

中华人民共和国农业行业标准

NY 622—2002

甲·克悬浮种衣剂

Phorate 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:简秋、王国联、黄修柱。

本标准委托农业部农药检定所负责解释。

甲·克悬浮种衣剂

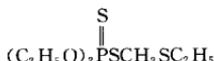
产品中有效成分通用名称、结构式和基本物化参数如下：

a) 甲拌磷

ISO 通用名称:phorate

化学名称:0,0-二乙基-S-(乙硫基甲基)二硫代磷酸酯

结构式:



实验式: $\text{C}_7\text{H}_{17}\text{O}_2\text{PS}_3$

相对分子质量:260.4(按1997年国际相对原子质量计)

生物活性:杀虫

熔点:114℃(分解)

蒸气压(20℃):<0.09 mPa

溶解度:在水中为50 mg/L(25℃);能与酯类、醚类、二甲苯混溶;

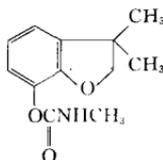
稳定性:中性、弱酸、弱碱条件下稳定。

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℃~152℃

蒸气压(33℃):2.7 mPa

溶解度(20℃)/(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

本标准规定了甲·克悬浮种衣剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于甲·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甲拌磷、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 甲·克悬浮种衣剂应符合表 1 要求。

表 1 甲·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:甲拌磷含量/(%)	≥ 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 /(%)	≤ 8
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——本鉴别试验可与甲拌磷、克百威的质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中甲拌磷、克百威色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当上述鉴别方法有疑问时,应至少再用另外一种方法进行鉴别。

4.3 有效成分含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+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,对试样中的甲拌磷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

甲醇;

水:二次重蒸水;

克百威标准品:已知含量, $\geq 99.0\%$;

甲拌磷标准品: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:50 μ L。

4.3.4 色谱操作条件

流动相:甲醇+水=70+30(体积比);

流速:1.0 mL/min;

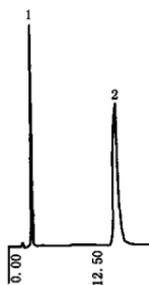
检测波长:270 nm;

进样量:10 μ L;

柱温:25 $^{\circ}$ C;

保留时间:克百威 3.4 min,甲拌磷 16.9 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。



1——克百威;

2——甲拌磷。

图1 克·甲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)和甲拌磷标样适量(根据样品中有效成分的比例确定,精确至 0.1 mg)置于 100 mL 容量瓶中,加入 90 mL 甲醇,在超声波清洗机中超声处理 10 min,使标样全部溶解,取出放至室温后,用甲醇定容,混匀。

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,在超声波清洗机中超声处理 10 min,使有效成分充分溶解。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。

标样和样品称量可作适当调整,使标样溶液中和试样溶液中的有效成分含量相当。

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溶液前后两针标样溶液中克百威(甲拌磷)的峰面积分别进行平均,试样中克百威(甲拌磷)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 ——标样溶液中克百威(甲拌磷)峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中克百威(甲拌磷)峰面积的平均值;

m_1 ——克百威(甲拌磷)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 ——标样中克百威(甲拌磷)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 进行。

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): $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$;

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、甲拌磷含量及悬浮率进行检验。检验结果,克百威含量的相对分解率小于5%,甲拌磷含量的相对分解率小于10%、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 甲·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 甲·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,甲·克悬浮种衣剂的保证期,从生产日期算起为2年。