

ICS 65.100
G 25

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:7483—2000

HG 2858—2000

前 言

本标准是对化工行业标准 HG 2858—1997《40%多菌灵悬浮剂》修订而成。

本标准与 HG 2858—1997 的主要技术差异:

——多菌灵含量的分析采用了高效液相色谱法,删去了薄层紫外法和电位滴定法;

——增加了低温稳定性和热贮稳定性控制项目。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2858—1997。

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:山东华阳农药化工集团公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、李秀杰、朱凤霞、董鹏。

本标准于1989年12月1日首次发布。本次为第二次修订。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

40%多菌灵悬浮剂

代替 HG 2858—1997

40% Carbendazim Aqueous Suspension Concentrates

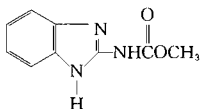
该产品有效成分多菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称:Carbendazim

CIPAC 数字代号:263

化学名称:*N*-(2-苯并咪唑基)氨基甲酸甲酯

结构式:



实验式: $C_9H_9N_3O_2$

相对分子质量:191.2(按 1995 年国际相对原子质量)

生物活性:杀菌

熔点:306℃(分解)

蒸气压(20℃):0.09mPa

溶解度(24℃,g/L):水 0.008、乙醇 0.3、丙酮 0.3、三氯甲烷 0.1、乙酸乙酯 0.1、二氯甲烷 0.07、苯 0.04、环己烷小于 0.01、正己烷 0.0005;溶于有机酸,如乙酸,并形成盐

稳定性:热稳定性好,化学性质较稳定,在碱性溶液中缓慢分解

1 范围

本标准规定了 40%多菌灵悬浮剂的要求、试验方法及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的多菌灵原药、填料及适宜的助剂加工而成的 40%多菌灵悬浮剂。

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为本标准的条文,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 值的测定方法

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 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:可流动、易测量体积的悬浮液体;存放过程中,可能出现沉淀,但经手摇动,应恢复原状,不应有结块。

3.2 40%多菌灵悬浮剂应符合表1要求。

表1 40%多菌灵悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标
多菌灵含量,% \geq	40.0
pH值	5.0~8.0
筛析(通过75 μm 标准筛),% \geq	98
悬浮率,% \geq	90
低温稳定性试验	合格
热贮稳定性试验	合格

注:正常生产时,低温稳定性试验和热贮稳定性试验每3个月至少进行一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—1979(1989)中“乳液和液体状态的采样”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 mL。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法:本鉴别试验可与多菌灵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多菌灵色谱峰的保留时间,其相对差值应在1.5%以内。

薄层色谱法:试样溶液经展开得到的主斑点与同时展开的标样溶液的斑点其 R_f 值应一致。展开条件:流动相, ϕ (苯:丙酮:冰乙酸)=70:30:5;固定相,硅胶 GF 254(薄层层析用)。

4.3 多菌灵含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用冰乙酸溶解,以甲醇+水+氨水为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(282 nm),对试样中的多菌灵进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水。

冰乙酸。

氨水。

甲醇溶液: ϕ (甲醇:水)=60:40。

多菌灵标样:已知含量,大于等于99.0%。

4.3.3 仪器、设备

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱:250 mm \times 3.9 mm(id)不锈钢柱,内装 Nova-Pak 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 。

定量进样管:5 μL 。

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水:氨水)=60:40:0.13,经滤膜过滤,并进行脱气。

流量:0.8 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2°C)。

检测波长:282 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:多菌灵 5.0 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40%多菌灵悬浮剂高效液相色谱图见图1。

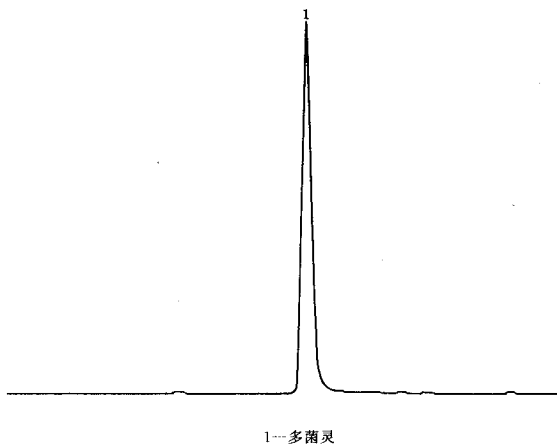


图1 40%多菌灵悬浮剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取多菌灵标样0.1 g(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加10 mL冰乙酸,振摇使之溶解,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含多菌灵0.1 g的试样(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加10 mL冰乙酸,振摇,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,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,直至相邻两针多菌灵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多菌灵的含量 $X_1(\%)$ 按式(1)计算:

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

式中: A_1 ——标样溶液中多菌灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中多菌灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

P ——标样中多菌灵的质量分数, %。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.6%。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

4.5.1 测定

按 GB/T 14825 进行。

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),用 30 mL 冰乙酸将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,振摇,用甲醇溶液定容,摇匀;用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶液定容,摇匀、过滤。按 4.3 测定多菌灵质量,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 筛析

按 GB/T 16150—1995 中的“湿筛法”进行。

4.7 低温稳定性试验

4.7.1 方法提要

试样在 0℃ 保持 1 h,继续在 0℃ 贮存 7 d,测试其物性指标。

4.7.2 仪器、设备

制冷器:保持(0±2)℃。

烧杯:100 mL。

4.7.3 试验步骤

取 80 mL 样品置于 100 mL 烧杯中,在制冷器中冷却至 0℃,保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌 1 次,每次 15 s。将烧杯放回制冷器,继续放置 7 d。7 d 后,将烧杯取出,恢复至室温,在 24 h 内按 4.5.4-6 测定悬浮率、筛析二项指标。低温稳定性试验后,悬浮率和筛析仍应符合标准要求。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器、设备

恒温箱:(54±2)℃。

安瓿(或 54℃ 仍能密封的具塞玻璃瓶):50 mL。

医用注射器:50 mL。

4.8.2 试验步骤

用注射器将约 30 mL 试样注入洁净的安瓿中(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中制冷,用高温火焰封口(避免溶剂挥发)。至少封 3 瓶,分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内。再将金属容器置于恒温箱中,贮存 14 d。取出,放入干燥器中,使试样冷却至室温,将安瓿外面拭净后分别称量,对质量未发生变化的试样,在 24 h 内完成多菌灵含量与悬浮率测定。热贮后,多菌灵含量应不低于贮前含量的 95%,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 40%多菌灵悬浮剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 中的规定。
 - 5.2 40%多菌灵悬浮剂应用塑料瓶或玻璃瓶包装,每瓶净含量为 250 g、500 g,外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 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 中的规定。
 - 5.4 40%多菌灵悬浮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:多菌灵对人、畜、鱼类毒性很低,对植物安全。一般不易发生中毒事故。如发生中毒,可用阿托品解毒,在医生指导下使用,口服或肌肉注射,用量 0.5~1 mg。
 - 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,40%多菌灵悬浮剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。
-