

备案号:7482—2000

HG 3672—2000

前 言

本标准是参考国产吡虫啉乳油实际质量和国际农药分析合作理事会(CIPAC)分析方法制定的。

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:江苏克胜集团、山东京蓬药业公司。

本标准主要起草人:赵欣昕、邢红、吴重言、葛鹤萍、张毅。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

吡虫啉乳油

Imidacloprid Emulsifiable Concentrates

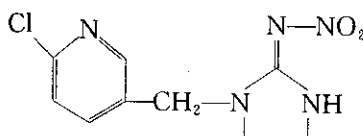
该产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Imidacloprid

CIPAC 数字代号: 582

化学名称: 1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量: 255.7 (按 1995 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀虫

熔点: 144℃

蒸气压 (20℃): 200 mPa

溶解度 (g/L, 20℃): 水中 0.61, 乙腈 50, 苯 0.68, 二氯甲烷 55, 异丙醇 1.2

稳定性: 在正常的贮存条件下及中性和微酸性介质中稳定; 在碱性水介质环境中缓慢分解

1 范围

本标准规定了吡虫啉乳油的要求、试验方法及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由符合标准的吡虫啉原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的吡虫啉乳油。

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 1600—1979(1989) 农药水分测定方法

GB/T 1601—1993 农药 pH 值测定方法

GB/T 1603—1979(1989) 农药乳剂稳定性测定方法

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 4838—1984 乳油农药包装

3 要求

3.1 外观: 稳定的均相液体, 无可见悬浮物和沉淀物

3.2 吡虫啉乳油控制项目指标应符合表 1 要求。

表1 吡虫啉乳油控制项目指标

项 目	指 标	
	10%	5%
吡虫啉含量,% ≥	10.0	5.0
水分,% ≤	0.5	
pH 值	5.0~8.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	
低温稳定性	合格	
热贮稳定性	合格	
注:低温稳定性和热贮稳定性试验,每 3 个月至少进行一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按 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:本鉴别试验可与吡虫啉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吡虫啉的色谱峰保留时间,其相对差值应在 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 吡虫啉含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇和水为流动相,使用 Novapak C₁₈、5 μ m 为填料的色谱柱和紫外检测器,对试样中的吡虫啉进行分离和测定。

4.3.2 仪器、设备

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:3.9 mm(id)×150 mm 不锈钢柱,内装 Novapak C₁₈、5 μ m 填充物。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器:50 μ L。

4.3.3 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水。

吡虫啉标样:已知含量,大于等于 98.0%。

4.3.4 液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水)=40:60。

流动相流量:0.4 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2℃)。

检测波长:260 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间:吡虫啉 5.0 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的吡虫啉乳油高效液相色谱图见图1。

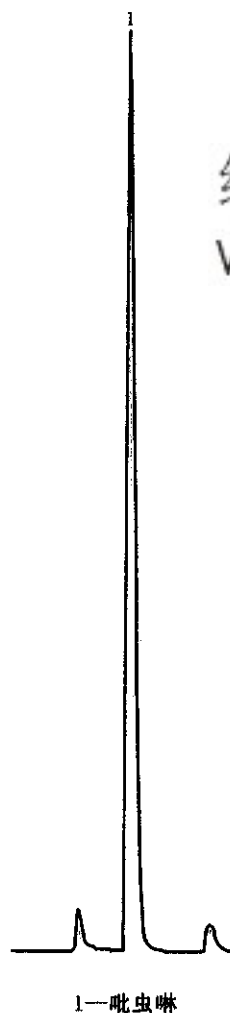


图1 吡虫啉乳油高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取吡虫啉标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加适量甲醇溶解, 在超声波浴中振荡 5 min, 恢复至室温, 定容, 摇匀; 用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g 的试样 (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加适量甲醇溶解, 在超声波浴槽中振荡 5 min, 恢复至室温, 定容, 摇匀; 用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。

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, 直至相邻两针吡虫啉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分析。

4.3.6 计算

以质量分数表示的试样中吡虫啉的含量 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 ——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

P ——吡虫啉标样的质量分数, %。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差, 10%乳油应不大于 0.5%, 5%乳油应不大于 0.3%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

4.4.1 测定方法

按 GB/T 1600—1979(1989)中的“卡尔·费休法”进行, 允许使用精度相当的水分测定仪测定。

4.4.2 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 $\pm 15\%$ 。取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性的测定

试样用标准硬水稀释 200 倍, 按 GB/T 1603 进行试验, 上无浮油, 下无沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

将 50 mL 试样放入 100 mL 烧杯中, 用适当方法冷却至 $(0 \pm 1)^\circ\text{C}$, 并在此温度下保持 1 h, 期间, 不时地用玻璃棒缓缓搅拌, 无固体物或油状物析出为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器、设备

恒温箱(或恒温水浴): $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

安瓿(或 54°C 仍能密封的具塞玻璃瓶)。

医用注射器: 50 mL。

4.8.2 试验步骤

用注射器将约 30 mL 乳油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致冷, 用高温火焰迅速封口(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, 再将金属容器放入恒温箱(或恒温水浴)中, 放置 14 d。取出凉至室温, 将安瓿外面拭净分别称量, 质量未发生变化的试样, 于 24 h 内对吡虫啉含量进行测定, 吡虫啉贮后含量应不低于贮前测得含量的 97%。

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 吡虫啉乳油的标志、标签、包装, 应符合 GB 4838 的规定。

5.2 吡虫啉乳油应用清洁、干燥的铁桶包装, 每桶净容量 200 L。或用带有内塞及瓶盖的玻璃瓶包装, 不得渗漏, 瓶间用草套、瓦楞纸或泡沫塑料衬垫, 紧密排列于钙塑箱或木箱中。每瓶和每箱净含量不得低于标签标明的含量。

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 4838 中的有关规定。

5.4 吡虫啉乳油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: 本品为低等毒性制剂, 可通过皮肤渗入, 使用本品应带防护手套、口罩, 穿干净防护服。使用后, 应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象, 应及时去医院检查治疗。

5.7 保证期

在规定的贮运条件下,吡虫啉乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。
