

ICS 65. 100. 30
G 25
备案号: 65363—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5427—2018

啞酰菌胺原药

Boscalid technical material

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC133) 归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：河北兰升生物科技有限公司、浙江博仕达作物科技有限公司、京博农化科技股份有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、南通嘉禾化工有限公司、泰州百力化学股份有限公司。

本标准主要起草人：李东、邢红、郭庆春、徐黎婷、戴荣华、杨华春、鲁水平、黄冬如。

啶酰菌胺原药

1 范围

本标准规定了啶酰菌胺原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由啶酰菌胺及其生产中产生的杂质组成的啶酰菌胺原药。

注：啶酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

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 1600—2001 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至类白色粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

啶酰菌胺原药还应符合表 1 的要求。

表 1 啶酰菌胺原药控制项目指标

项 目	指 标
啶酰菌胺质量分数/%	≥ 98.0
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.3
pH 范围	5.0~8.0
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 警示

使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检测结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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 100 g。

4.4 鉴别试验

红外光谱法——试样与啉酰菌胺标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应无明显差异。啉酰菌胺标样的红外光谱图见图 1。

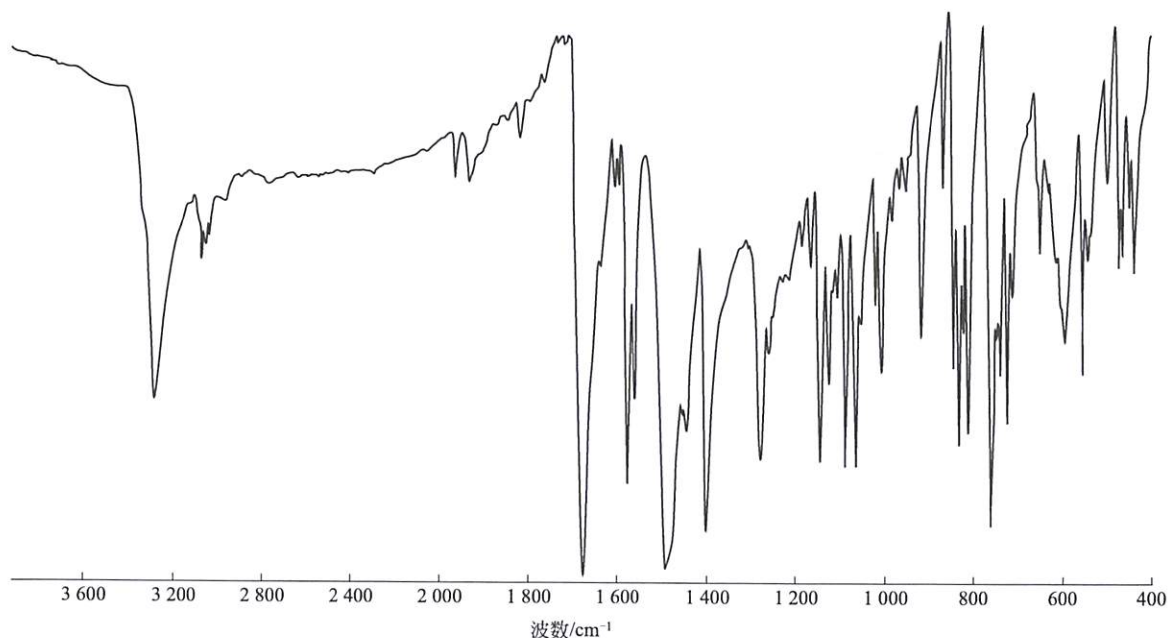


图 1 啉酰菌胺标样的红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与啉酰菌胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中啉酰菌胺的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 啉酰菌胺质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长

260 nm 下对试样中的啉酰菌胺进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

乙腈：色谱级。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

啉酰菌胺标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器：50 μ L。

超声波清洗器。

4.5.4 液相色谱操作条件

流动相： ϕ (乙腈：水)=65：35，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

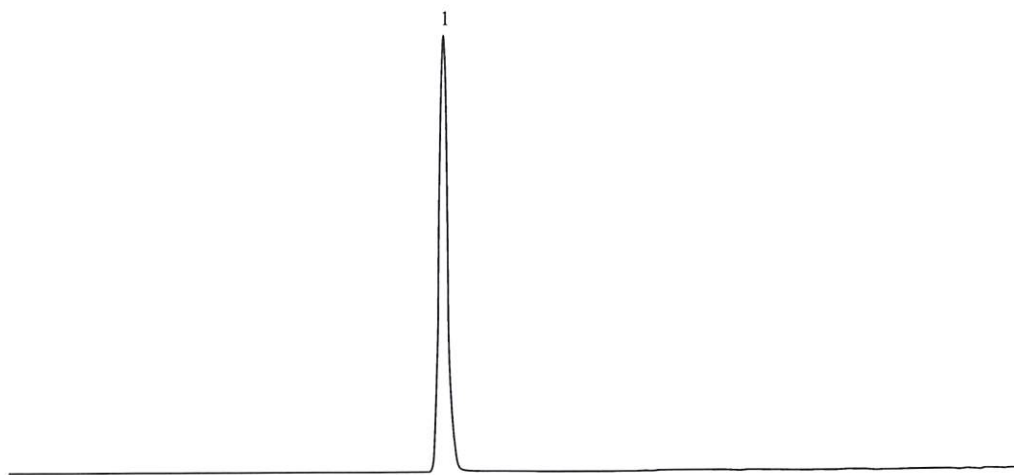
柱温：40 $^{\circ}$ C；

检测波长：260 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：啉酰菌胺 约 5.2 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的啉酰菌胺原药的高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——啉酰菌胺。

图 2 啉酰菌胺原药的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 啶酰菌胺标样于 50 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 啶酰菌胺的试样 (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

4.5.5.3 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, 直至相邻两针啶酰菌胺峰面积的相对变化小于 1.2 % 后, 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。

4.5.5.4 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啶酰菌胺峰面积分别进行平均。试样中啶酰菌胺质量分数按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_1 ——试样中啶酰菌胺质量分数, 以 % 表示;
- A_2 ——试样溶液中啶酰菌胺峰面积的平均值;
- m_1 ——啶酰菌胺标样的质量的数值, 单位为克 (g);
- w ——标样中啶酰菌胺质量分数, 以 % 表示;
- A_1 ——标样溶液中啶酰菌胺峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

4.5.6 允许差

啶酰菌胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.8 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。啮酰菌胺原药的验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

啮酰菌胺原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。啮酰菌胺原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净含量一般为 20 kg、25 kg 或 50 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

啮酰菌胺原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

附 录 A
(资料性附录)

啉酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数

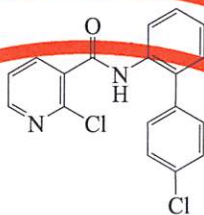
本产品有效成分啉酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Boscalid

CAS 登录号: 188425-85-6

化学名称: 2-氯-N-(4'-氯联苯-2-基)烟酰胺

结构式:



实验式: $C_{18}H_{12}Cl_2N_2O$

相对分子质量: 343.21

生物活性: 杀菌

熔点: $143^{\circ}\text{C} \sim 145^{\circ}\text{C}$

溶解度 (20°C): 水中 4~6 mg/L, 庚烷中 < 10 g/L, 甲醇中 40 g/L ~ 50 g/L, 丙酮中 160 g/L ~ 200 g/L

稳定性: 在 pH=4、5、7、9 时, 水解稳定, 溶液光解稳定