

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:7488—2000

HG 3290—2000

前 言

本标准是非等效采用联合国粮农组织(FAO)农药规格 263/WP/S(1991)《多菌灵可湿性粉剂》,对化工行业标准 HG 3290—1989《多菌灵可湿性粉剂》修订而成的。

本标准与 HG 3290—1989 的主要技术差异为:

- 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;
- 多菌灵含量指标分别由 $(50.0 \pm 1.0)\%$ 、 $(25.0 \pm 0.5)\%$ 改为大于等于 50.0%、大于等于 25.0%;
- 悬浮率指标由大于等于 50%提高至大于等于 60%;
- 细度指标由大于等于 95%提高至大于等于 96%;
- 删去水分控制项目;
- 润湿时间指标由小于等于 2 min 缩短至小于等于 90 s;
- pH 值指标由 5.0~9.0 改为 5.0~8.5;
- 增加加速贮存试验控制项目。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 3290—1989。

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。本次为第一次修订。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

多菌灵可湿性粉剂

代替 HG 3290—1989

Carbendazim Wettable Powders

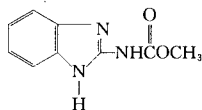
该产品有效成分多菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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℃): 0.09 mPa

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 0.000 5; 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

本标准规定了多菌灵可湿性粉剂的要求、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多菌灵可湿性粉剂。

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 5451—1985 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

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:组成均匀的疏松粉末,不应有团块。
3.2 多菌灵可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 多菌灵可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
	50%	25%
多菌灵含量,%	≥ 50.0	25.0
pH 值	5.0~8.5	
细度(通过 44 μm 标准筛),%	≥ 96	
悬浮率,%	≥ 60	
润湿时间,s	≤ 90	
加速贮存试验	合格	

注:正常生产时,加速贮存试验每 3 个月至少进行一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—79(89)中“粉剂和可湿性粉剂采样”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 250 g。

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, ψ (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: ψ (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×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。

典型的多菌灵可湿性粉剂液相色谱图见图1。

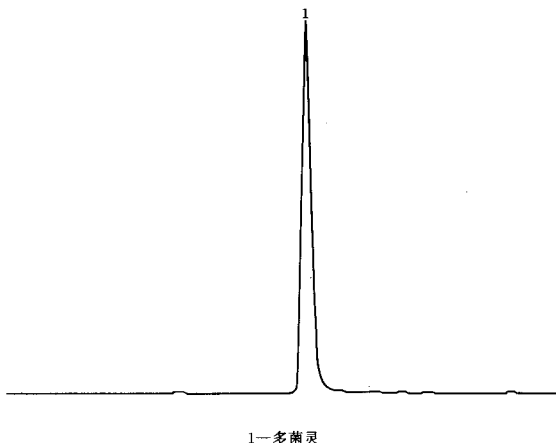


图1 多菌灵可湿性粉剂的高效液相色谱图

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

50%多菌灵可湿性粉剂两次平行测定结果之差, 应不大于 0.8%; 25%多菌灵可湿性粉剂两次平行测定结果之差, 应不大于 0.5%。分别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 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.7 细度

按 GB/T 16150—1995 中“湿筛法”进行。

4.8 加速贮存试验

4.8.1 仪器、设备

恒温箱: (54±2)℃。

烧杯: 250 mL, 内径 6~6.5 cm。

圆盘: 直径大小应与烧杯配套, 恰好产生 2.45 kPa 的平均压力。

4.8.2 试验步骤

将 50 g 试样放入烧杯, 不加任何压力, 使其铺成等厚度的平滑均匀层, 将圆盘压在试样上面, 置于恒温箱中, 贮存 14 d。取出烧杯, 放入干燥器中, 使试样冷却至室温, 在 24 h 内按 4.3、4.5 测定多菌灵含量、悬浮率。加速贮存后, 多菌灵含量应不低于贮存前含量的 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。极限数值的处理, 采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 多菌灵可湿性粉剂的标志、标签、包装, 应符合 GB 3796 的规定。

5.2 多菌灵可湿性粉剂应用坚韧的牛皮纸袋外套塑料袋或铝箔袋包装, 小包装每袋净含量 200 g、250 g、500 g, 大包装每袋净含量不大于 50 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 的规定。

5.4 多菌灵可湿性粉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，多菌灵可湿性粉剂的保证期，从生产日期算起为 2 年。
