

ICS 65.100

G 25

备案号: 15009—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3754—2004

啮虫脒可湿性粉剂

Acetamiprid wettable powders

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制的,其余是推荐的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准起草人:赵欣昕、李秀杰。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

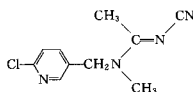
啶虫脒可湿性粉剂

该产品有效成分啶虫脒的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Acetamiprid

化学名称: *E-N*-(6-氯-3-吡啶基)甲基]-*N*-(2)-氰基-*N*-甲基乙酰胺

结构式:



实验式: $C_{10}H_{11}ClN_4$

相对分子质量: 222.7(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: 98.9°C

蒸气压: $<1 \times 10^{-3}$ mPa

溶解度(g/L, 25°C): 水中 4.2, 溶于丙酮、甲醇、乙醇、二氯甲烷、三氯甲烷、乙腈和四氢呋喃。

稳定性: 在 pH4~pH7 的缓冲溶液中稳定, 在 pH9 和 45°C 下缓慢分解, 在光下稳定。

1 范围

本标准规定了啶虫脒可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由啶虫脒原药、适宜的助剂和填料加工成的啶虫脒可湿性粉剂。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,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时间测定方法

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观: 本品应由符合标准的啶虫脒原药与适宜的助剂和填料加工制成, 为组成均匀的疏松粉末, 不应有团块。

3.2 啶虫脒可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表1 啶虫脒可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
啶虫脒质量分数, %	标示值 ^b
pH 值范围	6.0~9.0
悬浮率, %	90
润湿时间, s	90
细度(通过 45 μ m 试验筛), %	98
热贮稳定性 ^a	合格
^a 热贮稳定性试验, 每3个月至少进行一次。 ^b 标示值应不低于标签的标明值, 并保留1位小数。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 300 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与啶虫脒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啶虫脒色谱峰的保留时间, 其相对差值分别应在 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 啶虫脒质量分数的测定

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 Nova-Pak C₁₈、5 μ m 为填料的色谱柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的啶虫脒进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱级。

水: 新蒸二次蒸馏水。

啶虫脒标样: 已知啶虫脒质量分数 \geq 99.0%。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱: 150 mm \times 4.6 mm(id)内装 Nova-Pak C₁₈、5 μ m 填料的不锈钢柱(或性能与其相当的其他键合硅胶柱)。

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器: 100 μ L。

定量进样管: 5 μ L。

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (甲醇: 水)=35: 65。

流量: 0.6 mL/min。

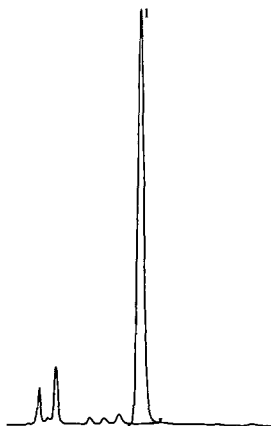
柱温: 室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)。

检测波长: 254 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:啉虫脒约 6.0 min。

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。典型的啉虫脒可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1——啉虫脒。

图 1 啉虫脒可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 啉虫脒标样(精确至 0.0002 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含啉虫脒 0.1 g 的试样(精确至 0.0002 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。再用 0.45 μm 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,直至相邻两针啉虫脒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。

4.3.6 计算

试样中啉虫脒的质量分数 X_1 (%),按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中,啉虫脒峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,啉虫脒峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

p ——标样中啶虫脒的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.7 允许差

啶虫脒质量分数两次平行测定结果之差,对于标示值 $\leq 5\%$ 的啶虫脒可湿性粉剂,应不大于 0.3% ,对于标示值 $> 5\%$ 、 $\leq 20\%$ 的啶虫脒可湿性粉剂,应不大于 0.6% ,对于标示值 $> 20\%$ 、 $\leq 70\%$ 的啶虫脒可湿性粉剂,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 进行。

4.5 悬浮率的测定

按 GB/T 14825 进行(还应写明称样量和对剩余 25 mL 悬浮液和沉淀物的烘干或萃取等具体操作步骤)。

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 中的“湿筛法”进行。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行,于热贮后 24 h 内完成啶虫脒质量分数的测定,啶虫脒质量分数应不低于贮前质量分数的 95% 。

4.9 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 啶虫脒可湿性粉剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 啶虫脒可湿性粉剂采用铝箔袋包装,每袋净含量不超过 100 g,紧密排列于钙塑箱中,每箱净含量不大于 10 kg。也可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。

5.3 啶虫脒可湿性粉剂包装件应贮存在通风、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 安全:在使用说明书或包装容器上,除有醒目的相应毒性标志外,还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。

5.6 保证期:在规定的贮运条件下,啶虫脒可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。