

LY

# 中华人民共和国林业行业标准

LY/T 2847—2017

## 噻虫啉微囊剂使用技术规程

Technical regulation on the application of thiaclopridmicrocapsules

2017-06-05 发布

2017-09-01 实施

国家林业局 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由国家林业局造林绿化管理司提出，并由林业有害生物防治标准化委员会(SAC/TC522)归口。

本标准起草单位：江西天人生态股份有限公司、北京林业大学、国家林业局森林病虫害防治总站。

本标准主要起草人：梁小文、李肖宇、田呈明、曾升华、游崇娟、柴守权、阎合、石峥、李英武。

# 噻虫啉微囊剂使用技术规程

## 1 范围

本标准规定了噻虫啉微囊剂的要求、检测、使用及有关规定等内容。

本标准适用于应用噻虫啉微囊剂防治鳞翅目、鞘翅目、同翅目等主要林业害虫。

## 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，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1605商品农药采样方法

GB/T 14825农药悬浮率测定方法

GB/T 1600农药水分测定方法

GB/T 1601农药pH值的测定方法

GB/T 16150农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137农药低温稳定性测定方法

GB/T 1604商品农药验收规则

GB 3796农药包装通则

GB 20183农药产品标签通则

GB 12475农药贮运、销售和使用的防毒规程

NY/T 1276农药安全使用规范总则

HJ 556农药使用环境安全技术导则

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 噻虫啉 thiacloprid

是一种新型氯代烟碱类杀虫剂，主要作用于昆虫神经接合后膜，通过与烟碱乙酰胆碱受体结合，干扰昆虫神经系统正常传导，引起神经通道的阻塞，造成乙酰胆碱的大量积累，从而使昆虫异常兴奋，全身痉挛、麻痹而死。对刺吸式和咀嚼式口器害虫有特效，具有较强的触杀、胃毒和内吸作用，但毒性极低。

### 3.2 微囊剂 microcapsules

也叫微胶囊剂，可分为微囊悬浮剂和微囊粉剂。是以天然或人工合成的高分子材料作为囊壁或囊膜，通过化学、物理或物理化学的方法，将农药活性物质作为囊心包裹起来，形成一种具有半渗透性囊膜的微型胶囊，具有水化性、粒状化、缓释化、低毒化、多功能化和省力化等特点。

## 4 要求

#### 4.1 组成和外观

本品应由符合标准的噻虫啉原药、载体和助剂组成。噻虫啉微囊悬浮剂应是可流动、易测量体积的乳白色悬浮液体，在存放过程中，可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状，不应有结块；噻虫啉微囊粉剂应是干的，能自由流动，无可见外来杂质和硬团块的白色疏松粉末。噻虫啉原药理化性质见附录A。

#### 4.2 要求

噻虫啉微囊悬浮剂应符合表1要求。

表 1 噻虫啉微囊悬浮剂控制项目指标

| 项目                           |               | 指标             |
|------------------------------|---------------|----------------|
| 总噻虫啉质量分数 $\geq$              |               | 标示值（应精确至0.1%）  |
| 游离噻虫啉质量分数 $\leq$             |               | 10.0%          |
| 悬浮率 $\geq$                   |               | 90.0%          |
| pH值范围                        |               | 5.0~8.0        |
| 湿筛试验（通过75 $\mu$ m试验筛） $\geq$ |               | 98.0%          |
| 倾倒性                          | 倾倒后残余物 $\leq$ | 5.0%           |
|                              | 洗涤后残余物 $\leq$ | 0.5%           |
| 持久起泡性（1min后泡沫量） $\leq$       |               | 20.0 mL        |
| 低温稳定性                        |               | 轻微搅动，无可见颗粒和油状物 |
| 热贮稳定性                        |               | 质量分数不低于热贮前95%  |

正常生产时，热贮稳定性、低温稳定性试验每三个月至少测定一次。

噻虫啉微囊粉剂应符合表2要求。

表 2 噻虫啉微囊粉剂控制项目指标

| 项目                           |  | 指标            |
|------------------------------|--|---------------|
| 总噻虫啉质量分数 $\geq$              |  | 标示值（应精确至0.1%） |
| 游离噻虫啉质量分数 $\leq$             |  | 10.0%         |
| 水分 $\leq$                    |  | 3.0%          |
| pH值范围                        |  | 5.0~8.0       |
| 湿筛试验（通过75 $\mu$ m试验筛） $\geq$ |  | 98%           |
| 热贮稳定性                        |  | 质量分数不低于热贮前95% |

正常生产时，热贮稳定性每三个月至少测定一次。

## 5 检测

### 5.1 抽样

微囊悬浮剂按照GB/T 1605中“液体制剂采样”方法进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于1000mL。

微囊粉剂按照GB/T 1605中“固体制剂采样”方法进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于300g。

### 5.2 仪器设备

高效液相色谱、色谱工作站、pH计、天平、恒温水浴、水分测定仪、干燥器。

### 5.3 总噻虫啉质量分数以及游离噻虫啉质量分数的测定

测定方法见附录B。

### 5.4 悬浮率的测定

按GB/T 14825中规定进行。

### 5.5 水分

按GB/T 1600中“共沸蒸馏法”法进行。

### 5.6 pH值的测定

采用GB/T 1601中的pH计法进行。

### 5.7 湿筛试验

按GB/T16150中的“湿筛法”进行。

### 5.8 倾倒性的测定

测定方法见附录B。

### 5.9 持久起泡性试验

测定方法见附录B。

### 5.10 热贮稳定性试验

按GB/T 19136中“液体制剂”进行。

### 5.11 低温稳定性试验

按GB/T 19137进行。

### 5.12 产品检验与验收

应符合GB/T 1604的有关规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

## 6 使用

### 6.1 防治对象及施药剂量

应用于防治鳞翅目、鞘翅目、同翅目等主要林业害虫，施药剂量见附录C。

### 6.2 施药方法

应选择正规厂家生产、经国家质检部门检测合格的药械。小面积喷洒宜选用手动喷雾器，较大面积可采用背负式机动喷雾机，大面积防治应采用车载喷雾机或飞机施药。

使用方法见附录D。

## 7 有关规定

### 7.1 标志、标签、包装

噻虫啉微囊剂的标志、标签和包装应符合GB3796和GB20813规定。

### 7.2 贮存和运输

贮存和运输应按GB12475执行。

### 7.3 保证期

在规定的贮运条件下，噻虫啉微囊剂的保证期从生产日期起为两年。

### 7.4 微囊粉剂使用

噻虫啉微囊粉剂不宜采用飞机施药的方式。

### 7.5 安全

#### 7.5.1 使用安全

农药配制和施用按照GB12475和NY/T1276的规定执行。

#### 7.5.2 环境安全

未用完农药制剂或药液在该农药标签许可的情况下可再次使用，但应保存在原包装中，并密封贮存于安全场所，不得用其他容器盛装。

少量剩余药液、废容器和废包装应符合HJ 556规定，应按环保部门要求妥善处置，并做详细记录。

附录 A  
(资料性附录)

噻虫啉的结构式和基本物化参数

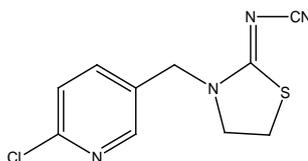
本产品中有效成分噻虫啉的结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：thiacloprid

CIPAC数字代号：631

CAS登记号：111988-49-9

化学名称(IUPAC)：(2Z)-3-[(6-氯-3-吡啶基)甲基]-1,3-噻唑啉-2-基叉氰胺  
结构式：



实验式：C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>4</sub>S

相对分子质量：252.72

生物活性：杀虫

熔点：136℃

沸点：>270℃

蒸汽压：3×10<sup>-10</sup> Pa (20℃)

相对密度：(20℃) 1.46

溶解度：(20℃) g/L，水中0.185、二甲苯中0.3，二氯甲烷160，丙酮64，正辛醇1.4

稳定性：通常贮存条件下本品稳定。

附 录 B  
(资料性附录)  
测定方法

### B.1 噻虫啉微囊剂有效成分检测方法

#### B.1.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以C<sub>18</sub>为填充物的不锈钢柱和紫外检测器在波长238nm下，对试样中的噻虫啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### B.1.2 试剂和溶液

噻虫啉标样：已知质量分数 $\omega \geq 99\%$ ；

甲醇：色谱级；

水：重蒸水。

#### B.1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm × 4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装C<sub>18</sub>、5 $\mu$ m填充物；

过滤器：滤膜孔径约0.45 $\mu$ m；

微量进样器：50 $\mu$ L；

定量进样管：5 $\mu$ L；

超声波清洗器。

#### B.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相：甲醇:水=70:30，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0mL/min；

柱温：25℃ (温度变化不大于2℃)；

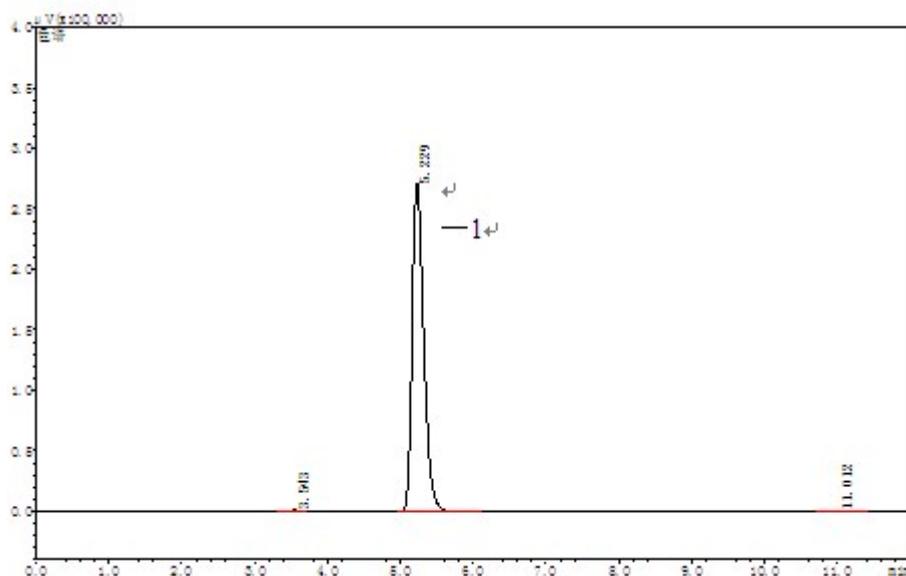
检测波长：238nm；

进样量：5 $\mu$ L；

保留时间(min)：噻虫啉约5.2min。

上述高效液相色谱操作条件，系典型操作参数。分析者可根据不同仪器特点，对操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的噻虫啉液相色谱图见附录B图1。

噻虫啉微囊剂的高效液相色谱图



1-噻虫啉。

图 1 试样中噻虫啉的高效液相色谱图

下面以3%噻虫啉微囊悬浮剂为例，其余含量的微囊剂样品处理方法相同，仅需按有效成分折算试样称取量即可。

### B. 1.5 测定步骤

#### B. 1.5.1 样品制备

##### B. 1.5.1.1 标样制备

称取0.01 g（精确至0.0002 g）噻虫啉标样于25mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，超声波震荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液1 mL至25 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

##### B. 1.5.1.2 总噻虫啉试样溶液制备

称取试样0.33 g（精确至0.0002g），用少量甲醇为溶剂，超声波（30~40）min完全溶解，恢复至室温，置于25mL容量瓶中，使用0.45 $\mu$ m滤膜过滤，用甲醇定容至刻度，摇匀后倒入离心管中离心，再用移液管移取1mL上层清液至25mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀。

##### B. 1.5.1.3 游离的噻虫啉试样溶液的制备

称取试样3.5g（精确至0.1mg），用乙二醇:水（1:1）震荡溶解，转移至25mL容量瓶中定容，摇匀后于离心管中离心，取全部上层清液用0.45  $\mu$ m水系微孔过滤膜过滤，再用移液管移取1mL滤液至25mL容量瓶中，甲醇定容后摇匀备用。

#### B. 1.5.2 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,计算各针的相对响应值的重复性,直至相邻两针相对相应值变化小于1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序对试样中的噻虫啉进行高效液相色谱分离和测定。

### B.1.5.3 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中噻虫啉的峰面积分别进行平均。噻虫啉的质量分数X(%)按公式B.1计算:

$$X = \frac{A_m P_1}{A_1 m} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

A—试样溶液中,噻虫啉峰面积的平均值;

$A_j$ —标样溶液中,噻虫啉峰面积的平均值;

$m$ —试样的质量,单位为克(g);

$m_j$ —噻虫啉标样的质量,单位为克(g);

$P_1$ —标样噻虫啉的质量分数,数值以%表示。

游离噻虫啉质量分数占总噻虫啉质量分数值 $\alpha$ (%)按公式B.2计算:

### B.1.5.4 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于0.1%,取其算术平均值为测定结果。

## B.2 倾倒性的测定

### B.2.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后,按照规定程序进行倾倒,测定滞留在容器内试样的量;将容器用水洗涤后,再测定容器内的量。

### B.2.2 仪器

具磨口塞量筒:500 mL $\pm$ 2 mL;量筒高度39 cm,上、下刻度间距离25 mL(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

### B.2.3 试验步骤

将足量试样充分摇匀,及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子),装到量筒的4/5处,塞紧磨口塞,放置24 h。打开塞子,将量筒由直立位置旋转135°角倾倒60 s,重新称量量筒和塞子。

将相当于80%量筒体积的水(20℃)倒入量筒中,塞紧磨口塞,将量筒颠倒10次后,按上述操作倾倒内容物,第三次称量量筒和塞子。

### B.2.4 计算

试样倾倒后的残余物 $\omega_2$ (%)和洗涤后的残余物 $\omega_3$ (%)分别按式(1)和式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

$$\omega_3 = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$m_1$ —量筒、磨口塞和试样的质量,单位为(g);

$m_2$ —倾倒后,量筒、磨口塞和试样的质量,单位为(g);

$m_3$ —洗涤后,量筒、磨口塞和试样的质量,单位为(g);

$m_0$ —量筒、磨口塞恒重后的质量,单位为(g)。

### B.3 持久起泡性试验

#### B.3.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

#### B.3.2 试剂

标准硬水:按GB/T 14825配置,  $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ ,  $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。

#### B.3.3 仪器和器具

具塞量筒:250mL(分度值2mL,0~250mL刻度线20cm~21.5cm,250mL刻度线到塞子底部4cm~6cm);

工业天平:感量0.1g。

#### B.3.4 测定步骤

在量筒中加入180mL标准硬水,在量筒中称入试样1.0g(精确至0.1g),加标准硬水至距离量筒塞底部9cm的刻度线处,盖上塞子,以量筒底部为中心,上下颠倒30次(每次2s)。放在试验台上静置1min,记录泡沫体积。

附 录 C  
(资料性附录)  
噻虫啉微囊剂配置使用方法

### C.1 微囊悬浮剂配制使用方法

#### C.1.1 浓度计算

根据拟采用的喷雾方式按照噻虫啉有效成分含量来决定药液配制的稀释浓度M(%，m/m)。

#### C.1.2 药剂配制

根据所选用的喷雾器具药箱容积W(mL)确定一次配药时需要的药量G(mL)，每箱需药剂量 $G=W \times M$ ，每箱加水量 $=W-G$ 。取每药箱总用水量80%左右的水先加入喷雾器药箱，按喷雾所需的药剂浓度的量取药剂，采用二次稀释法，将溶解好的药液经过滤网倒入药箱中。用剩余20%左右的水先冲洗溶解器具三次，冲洗液通过滤网加入药箱，再用最后剩余的水冲洗滤网，滤液至药箱内。加药完成后，用干净的搅拌器具（如长玻璃棒、不脱皮的细木棍等）充分搅拌混合液。

### C.2 微囊粉剂配制使用方法

#### C.2.1 用药量计算

根据拟采用的喷粉方式按照噻虫啉有效成分含量来决定亩用量。

#### C.2.2 噻虫啉微囊剂防治对象及施药剂量

表 C.1 噻虫啉微囊剂防治对象及施药剂量

| 噻虫啉微囊剂   | 防治对象 | 有效成分用药量(mg/kg) | 施药方式 | 施药时期             |
|----------|------|----------------|------|------------------|
| 噻虫啉微囊悬浮剂 | 天牛   | 15-30          | 喷雾   | 羽化始盛期            |
|          | 褐飞虱  | 120-167        | 喷雾   | 低龄若虫高峰期施药        |
|          | 美国白蛾 | 48-60          | 喷雾   | 于第1, 2代幼虫结网初期施药  |
| 噻虫啉微囊粉剂  | 天牛   | 75-101         | 喷粉   | 羽化始盛期            |
|          | 褐飞虱  | 120-167        | 喷粉   | 低龄若虫高峰期前 2-3 天施药 |
|          | 美国白蛾 | 48-60          | 喷粉   | 于第1, 2代幼虫结网初期施药  |