

ICS 65. 100. 30
G 25
备案号：65364—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5428—2018

啶酰菌胺水分散粒剂

Boscalid water dispersible granules

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：安徽丰乐农化有限责任公司、浙江博仕达作物科技有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、河北兰升生物科技有限公司、南通嘉禾化工有限公司、浙江世佳科技有限公司、京博农化科技股份有限公司。

本标准主要起草人：邢红、李东、宋增涛、徐黎婷、杨华春、董志鹏、鲁水平、徐丽娟、韦能春、郝春艳。

啶酰菌胺水分散粒剂

1 范围

本标准规定了啶酰菌胺水分散粒剂的要求、试验方法、验收、质量保证期、标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由啶酰菌胺原药、载体和助剂加工而成的啶酰菌胺水分散粒剂。

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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

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 14825—2006 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

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T 32775 农药分散性测定方法

GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应为干燥的、能自由流动的颗粒，无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

啶酰菌胺水分散粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 喹酰菌胺水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标	
喹酰菌胺质量分数/%		50.0 ^{+2.5} / _{-2.5}
水分/%	≤	3.0
pH 范围		5.0~9.0
润湿时间/s	≤	90
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%	≥	98
悬浮率/%	≥	75
粉尘		合格
耐磨性/%	≥	90
分散性/%	≥	80
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤	60
热贮稳定性 ^a		合格

^a 正常生产时，热贮稳定性每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。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 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 600 g。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与喹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，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中喹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 喹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 C₁₈ 为填料的色谱柱和紫外检测器，在波长 260 nm 下对试样中的喹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：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

啶酰菌胺标样：已知质量分数， $w \geqslant 99.0\%$ 。

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 5 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 液相色谱操作条件

流动相： $\phi(\text{乙腈} : \text{水}) = 65 : 35$ ，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

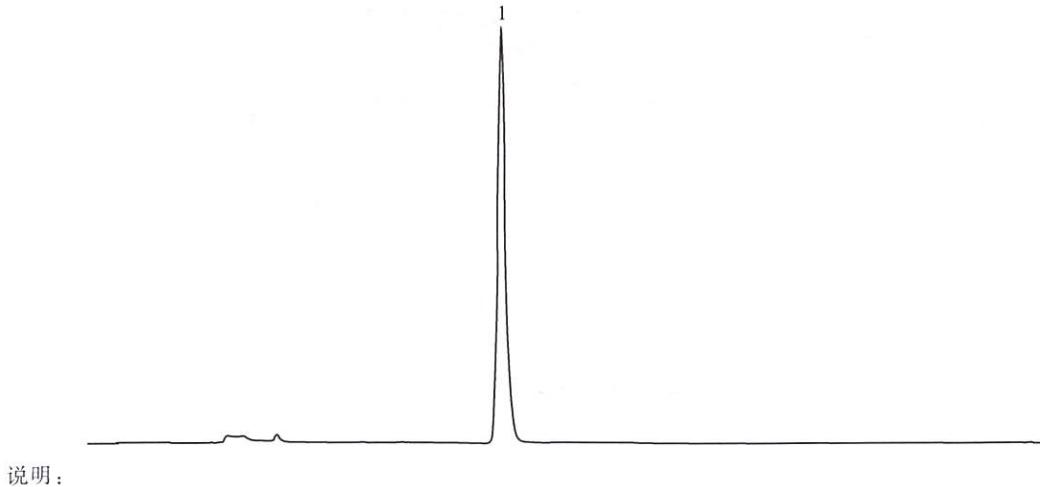
柱温：40 °C；

检测波长：260 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：啶酰菌胺约 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。典型的啶酰菌胺水分散粒剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——啶酰菌胺。

图 1 啶酰菌胺水分散粒剂的高效液相色谱图

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 喹酰菌胺的试样（精确至 0.0001 g）于 50 mL 容量瓶中，先加入约 5 mL 水，轻轻摇晃后变为悬浮液，再加入约 25 mL 乙腈，超声波振荡 5 min，冷却至室温，最后用水稀释至刻度，摇匀，过滤。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：

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

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 ——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。

4.5.6 允许差

50%啶酰菌胺水分散粒剂质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.8%，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 2.2 进行。

4.7 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 湿筛试验的测定

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.10 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取约 0.5 g (精确至 0.0001 g) 试样, 将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中, 用 60 mL 流动相分 3 次将 25 mL 剩余物全部洗入 100 mL 容量

瓶中，在超声下振荡 5 min，恢复至室温，定容，摇匀，过滤，按 4.5 测定啶酰菌胺的质量分数，计算其悬浮率。

4.11 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。基本无粉尘为合格。

4.12 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

4.13 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

4.14 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

4.15 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.2 进行，贮存样品的量不低于 300 g。热贮后啶酰菌胺质量分数应不低于贮前的 95 %，pH 范围、湿筛试验、悬浮率、粉尘、耐磨性、分散性仍符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的贮运条件下，啶酰菌胺水分散粒剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，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

啶酰菌胺水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

啶酰菌胺水分散粒剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。

附录 A

(资料性附录)

啶酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数

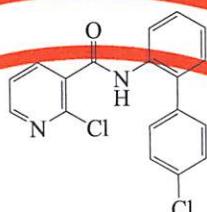
本产品有效成分啶酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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: C₁₈H₁₂Cl₂N₂O

相对分子质量: 343.21

生物活性: 杀菌

熔点: 143 °C ~ 145 °C

溶解度 (20 °C): 水中 < 0.01 mg/L, 庚烷中 < 10 g/L, 甲醇中 10 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