

中华人民共和国农业 行业标准

NY/T 4393—2023

代森联可湿性粉剂

Metiram wettable powder

2024 05 01 实施

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 101—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会（AS/TC 133）归口。

本文件起草单位：沈化测试技术（南通）有限公司、河北双吉化工有限公司、合肥高尔生命健康科学研究院有限公司、惠州市银农科技股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件起草人：孙洪峰、郑晓成、陈瑞瑞、韦沙迪、于亮、吴晓骏、王宇、谢远芳。

代森联可湿性粉剂

1 范围

本文件规定了代森联可湿性粉剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于代森联可湿性粉剂产品的质量控制。

注：代森联和乙撑硫脲的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1600—2021 农药水分测定方法
- 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 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—2021 农药热储稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

均匀的疏松粉末，不应有团块。

4.2 技术指标

代森联可湿性粉剂应符合表 1 的要求。

表 1 代森联可湿性粉剂技术指标

项目	指标
代森联质量分数, %	700 ⁺³⁰ ₋₂₀
锌质量分数, %	140 ⁺²⁰ ₋₁₀
砷质量分数 ^a , (μg/g)	≤ 20
乙撑硫脲(ETU)质量分数, %	≤ 0.5
水分, %	≤ 3.0

表 1（续）

项目	指标
pH	5.00~8.00
湿筛试验（通过 75μm 试验筛），%	≥ 98
悬浮率，%	≥ 70
润湿时间，s	≤ 90
持久起泡性（1min 后泡沫量），mL	≤ 60
热储稳定性	热储后，代森联质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%， ETU 质量分数、pH、湿筛试验、悬浮率、润湿时间和持久起泡性仍应 符合本文件的要求为合格

警示：使用
本文件的人员应有
实验室工作的实践
经验。本文件并未
指出所有的安全
问题。使用者有责

5 试验方法

5.1 安全和健康措施

5.1.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.1.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 的规定执行。用随机数表法确定取样抽样的包装件，最终取样量应不少于 200 g。

5.1.3 鉴别试验

5.1.3.1 高效液相色谱法

本鉴别试验可与代森联质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，衍生化后的试样溶液中主色谱峰保留时间与标样溶液中代森联衍生物保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.1.3.2 双硫脲比色法

5.1.3.2.1 试剂和仪器

5.1.3.2.1.1 三氯甲烷

5.1.3.2.1.2 冰乙酸

5.1.3.2.1.3 双硫脲三氯甲烷溶液：双硫脲 = 1 g/kg。

5.1.3.2.1.4 氢氧化钠溶液：c(氢氧化钠) = 40 g/L。

5.1.3.2.1.5 双硫脲冰乙酸溶液：取双硫脲三氯甲烷溶液 2 mL，加入冰乙酸 0.25 mL，用三氯甲烷稀释至 10 mL，摇匀。

5.1.3.2.1.6 中速定性滤纸

5.1.3.2.1.7 毛细管

5.1.3.2.2 测定步骤

试验一：称取试样约 0.5 g，加入 2 mL~3 mL 蒸馏水，搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲冰乙酸溶液，滴至粉点上，粉点中心外环皆应呈粉红色。

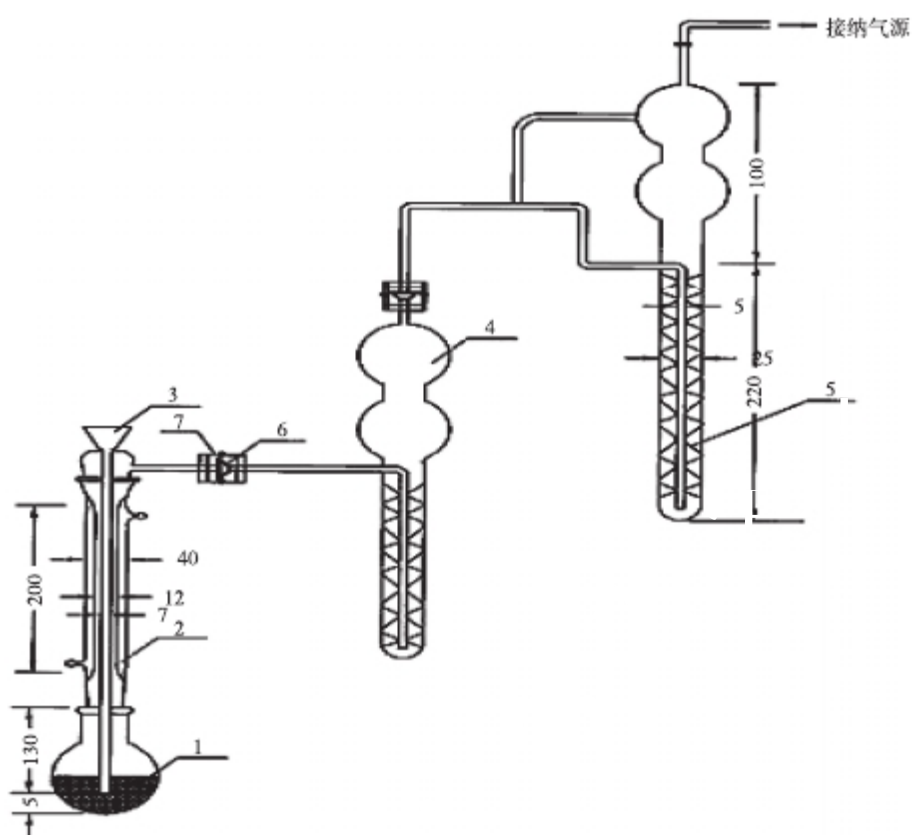
试验二：称取试样约 0.5 g，加入 2 mL~3 mL 三氯甲烷，搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲三氯甲烷溶液，滴至粉点上，粉点中心应呈亮紫色。

试验三：称取试样约 0.5 g，加入 2 mL~3 mL 三氯甲烷，搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取氢氧化钠溶液，滴至粉点上，粉点中心应呈白色，粉点外环应无色。

代森联定性应同时满足以上 3 个试验。



标引序号说明：

- 1——150 mL 烧瓶；5——第二吸收管；
2——直形冷凝管；6——球磨；
3——长颈漏斗（加酸管）；7——夹子；
4——第一吸收管。

图1 代森联测定装置

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加50 mL氢碘酸G冰乙酸溶液，摇匀，同时立即加热烧瓶，小心控制防止反应液冲出，保持微沸50 min.停止加热，拆开装置，取下第二吸收管，将内容物用200 mL水分3次洗入500 mL锥形瓶中，以酚酞指示液检查吸收管，洗至管内无内残物，用3.6%冰乙酸中和至酚酞退色，再过量3滴~4滴，立即用碘标准滴定溶液滴定，同时不断摇动，近终点时加3 mL淀粉指示液，继续滴定至溶液呈浅灰紫色，同时作空白试验。

5050105 计算

试样中代森联的质量分数按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{(mV_1 - V_0) \times c \times 8}{M_1} \times 100 \quad (1)$$

1

式中：

- ω_1 ——代森联质量分数的数值，单位为百分号(%)；
 c ——碘标准滴定溶液实际浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
 V_1 ——滴定试样溶液消耗碘标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
 V_0 ——滴定空白溶液消耗碘标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
 M_1 ——代森联摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=108.87$)；
 m ——试样质量的数值，单位为克(g)；
1000——单位换算系数；
8 ——换算系数。

5050106 允许差

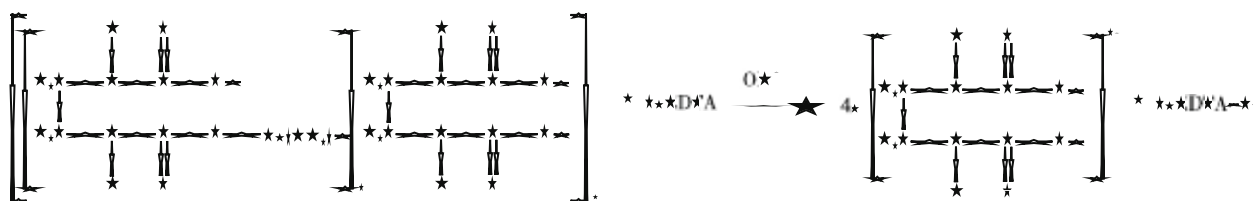
代森联质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 100%, 取其算术平均值作为测定结果。

50502 高效液相色谱法

5050201 方法提要

代森联中的锌离子与螯合剂乙二胺四乙酸二钠(EDTA)在碱性条件下形成络合物和水溶性的乙撑双硫代氨基甲酸负离子(简称代森联衍生物),以甲醇和缓冲液为流动相,使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 282 nm 下对试样中代森联衍生物进行液相色谱分离,外标法定量。

代森联衍生化过程反应方程式如下:



5050202 试剂和溶液

505020201 甲醇:色谱纯。

505020202 四丁基硫酸氢铵。

505020203 乙二胺四乙酸二钠。

505020204 磷酸氢二钠。

505020205 亚硫酸钠。

505020206 氢氧化钠。

505020207 氢氧化钠溶液: $c(NaOH) = 5.0 \text{ g/L}$ 。

505020208 代森联标样:已知代森联质量分数, $w \geq 90.0\%$ 。

505020209 缓冲溶液 A:分别称取 3.40 g 四丁基硫酸氢铵、0.73 g 乙二胺四乙酸二钠、0.42 g 磷酸氢二钠溶于 1000 mL 水中,用氢氧化钠溶液调 $pH = 1.0$,超声混匀后用滤膜过滤后,备用。

505020210 缓冲溶液 B:分别称取 7.44 g 乙二胺四乙酸二钠、0.42 g 磷酸氢二钠溶于 1000 mL 水中,用氢氧化钠溶液调 $pH = 1.25$,再加入 3 g 亚硫酸钠,溶解并混合均匀后放置冰箱中(至少 50 min),备用。

5050203 仪器

505020301 高效色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

505020302 色谱柱:150 mm × 4.6 mm (内径) 不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

505020303 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

505020304 超声波清洗器。

5050204 液相色谱操作条件

505020401 流动相: $(\Psi: \text{缓冲溶液 A}) = 30:70$ 。

505020402 流速:0.1 mL/min。

505020403 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}C$)。

505020404 进样体积: μL 。

505020405 检测波长:282 nm。

505020406 保留时间:代森联衍生物约 7.0 min。

505020407 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。典型的衍生化后的代森联可湿性粉剂的高效液相色谱图见图 2。

5050205 测定步骤

505020501 标样溶液的制备

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/056203113111010114>