



Q/371727LDD

山东绿德地生物科技有限公司企业标准

Q/371727LDD 010-2018

12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪
种子处理悬浮剂

2018-02-20 发布

2018-03-20 实施

山东绿德地生物科技有限公司 发布



前 言

本标准有效期限为三年，到期复审。
本标准附录 A 为资料性附录。
本标准由山东绿德地生物科技有限公司提出。
本标准起草单位：山东绿德地生物科技有限公司。
本标准主要起草人：薛冬。
本标准首次发布日期：2018 年 2 月。

企业标准信息公共服务平台
2021年03月19日 19点27分

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年03月19日 19点27分



12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂

该产品中各有效成分的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

1) 福美双

ISO 通用名称: thiram

CIPAC 数字代号: 24

化学名称: 双(N,N-二甲基甲硫酰)二硫化物

结构式:



实验式: $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$

相对分子质量(按 2009 年国际相对原子质量计): 240.4

生物活性: 杀菌

熔点(°C): 155~156

溶解度: 20°C水中 30mg/L, 氯仿 230 mg/L, 丙酮 80mg/L

稳定性: 遇酸易分解

2) 萎锈灵

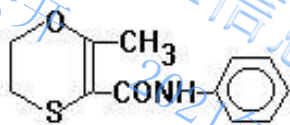
ISO 通用名称: carboxin

其它英文名称: vitavax

CAS 登记号: 5234-68-4

化学名称: 5, 6-二氢-2-甲基-1, 4-氧硫杂-3-甲酰替苯胺

结构式:



分子式: $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{NS}$

相对分子质量: 235.3 (2007 年国际相对原子质量计)

生物性质: 杀菌

熔点: 91.5°C~92.5°C, 其双晶98°C~100°C

蒸汽压(25°C): 0.025mPa

溶解度: (25°C, g/L): 在水中0.199; 在丙酮中177; 在二氯甲烷中353; 在乙酸乙酯中93

3) 噻虫嗪

其它中文名称: 阿克泰

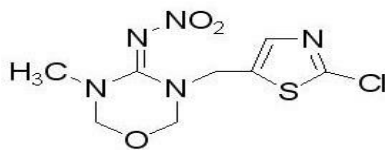
ISO 通用名称: Thiamethoxam

CAS 登记号: 153719-23-4

CIPAC 数字代号: 637

化学名称: 3-(2-氯-1, 3-噻唑-5-基甲基)-5-甲基-1, 3, 5-噁二嗪-4-基叉(硝基)胺

结构式:



实验式: $C_8H_{10}ClN_5O_3S$

相对分子质量 (按 2007 年国际相对原子质量计): 291.71

生物活性: 杀虫

熔点 ($^{\circ}C$): 139.1

蒸气压 ($20^{\circ}C$): $6.6 \times 10^{-3} Pa$

溶解度 ($25^{\circ}C$, g/L 纯品) 水 4.1, 有机溶剂 ($25^{\circ}C$, g/L): 丙酮 48、乙酸乙酯 7.0、甲醇 13、二氯甲烷 110、己烷 $>1mg/L$ 、辛醇 $620mg/L$ 、甲苯 $680mg/L$

稳定性: 对光热稳定, 在强碱性条件下有一定的分解

1 范围

本标准规定了 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由福美双、萎锈灵、噻虫嗪原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂。

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 1605-2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150-1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

HG/T 2467.5-2003 农药悬浮剂产品标准编写规范

GB/T 17768-1999 种子处理悬浮剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 组成和外观: 本品由符合标准的福美双、萎锈灵、噻虫嗪原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中制成, 应为稳定的均相液体, 无可见悬浮物和沉淀。

3.2 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂应符合表 1 要求

表 1 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标
福美双质量分数, %	3.50 ± 0.35
萎锈灵质量分数, %	3.50 ± 0.35
噻虫嗪质量分数, %	5.0 ± 0.5



pH 值范围			6.0~9.0
福美双悬浮率, %		≥	90
萎锈灵悬浮率, %		≥	90
噻虫嗪悬浮率, %		≥	90
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛), %		≥	98
倾倒性	倾倒后残余物, %	≤	5.0
	洗涤后残余物, %	≤	0.5
持久起泡性(1min 后), mL		≤	25
附着性%		≥	90
低温稳定性 ^a			合格
热贮稳定性 ^b			合格
注: 正常生产条件下, 低温稳定性和热贮稳定性试验, 每 3 个月至少检验 1 次。			

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605-2001 中 5.3.2 “液体制剂采样” 方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件, 最终抽样量不小于 600mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 福美双(萎锈灵、噻虫嗪)鉴别试验

本鉴别试验可与福美双(萎锈灵)质量分数的测定同时进行, 在相同的色谱操作条件下, 试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中福美双色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 福美双(萎锈灵、噻虫嗪)质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇+水为流动相, 使用以 Nova-Pack C₁₈ 为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的福美双(萎锈灵、噻虫嗪)进行高效液相色谱分离与测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱纯;

水: 超纯水;

福美双标准品: 已知质量分数, ≥98.0%;

萎锈灵标准品: 已知质量分数, ≥98.0%;

噻虫嗪标样: 已知准确质量分数, ≥98.0%。

4.3.3 仪器

液相色谱仪: 具可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm×4.6mm(id) 不锈钢柱; 内装 Nova-Pack C₁₈、5 μm 的填充物;

微量注射器: 25L;

定量进样管: 5L。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ(甲醇: 水) = 60:40;

流量: 1.0mL/min;

柱温: 室温(温差变化应不大于 2℃);

检测波长: 254nm;

进样体积: 5 μL;

保留时间: 福美双约 7.9min, 萎锈灵约 10.0min, 噻虫嗪约 3.8min。



上述操作参数系典型的,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。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取福美双标样 0.05g (精确至 0.0002g), 萎锈灵标样 0.05g (精确至 0.0002g), 噻虫嗪标样 0.07g (精确至 0.0002g) 于 50mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 移取上述溶液 5mL 至 50mL 容量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取试样约 1.43g (精确至 0.0002g), 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 移取上述溶液 5mL 至 50mL 容量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直到相邻两针福美双、噻虫嗪、萎锈灵的相对响应值变化均小于 1.5%后, 按下列顺序进样分析: 标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的峰面积分别进行平均。试样中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量分数 $X_1(\%)$ 按式(1)进行计算:

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

式中:

A_1 —标样溶液中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)峰面积的平均值;

m_1 —福美双(萎锈灵、噻虫嗪)峰标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —标样中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量分数, %;

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差, 试样中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量分数相对变化不大于 0.5%, 取其算术平均值为测定结果。

4.4 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.5 悬浮率的测定

称取一份试样 1.0g(精确至 0.0002g,), 按 GB/T 14825 进行, 用长吸管吸取余下的 1/10 (即 25mL) 悬浮液, 注入 50mL 容量瓶中, 然后按 4.3 条测定福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量, 计算其悬浮率。

4.5.1 计算

试样的悬浮率 $X_2(\%)$ 按式(2)计算

$$X_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

$$m_3 = m_2 \times w_2 \dots\dots\dots (3)$$

$$m_4 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w_1}{A_1 \cdot f} \dots\dots\dots (4)$$



式中:

A_1 —悬浮率对照物溶液中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)峰面积的平均值;

A_2 —悬浮率被试物溶液中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)峰面积的平均值;

m_1 —福美双(萎锈灵、噻虫嗪)对照物的质量, g;

m_2 —被试物的质量, g;

m_3 —被试物中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量, g;

m_4 —量筒底部1/10悬浮液及沉淀物中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量, g;

w_1 —福美双(萎锈灵、噻虫嗪)对照物的纯度, %;

w_2 —被试物中福美双(萎锈灵、噻虫嗪)的质量分数, %;

f —稀释因子, 10。

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 湿筛试验的测定

按照 GB/T 16150-1995 中 2.2 的“湿筛法”进行。

4.7 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.9 种子附着性的测定(以玉米种子为例)

4.9.1 方法提要

将经过试样处理的种子, 通过一定高度的自由下落, 落到筛子上, 使种子上附着的松散物质从种子上分离下来。经过 5 次重复, 称取一定量的种子置于振荡仪上振荡一定时间, 用乙醇萃取, 测定吸光度, 计算种子的附着性。

4.9.2 材料

玉米种子: 经精选千粒重为 $280\text{g} \pm 20\text{g}$, 含水量在 12%~14%;

实验室环境条件: 温度: $23 \pm 5^\circ\text{C}$, 空气相对湿度: 40%~60%。

4.9.3 仪器与试剂

具塞三角瓶: 250mL;

分光光度计;

比色皿: 1cm; 振荡仪: (500 ± 50) r/min;

0.45 μm 过滤器或离心机;

乙醇溶液: ψ (95%乙醇:水)=55:45;

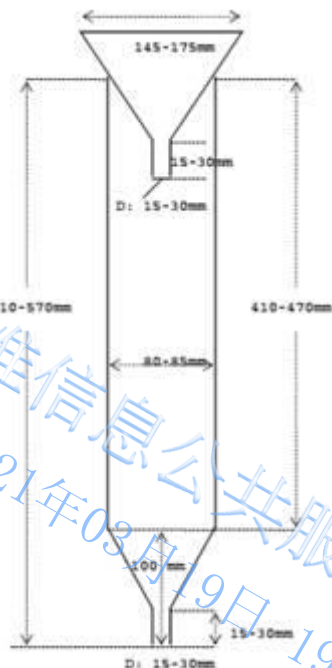
烧杯: 1000mL;

玻璃圆筒: 长 410-470mm, 内径 80-85mm, 下端密封在玻璃漏斗上, 漏斗带一个内径 15-30mm 长 15-30mm 的柄, 见下图; 关闭底部漏斗出口的滑动挡板;

玻璃漏斗: 口径 145-175mm, 柄内径 15-30mm, 长 15-30mm。装入圆筒, 使种子下落通过的总距离最短不能少于 400mm, 见下图;

保持玻璃圆筒垂直的支架;

试验筛: 孔径 5mm。



企业标准信息公共服务平台
 公开
 2021年03月19日 19点27分

4.9.4 实验步骤

4.9.4.1 称取试样 3.3g (精确至 0.01g)，置于 1000mL 烧杯中，加水 3mL，与试样混匀。称取玉米种子 330g (精确至 1g) 于烧杯中，再加盖摇振 10min 后，将包衣种子平展开，使其成膜，处理后的种子晾干，室温下放置 24 小时，备用。

4.9.4.2 称取三份经药剂处理后的种子，每份 20g (精确至 0.02g)，分别标记为 U1、U2、U3。分别置于 250mL 的锥形瓶中，各加入 100mL 乙醇溶剂，加盖，浸泡 1h，超声萃取 15 分钟后，过滤或离心得到澄清的液体，以乙醇做参比，在 550nm 波长下，测定其吸光度，并将 U1、U2、U3 的吸光度记为：AU1、AU2、AU3 (550nm 是以罗丹明 B 为染色剂时的检测波长，如以其他成分为染料，可根据其成分做选择)，计算三个样品的平均值为：AU。

4.9.4.3 将剩余的 270g 经药剂处理的种子样品平均分为三份，每份 90g。每份种子按以下方式处理：将 90g 种子样品缓慢稳定地通过漏斗流出进入玻璃圆筒，当所有的种子都在圆筒底部时，打开圆筒底部漏斗的滑动挡板，让种子通过漏斗坠落到筛子上 (漏斗下端距离筛子表面距离为 100mm)。关闭滑动挡板，不要清洗装置，对同一份种子按以上步骤重复处理 5 次。

称取处理后的种子 20g (精确至 0.02g)，记为 S1。将装置彻底清洗。对另外两份 90g 样品同样处理 5 次，也分别称取 20g (精确至 0.02g)，分别标记为 S2、S3。

将 S1、S2、S3 分别置于 250 mL 的锥形瓶中，分别加入 100mL 乙醇溶剂，加盖，浸泡 1h，超声萃取 15 分钟后，过滤或离心得到澄清的液体，以乙醇做参比，在 550nm 波长下，分别测定其吸光度，将 S1、S2、S3 的吸光度记为：AS1、AS2、AS3，计算三个样品的平均值为：As。

4.9.5 计算：

种子附着性(%)的计算按式(5)计算：

$$\text{种子附着性} = \frac{As}{Au} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

4.9.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 3.0%。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T19137-2003 中 2.2 进行。恢复至室温后，悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。



4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.3 进行, 热贮后, 有效成份萎锈灵、噻虫嗪的相对分解率均不大于 5%, 福美双分解率不大于 10% 外, 悬浮率、pH 值、倾倒性、湿筛试验、附着性仍符合本标准要求, 则为合格。

4.12 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 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 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 中的规定, 并应有生产批准证书号、农药登记证号、标准号和商标。

5.2 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂可采用聚酯瓶或玻璃瓶包装, 规格为 250mL 或 100mL, 外包装为钙塑箱或纸板箱, 每箱 5kg, 但要符合 GB 3796 中的有关规定。根据用户要求或订货协议, 可以采用其他形式的包装, 但要符合 GB 4838 中的有关规定。

5.3 包装件应贮存在通风、干燥的库房中, 堆码方式应符合安全、搬运方便。

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:** 应有毒性等级在使用说明书和包装容器上, 除有醒目的毒性标志外, 还应有毒性说明, 使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施等。使用本品时应戴防手套、防毒面具、穿干净的防护服。施药后应立即用肥皂和水洗净。如误服应清洗口腔并催吐, 如溅入眼内, 应用大量清水冲洗, 如发生中毒现象, 应及时送医院治疗。

5.6 **保证期:** 在规定的贮运条件下, 12%福美双·萎锈灵·噻虫嗪种子处理悬浮剂的保证期, 从生产日期算起为两年。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年03月19日 19点27分



附录 A
(资料性附录)
色谱图

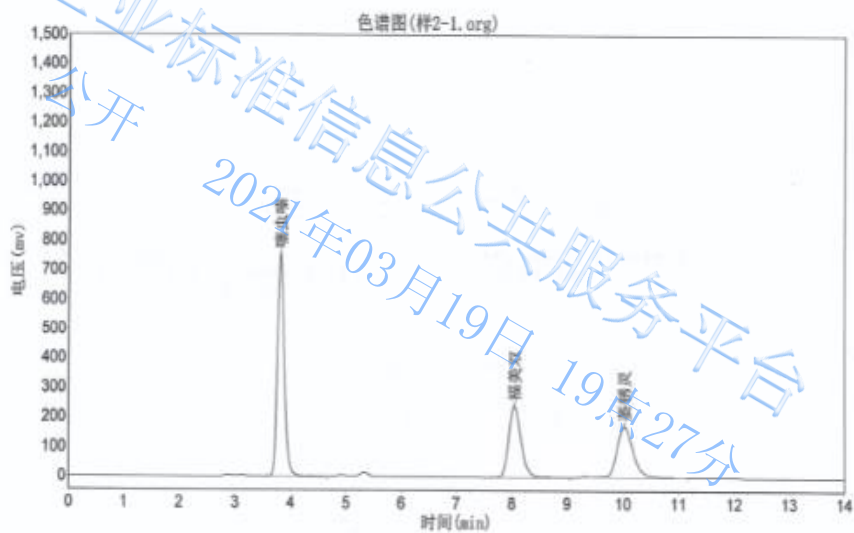


图 A.1 12%福美双· 萎锈灵· 噻虫嗪种子处理悬浮剂测定液相色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年03月19日 19点27分