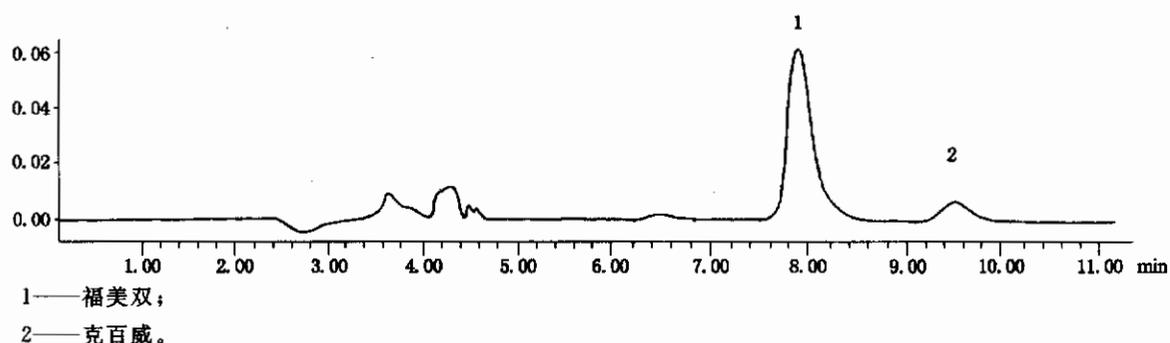


图 1 福·克悬浮种衣剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取克百威标样 30 mg(精确至 0.1 mg)和适量福美双标样(根据样品中有效成分的比例确定,精确至 0.1 mg)置于同一 100 mL 容量瓶中,加入 90 mL 甲醇,用超声清洗机超声处理 10 min,使其溶解。取出放至室温后,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

将样品充分混匀后,称取含克百威 30 mg(精确至 0.1 mg)的样品于 100 mL 容量瓶中,加入 90 mL 甲醇,再用超声清洗机超声处理 10 min,使其溶解。取出放至室温后,用甲醇溶解并稀释至刻度,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福美双(克百威)的峰面积分别进行平均,试样中福美双(克百威)的用质量分数表示的含量 X_1 (%),按式(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 ——标样溶液中福美双(克百威)峰面积的平均值;
- A_2 ——相邻两针试样溶液中,福美双(克百威)峰面积的平均值;
- m_1 ——福美双(克百威)标样的质量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——试样的质量,单位为毫克(mg);
- P ——标样中福美双或克百威的质量分数,%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果的相对差值应不大于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 测定。

4.5 悬浮率的测定

按照 NY 621—2002 中的 4.5 进行。

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

按照 NY 621—2002 中的 4.7 进行。

4.8 成膜性的测定

按照 NY 621—2002 中的 4.8 进行。

4.9 包衣均匀度的测定

按照 NY 621—2002 中的 4.9 进行。

4.10 包衣脱落率的测定

按照 NY 621—2002 中的 4.10 进行。

4.11 低温稳定性试验

4.11.1 方法提要

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

4.11.2 仪器

- 制冷器:保持 0℃ ± 1℃;
- 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℃ ± 1℃ 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、筛析指标进行测试,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℃ ± 2℃;

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,对福美双、克百威含量及悬浮率进行检验。检验结果,福美双和克百威含量的相对分解率均小于5%、悬浮率 $\geq 80\%$,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 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 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。若误食,可用阿托品解毒。

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