

ICS 65.100.30
G 25
备案号: 65366—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5430—2018

氟环唑悬浮剂

Epoxiconazole aqueous suspension concentrates

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：江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏克胜集团股份有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、利尔化学股份有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、上海悦联生物科技有限公司、江苏丰登作物保护股份有限公司、江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人：王海霞、赵清华、胡春红、王春强、毛堂富、谌爱武、吴莹、王陈杰、耿荣伟、吕良忠、李秀杰。

氟环唑悬浮剂

1 范围

本标准规定了氟环唑悬浮剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由氟环唑原药及适宜的助剂组成的氟环唑悬浮剂。

注：氟环唑的其他名称、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 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 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 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

3 要求

3.1 外观

本品为可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

氟环唑悬浮剂还应符合表 1 的要求。

表 1 氟环唑悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标				
		125 g/L	12.5 %	25 %	30 %	40 %
氟环唑质量分数/%		12.0 ^{+0.7} _{-0.7}	12.5 ^{+0.7} _{-0.7}	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	30.0 ^{+1.5} _{-1.5}	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
氟环唑质量浓度 (20℃)/(g/L)		125 ⁺⁷ ₋₇	—	—	—	—
pH 范围		5.0~9.0				
悬浮率/%		≥	90			
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0			
	洗涤后残余物/%	≤	0.5			
湿筛试验 (通过 75 μm 试验筛)/%		≥	98			
持久起泡性 (1 min 后泡沫量)/mL		≤	40			
低温稳定性 ^a		合格				
热贮稳定性 ^a		合格				
^a 正常生产时, 低温稳定性、热贮稳定性试验每 3 个月至少测定 1 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 5.3.2 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 800 mL。

4.4 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与氟环唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中氟环唑的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 氟环唑质量分数 (质量浓度) 的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (波长 220 nm) 对试样中的氟环唑进行反相高效液相色谱分离, 以外标法定量。也可采用气相色谱法测定, 色谱操作条件参见附录 B。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

氟环唑标样：已知氟环唑质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：150 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 0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇+水)=70+30，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

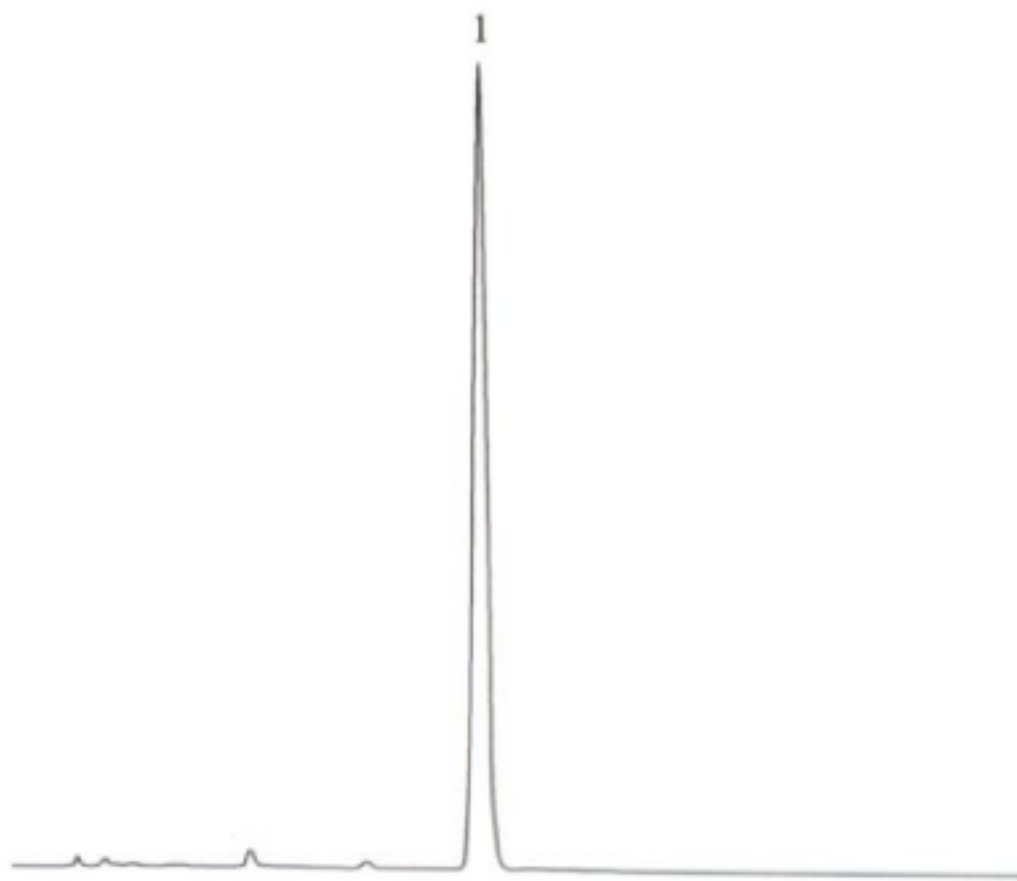
柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

检测波长：220 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：氟环唑约 7.4 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。典型的氟环唑悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——氟环唑。

图 1 氟环唑悬浮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）氟环唑标样，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述溶液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀

释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 氟环唑的试样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，加入 3 mL 蒸馏水，振荡使之分散，加甲醇振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。用移液管吸取 5 mL 上述溶液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，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，直至相邻两针氟环唑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、试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氟环唑峰面积分别进行平均。试样中氟环唑质量分数按公式（1）计算；氟环唑质量浓度按公式（1'）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \quad (1)$$
$$\rho_1 = \frac{A_2 m_1 \rho w \times 10}{A_1 m_2} \quad (1')$$

式中：

w_1 ——试样中氟环唑质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中氟环唑峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中氟环唑质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中氟环唑峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃ 试样中氟环唑质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃ 时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中 3.3 进行测定）。

4.5.5.5 允许差

氟环唑质量分数两次平行测定结果之差，125 g/L 和 12.5 % 氟环唑悬浮剂应不大于 0.6 %，25 %、30 % 和 40 % 氟环唑悬浮剂应不大于 0.8 %，取其算术平均值作为测定结果。氟环唑质量浓度两次平行测定结果之差，125 g/L 氟环唑悬浮剂应不大于 7 g/L，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含 0.3 g 氟环唑的试样（精确至 0.000 1 g）。用 50 mL 甲醇分 3 次将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，在超声波下振荡 5 min，摇匀，过滤。按 4.5 测定氟环唑的质量，计算其悬浮率。也可采用气相色谱法测定，将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 烧杯中，在 105℃ 干燥器中烘至近干，按照附录 B 的方法测定氟环唑的质量分数（质量浓度），计算其悬浮率。

4.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.9 湿筛试验的测定

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 规定的方法进行。低温贮存后，悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行，贮存量不低于 800 mL。热贮后，氟环唑质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 95 %，pH 范围、悬浮率、倾倒性和湿筛试验仍应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，氟环唑悬浮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

氟环唑悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

氟环唑悬浮剂的包装应用清洁、干燥的带外盖的塑料瓶包装，每瓶净含量 80 g、100 g、200 g。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

氟环唑悬浮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)

氟环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分氟环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

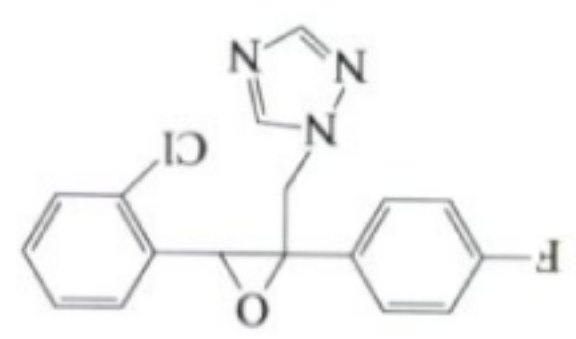
ISO 通用名称：Epoxyziconazole

CAS 登记号：[106325-08-0]

CIPAC 数字代码：609

化学名称：(2*RS*,3*SR*)-1-[3-(2-氯苯基)-2,3-氧桥-2-(4-氟苯基)丙基]-1*H*-1,2,4-三唑

结构式：



实验式： $C_{17}H_{13}ClFN_3O$

相对分子质量：329.8

生物活性：杀菌

熔点：136.2℃

蒸气压 (20℃)：<0.01 mPa

溶解度：水 6.63×10^{-4} g/100 mL (20℃)；丙酮 14.4 g/100 mL，二氯甲烷 29.1 g/100 mL，庚烷 0.04 g/100 mL

稳定性：在 pH 5 和 pH 7 条件下 12 d 不水解

附录 B

(资料性附录)

氟环唑质量分数(质量浓度)气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 DB-5 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的氟环唑进行气相色谱分离,以内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

氟环唑标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应没有干扰分析的杂质。

内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二环己酯,置于 250 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱:30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱,键合 DB-5 (5 %苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm 。

过滤器:滤膜孔径 0.45 μm 。

超声波清洗器。

B.4 气相色谱操作条件

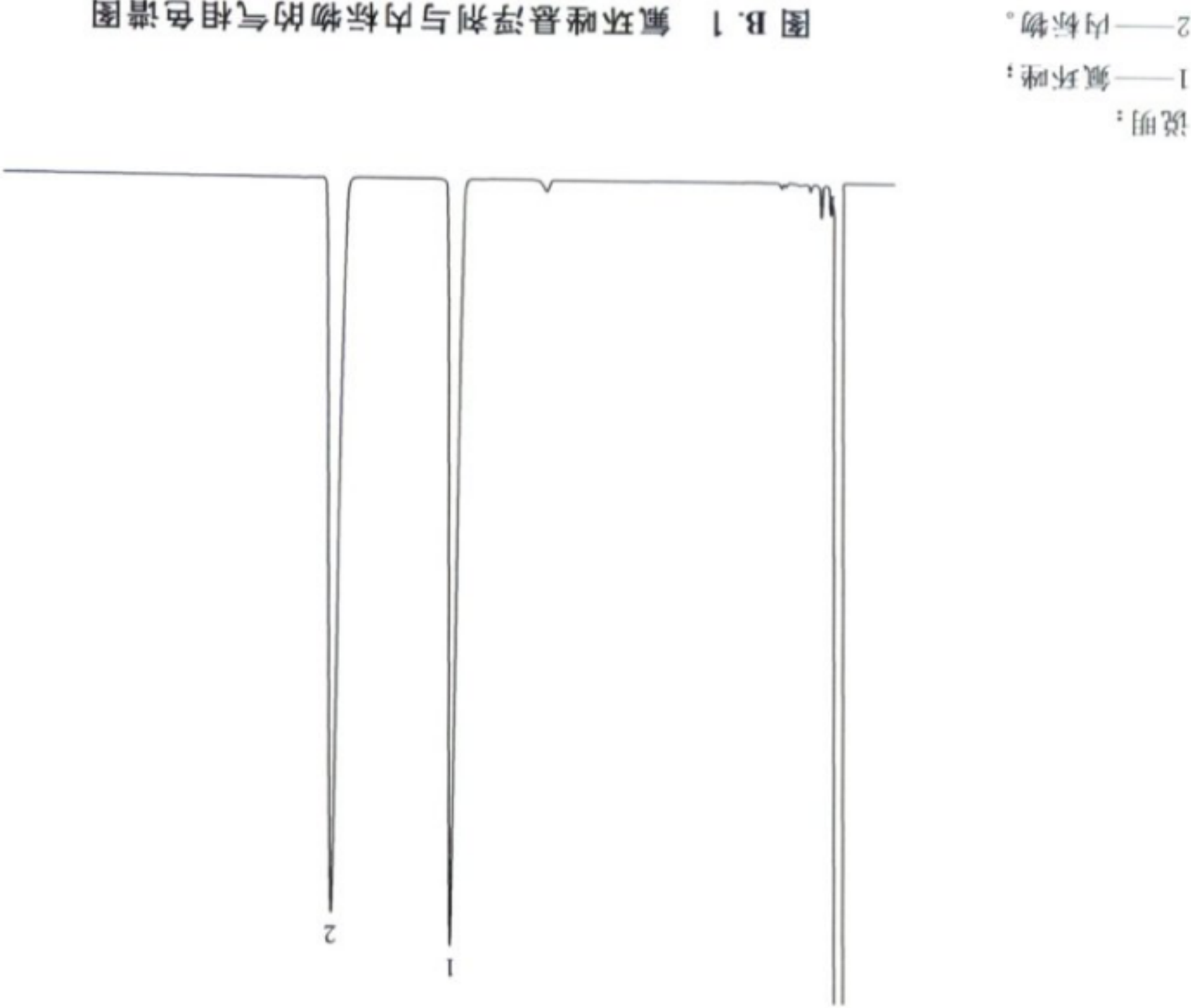
温度:柱温 220 $^{\circ}\text{C}$,汽化室 250 $^{\circ}\text{C}$,检测器 280 $^{\circ}\text{C}$;

气体流量:载气 (N_2) 2.0 mL/min,氢气 30 mL/min,空气 300 mL/min;

进样量:1.0 μL ;

保留时间:氟环唑 9.9 min,内标物 12.6 min。

上述气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做适当调整,以期获得最佳效果。典型的氟环唑悬浮剂与内标物的气相色谱图见图 B.1。



B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 氟环唑标样，置于具塞玻璃瓶中，加入 2 mL~5 mL N,N-二甲基甲酰胺，振荡使之溶解，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含 0.05 g 氟环唑的试样 (精确至 0.000 1 g)，置于具塞玻璃瓶中，加入 2 mL~5 mL N,N-二甲基甲酰胺，振荡 5 min，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

B.5.3 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，计算各针氟环唑与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针氟环唑与内标物峰面积之比的相对变化小于 1.2 % 时，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液的顺序进行测定。

B.6 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氟环唑和内标物的峰面积之比分别进行平均。试样中氟环唑质量分数按公式 (B.1) 计算，氟环唑质量浓度按公式 (B.1') 计算：

$$w_1 = \frac{r_1 m_2}{r_2 m_1 w} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$
$$\rho_1 = \frac{r_1 m_2}{r_2 m_1 \rho w \times 10} \quad \dots\dots\dots (B.1')$$

(26)

式中：

w_1 ——试样中氟环唑质量分数，以%表示；

r_2 ——试样溶液中氟环唑与内标物峰面积之比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中氟环唑质量分数，以%表示；

r_1 ——标样溶液中氟环唑与内标物峰面积之比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃时试样中氟环唑质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中 3.3 进行测定）。

B.7 允许差

氟环唑质量分数两次平行测定结果之差，125 g/L 和 12.5 % 氟环唑悬浮剂应不大于 0.6 %，25 %、30 % 和 40 % 氟环唑悬浮剂应不大于 0.8 %，取其算术平均值作为测定结果。氟环唑质量浓度两次平行测定结果之差，125 g/L 氟环唑悬浮剂应不大于 7 g/L，取其算术平均值作为测定结果。