25

Q

徐州诺特化工有限公司企业标准

Q/320305 GR 09—2019

代替 Q/320305 GR 09－2016

企业标准信息公共服务平台
公开 2019年08月28日 14点49分

10%四聚乙醛颗粒剂

企业标准信息公共服务平台
公开 2019年08月28日 14点49分

2019-08-22 发布　　2019-09-08 实施

徐州诺特化工有限公司　发布

前　　言

本标准代替 Q/320305 GR 09—2016。

本标准与前版标准相比：技术指标、试验方法未作修改。

本标准编写格式按 GB/T1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写》和 HG/T2467.12-2003《农药颗粒剂产品标准编写规范》进行编写。

本标准由江苏省徐州诺特化工有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：张文娟。

本标准首次发布于 2007 年 8 月，标准号：Q/320301 GR 09—2007。

本标准于 2010 年 8 月第一次修订，标准号：Q/320301 GR 09—2010。

本标准于 2013 年 8 月第二次修订，标准号：Q/320301 GR 09—2013。

本标准于 2016 年 8 月第三次修订。标准号：Q/320305 GR 09—2016。

本标准于 2019 年 8 月第四次修订。

企业标准信息公共服务平台
公开　2019年08月28日 14点49分

企业标准信息公共服务平台
公开　2019年08月28日 14点49分

引　　言

10%四聚乙醛颗粒剂是由徐州诺特化工有限公司研制开发的一种新型杀贝新药。

10%四聚乙醛颗粒剂经上海市农药检定所检测，结果为对诱杀果园菜园田蜗牛有一定的效果，在潮湿情况下诱杀速度快持效期中等，每公顷用 P7500g（ai450g），在蜗牛活动期的雨后或灌溉后施药，药效与同剂量的密达相仿。

毒性试验表明：10%四聚乙醛颗粒剂属低毒性。大鼠急性经口 LD_{50} ＞5000mg/kg 大鼠急性经皮 LD_{50} ＞2000mg/kg,对兔眼、皮肤无刺激性。

登记证号：LS20090329。

企业标准信息公共服务平台
公开 2019年08月28日 14点49分

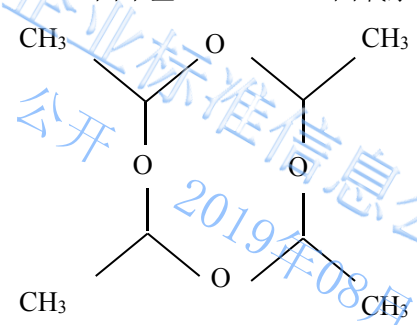
企业标准信息公共服务平台
公开 2019年08月28日 14点49分

10%四聚乙醛颗粒剂

本标准中有效成分的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

化学名称：2.4.6.8—四甲基—1.3.5.7—四氧杂环辛烷

结构式：



实验式：$C_8H_{16}O_4$

相对分子质量：176.21（按 2015 国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

熔点（在密闭管中）：246.2℃

升华点：115℃

溶解度：17℃时，水中 0.02%，稍溶于乙醇、乙醚，能溶于苯和三氯甲烷。

稳定性：在存放期间，如受潮，容易解聚。

1 范围

本标准规定了 10%四聚乙醛颗粒剂的要求、试验方法，以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的四聚乙醛原药、适宜的助剂和填料加工制成的 10%的四聚乙醛颗粒剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T1600—2001 农药水分测定方法

GB/T1601—1993 农药 pH 值的测定方法

GB/T1604—1995 商品农药验收规则

GB/T1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796—2006 农药包装通则

GB/T19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T30360—2013 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T33810—2017 农药堆密度测定方法

3 要求

3.1 外观 圆柱形颗粒。

企业标准信息公共服务平台 公开 2019年08月28日 14点49分

3.2 10%四聚乙醛颗粒剂应符合表 1 要求。

表 1　　10%四聚乙醛颗粒剂控制项目指标

项　目		指　标
四聚乙醛含量，%		10.0±1.0
pH 值范围		6.0～9.0
水分，%	≤	10.0
松密度，g/ml	≤	1.1
实密度，g/ml	≤	1.2
粉尘		基本无粉尘
粒度（1.2mm～4.8mm 孔径筛），%	≥	95
脱落率，%	≤	5
热贮稳定性		合　格
注：热贮稳定性，每 6 个月检测一次。		

4　试验方法

4.1　抽样

按照 GB/T1605—2001 中“固体制剂采样”方法进行，用随机法确定抽样的包装件数，最终抽样量应不少于 250g。

4.2　鉴别试验

气相色谱法：本产品中四聚乙醛的鉴别试验可与它的含量的测定同时进行。在相同的操作条件下，试样溶液中四聚乙醛的主峰保留时间与各自标样的主峰保留时间，相对偏差应在 2%以内。

4.3　外观

目测

4.4　四聚乙醛的测定

4.4.1　方法提要

试样用粉碎机粉碎再用三氯甲烷溶解，以苯甲酸甲酯为内标物，使用 HP-INNOWAX 石英毛细管柱、不分流进样装置和氢火焰离子化检测器对试样中的四聚乙醛进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.4.2　试剂和溶液

三氯甲烷，分析纯；

四聚乙醛标样：已知含量，≥98.0%；

内标物溶液：

称取苯甲酸甲酯 1.5g（准至 0.2mg），用溶解三氯甲烷并稀释至 100mL，混匀、密封保存。

4.4.3　仪器

气相色谱仪：具有氢焰检测器，不分流装置；

毛细管色谱柱：HP-INNOWAX　30m×0.53mm×1.0μm 石英柱毛细管柱；

色谱数据处理机；

微量注射器：10μL。

4.4.4　毛细管气相色谱操作条件

温度:柱温　140℃；　汽化温度　180℃；　检测温度　250℃；

气体流速：载气流量（N_2）　25mL/min；空气流量　400mL/min；

氢气流量　35mL/min；

进样量：0.2μL

企业标准信息公共服务平台 公开 2019年08月28日 14点49分

保留时间：四聚乙醛 0.9min;苯甲酸甲酯 1.2 min，（见图 1、图 2）。

上述操作条件系典型操作参数，可根据仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

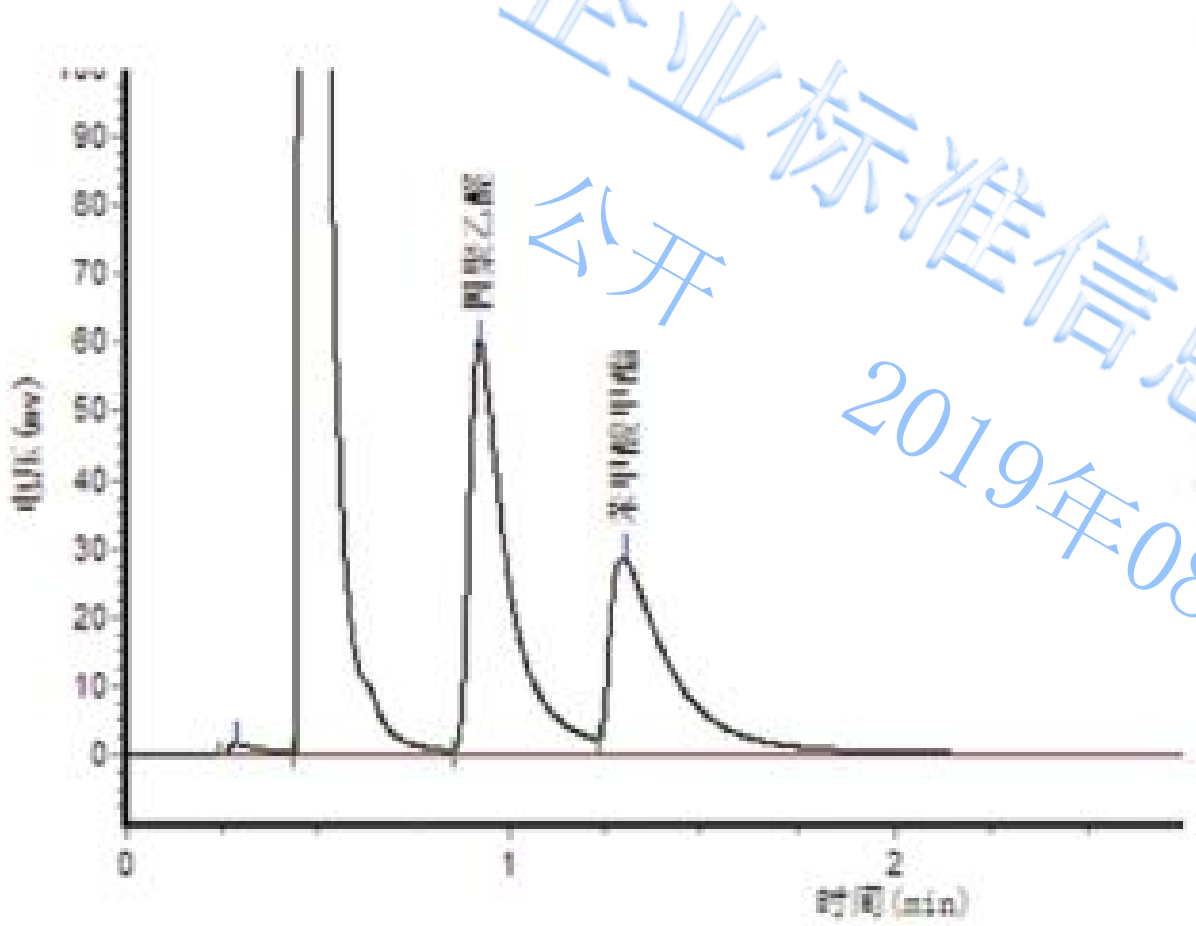


图 1　四聚乙醛标样谱图

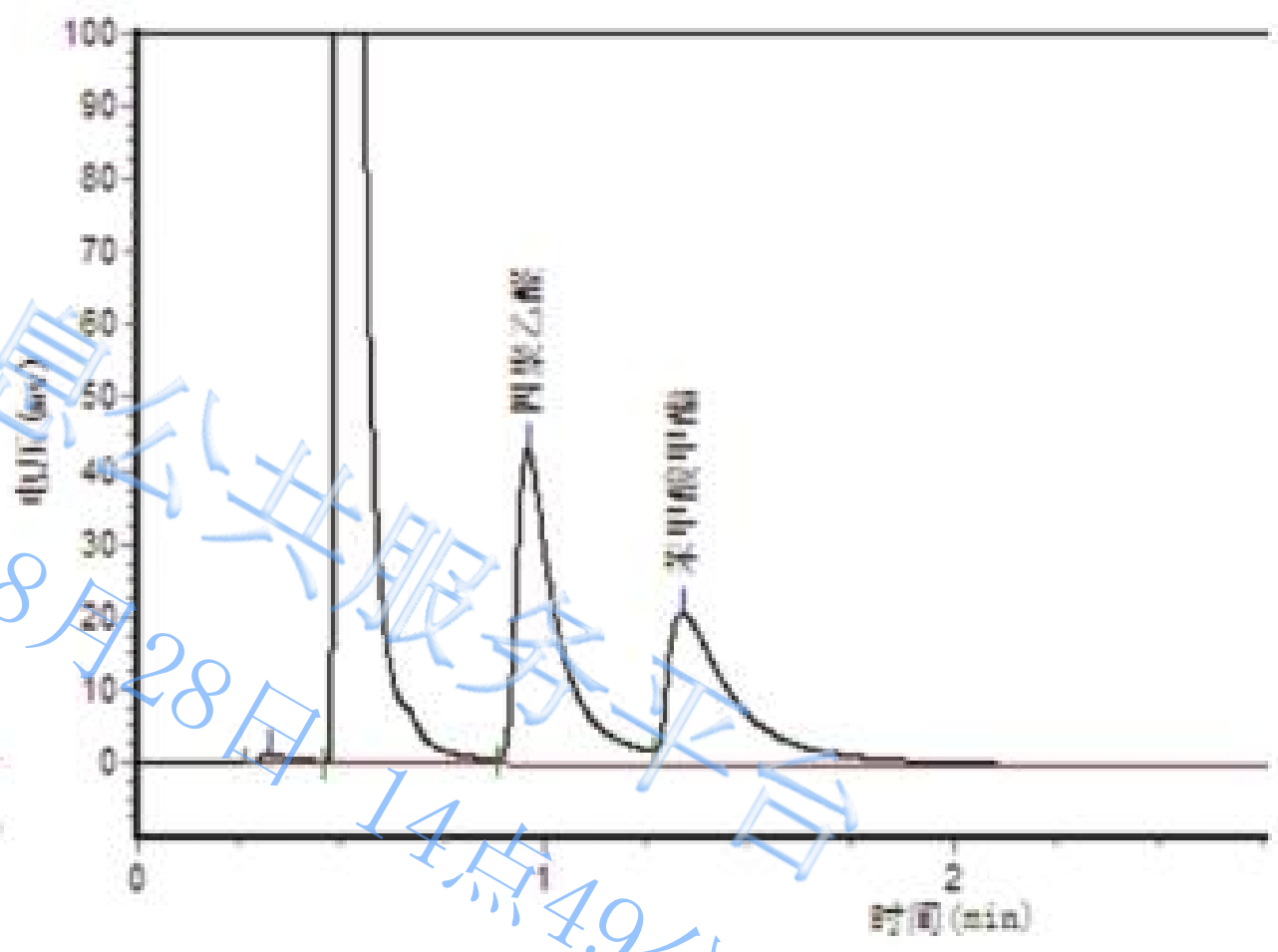


图 2　试样谱图

4.4.5　测定步骤

4.4.5.1　标样溶液的配制

准确称取四聚乙醛标准品 0.03g（准至 0.2mg）于 10mL 容量瓶中，再移入苯甲酸甲酯溶液 1mL，用三氯甲烷氯溶解并稀释至刻度，充分摇匀备用。

4.4.5.2　试样溶液的配制

准确称取已粉碎的试样 0.3g（准至 0.2mg）于 10mL 容量瓶中，再移入苯甲酸甲酯溶液 1mL，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，充分摇匀静置，取滤液测定四聚乙醛的含量。

4.4.5.3　测定

在上述操作条件下，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变动小于 2%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。

4.4.5.4　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四聚乙醛与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中四聚乙醛质量百分含量 X_1 ，按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

r_1 —标样溶液中，四聚乙醛与内标物峰面积比的平均值；

r_2 —试样溶液，四聚乙醛与内标物峰面积比的平均值；

m_1 —四聚乙醛标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

p —标样中四聚乙醛的质量百分含量，%

企业标准信息公共服务平台 公开 2019年08月28日 14点49分

4.4.6 允许差

两次平行测定的差值四聚乙醛应不大于 0.3%。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T1601—1993 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T1600—2001 中的共沸蒸馏法进行。

4.7 粒度的测定

4.7.1 仪器

试验筛：孔径 1.2mm、4.8mm（附筛盖和筛底盘）；

天平：感量 0.1g；

振筛机：能垂直和水平振荡。

4.7.2 测定

将标准筛上下叠装，4.8mm 大粒径筛置于 1.2mm 小粒径筛上面,筛下装承接盘，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，准确称取 10%四聚乙醛颗粒剂试样 10g（准确至 0.1g），置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡 4min,收集 1.2mm 孔径筛上的试样称重。夹在筛子孔中的颗粒应作不通过此筛孔部分计量。

注：若无振筛机，可用人工进行筛分操作，但仲裁时，必须用振筛机。

4.7.3 计算

试样的粒度 X_2 按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \cdots\cdots (2)$$

式中：

m_1 —通过 4.8mm 未通过 1.2mm 孔径筛子的试样质量，g；

m_0 —试样质量，g。

4.8 脱落率的测定

4.8.1 仪器

标准筛：孔径与 4.7.1“标准筛组”中小粒径筛相同

钢球：15 个（ϕ10 mm）

振筛机：振幅 36 mm，224 次/min。

4.8.2 操作步骤

准确称取已测过粒度的试样 50g，放入盛有 15 个钢球的标准筛中，将筛置于底盘上加盖，移至振筛机中固定后振荡 15min，准确称取接盘内试样质量（精确至 0.1g），试样的脱落率 X_3（%）按式（3）计算：

$$X_3 = \frac{m_3}{m_2} \times 100 \cdots\cdots (3)$$

式中：

m_2—试样的质量，g ；

m_3—接盘中试样的质量，g。

4.9 松密度和实密度

按 GB/T33810-2017 进行。

企业标准信息公共服务平台 公开 2019年08月28日 14点19分

4.10　粉尘的测定

按 GB/T30360—2013 进行。

4.11　热贮稳定性试验

按 GB/T9136—2003 中 2.3 进行。在 24h 内，完成对四聚乙醛含量的测定，其检验结果符合指标要求为合格。

4.12　产品的检验与验收

应符合 GB/T1604—1995 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　10%四聚乙醛颗粒剂的标志、标签应符合 GB3796—2006 中的有关规定，并应有农药生产批准证书号、登记证号、标准号、商标使用范围。

5.2　10%四聚乙醛颗粒剂用塑料包装，每袋 500ｇ，每箱净重 10ｋｇ。

5.3　根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB3796—2006 中的有关规定。

5.4　包装件应存放在通风、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：本产品属低毒产品，不可食用。操作时穿戴防护衣物，发现中毒症状，用阿托品解毒，或遵医嘱治疗，但不可用肟类解毒剂。

5.7　保证期：在规定的贮运条件 10%四聚乙醛颗粒剂的保证期，从生产日期算起为二年。

企业标准信息公共服务平台
公开　2019年08月28日 14点49分