

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 65368—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5432—2018

螺螨酯悬浮剂

Spirodiclofen aqueous suspension concentrate

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。

本标准起草单位：沈阳化工研究院有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、山东康乔生物科技有限公司、山东兆丰年生物科技有限公司、江西巴菲特化工有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、拜耳作物科学 (中国) 有限公司、京博农化科技股份有限公司、青岛金尔农化研制开发有限公司。

本标准主要起草人：于亮、李秀杰、黄亮、祝青波、刘新、胡华金、徐宸晨、谢毅、邱学芳、杨睿波、刘瑞宾。

螺螨酯悬浮剂

1 范围

本标准规定了螺螨酯悬浮剂的要求，试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于螺螨酯原药与适宜的助剂和填料加工成的螺螨酯悬浮剂。

注：螺螨酯和 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺[4.5]癸-3-烯-4-醇的其他名称、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

应是可流动、易测量体积的悬浮液体。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。

3.2 技术指标

螺螨酯悬浮剂还应符合表 1 的要求。

表 1 螺螨酯悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标				
		240 g/L	24 %	29 %	34 %	40 %
螺螨酯质量分数 ^a /％ 或质量浓度（20 ℃）/(g/L)		22.3 ^{+1.3} _{-1.3}	24.0 ^{+1.4} _{-1.4}	29.0 ^{+1.4} _{-1.4}	34.0 ^{+1.7} _{-1.7}	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
		240 ⁺¹⁴ ₋₁₄	—	—	—	—
3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-醇 (BAJ 2510) ^b /％		0.2				
pH 范围		5.0～8.0				
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		≤	25			
低温稳定性 ^b		合格				
热贮稳定性 ^b		合格				
^a 当质量发生争议时，以质量分数为仲裁。						
^b BAJ 2510 质量分数、低温稳定性、热贮稳定性为定期检验项目，在正常情况下每 3 个月进行一次。						

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 5.3.2 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 1 kg。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与螺螨酯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螺螨酯的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 螺螨酯质量分数的测定

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，在波长

245 nm 下对试样中的螺螨酯进行反相高效液相色谱分离和测定,以外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

螺螨酯标样:已知螺螨酯质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

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:滤膜孔径约 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)=85:15,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:245 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:螺螨酯约 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。典型的螺螨酯悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

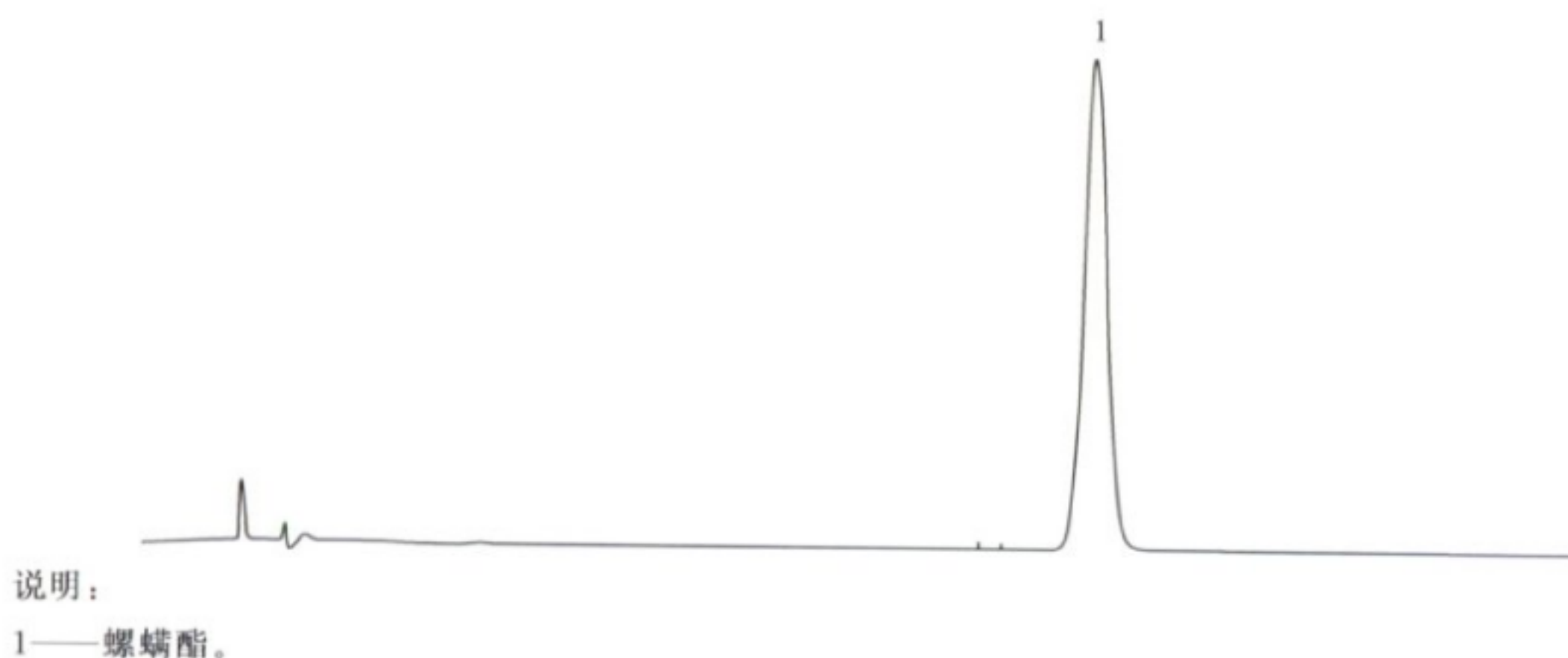


图 1 螺螨酯悬浮剂的高效液相色谱图

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) 螺螨酯标样于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇定容至刻度,超声波振荡 5 min,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 螺螨酯的试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 水，充分分散，再加入甲醇定容至刻度，超声波振荡 5 min，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，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

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，直至相邻两针螺螨酯峰面积的相对变化小于 1.5 % 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。

4.5.6 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螺螨酯峰面积分别进行平均。试样中螺螨酯质量分数按公式（1）计算，质量浓度按公式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 m_1 w \rho}{A_1 m_2} \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——试样中螺螨酯质量分数，以 % 表示；

A_2 ——两针试样溶液中螺螨酯峰面积的平均值；

m_1 ——螺螨酯标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中螺螨酯质量分数，以 % 表示；

A_1 ——两针标样溶液中螺螨酯峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20 °C 时试样中螺螨酯质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20 °C 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）。

4.5.7 允许差

螺螨酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.6 %，质量浓度两次平行测定结果之差应不大于 6 g/L，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-醇 (BAJ 2510) 质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水+磷酸为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（波长 245 nm）对试样中的 BAJ 2510 进行高效液相色谱分离和测定，方法的定量限为 0.000 22 %。

4.6.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

BAJ 2510标样：已知BAJ 2510质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.6.3 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：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：滤膜孔径约 0.45 μm 。
微量进样器：50 μL 。
定量进样管：5 μL 。
超声波清洗器。

4.6.4 高效液相色谱操作条件

0 min~10 min	流动相： ϕ (乙腈：水：磷酸)=50：50：0.2
10 min~11 min	流动相变为： ϕ (乙腈：水：磷酸)=90：10：0.2
11 min~26 min	流动相： ϕ (乙腈：水：磷酸)=90：10：0.2
26 min~27 min	流动相变为： ϕ (乙腈：水：磷酸)=50：50：0.2

流速：1.0 mL/min；
柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；
检测波长：245 nm；
进样体积：5 μL ；
保留时间：BAJ 2510 约 7.6 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。典型的测定 BAJ 2510 的螺螄酯悬浮剂的高效液相色谱图见图 2。

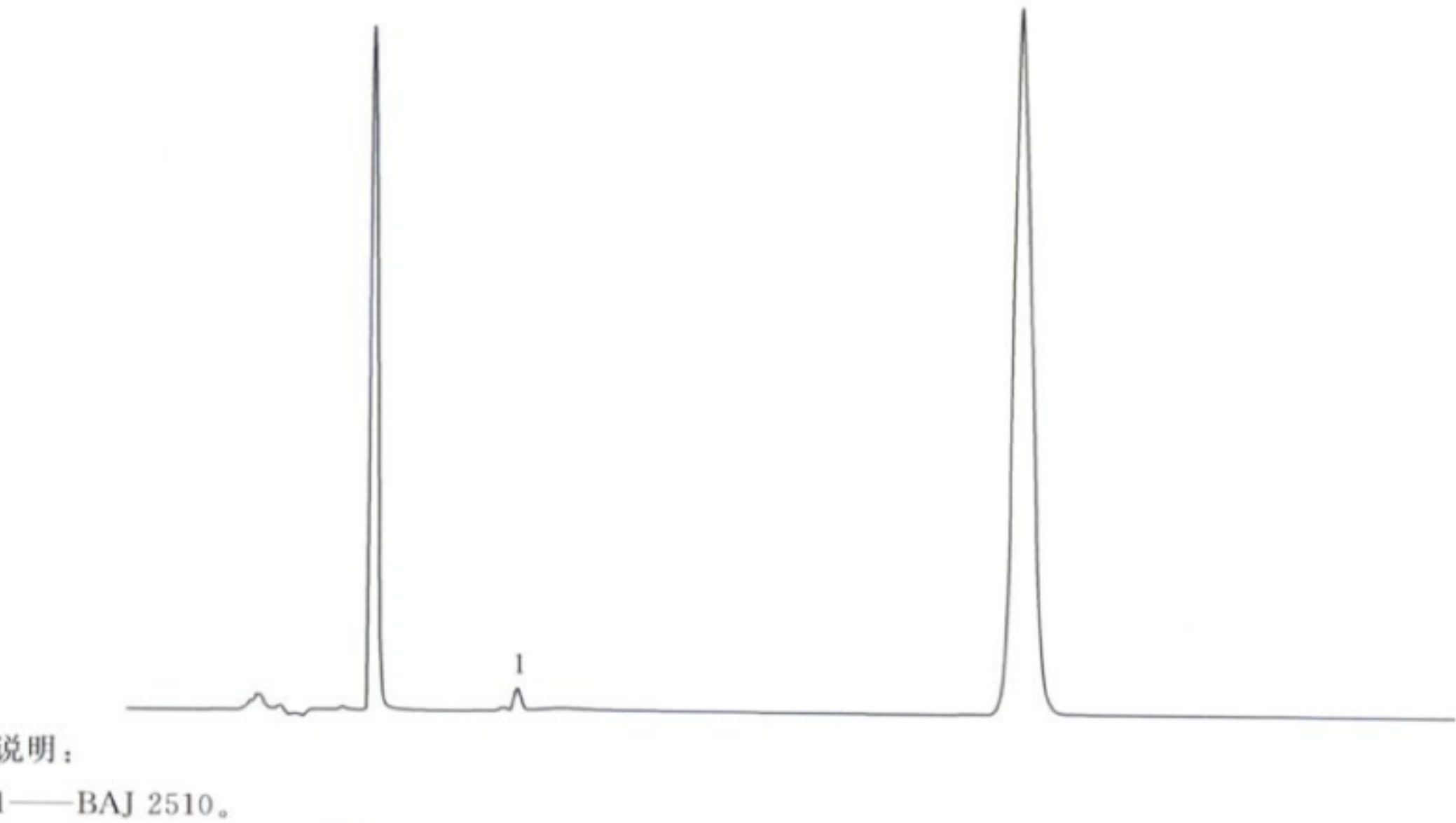


图 2 测定 BAJ 2510 的螺螄酯悬浮剂的高效液相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g (精确至 0.000 1 g) BAJ 2510 标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的制备

称取 1.5 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 水, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。

4.6.6 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 BAJ 2510 峰面积的相对变化小于 10 % 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。

4.6.7 计算

试样中 BAJ 2510 质量分数, 按公式 (3) 计算:

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 n} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- w_2 ——试样中 BAJ 2510 质量分数, 以 % 表示;
- A_2 ——两针试样溶液中 BAJ 2510 峰面积的平均值;
- m_1 ——BAJ 2510 标样的质量的数值, 单位为克 (g);
- w ——标样中 BAJ 2510 质量分数, 以 % 表示;
- A_1 ——两针标样溶液中 BAJ 2510 峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。
- n ——稀释因子 ($n=20$)。

4.6.8 允许差

BAJ 2510 质量分数两次平行测定结果的相对差应不大于 20 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 悬浮率的测定

将整瓶产品全部倒出, 混合均匀。称取 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行测定。将留在量筒底部的 25 mL 悬浮液转移至 100 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 超声振荡溶解, 将溶液转入离心分离, 取上层清液, 按 4.5 测定螺螨酯的质量分数, 计算悬浮率。

4.9 倾倒性试验

按 GB/T 31737 进行。

4.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

4.13 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热贮后，螺螨酯质量分数应不低于贮前测得螺螨酯质量分数的 95 %，BAJ 2510 质量分数、pH 范围、悬浮率、倾倒性和湿筛试验仍应符合标准要求。

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，螺螨酯悬浮剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年，2 年内各项指标应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

螺螨酯悬浮剂用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净重量为 10 mL (g)、50 mL (g)、500 mL (g)。外用瓦楞纸箱包装，每箱净容量 4 L、10 L。或用 100 L、200 L 大桶包装。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

螺螨酯悬浮剂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)

螺螨酯和 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-醇的其他名称、结构式和基本物化参数

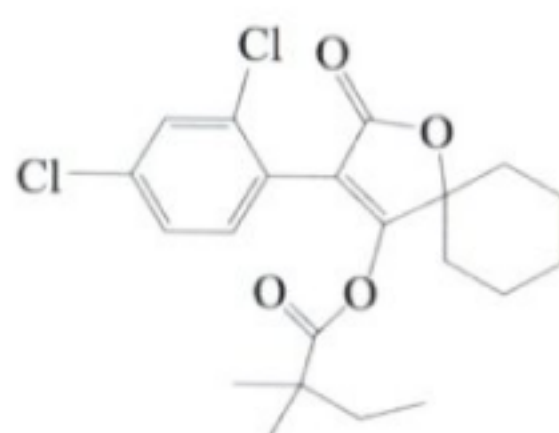
A.1 本产品有效成分螺螨酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Spirodiclofen

CAS 登录号: 148477-71-8

化学名称: 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-基-2,2-二甲基丁酸酯

结构式:



实验式: $C_{21}H_{24}Cl_2O_4$

相对分子质量: 411.3

生物活性: 杀虫

熔点: 94.8 °C

溶解度 (20 °C): 水中 50 µg/L (pH=4)、190 µg/L (pH=7)。正庚烷中 20 g/L, 聚乙二醇中 24 g/L, 正辛醇中 44 g/L, 异丙醇中 47 g/L, 二甲亚砜中 75 g/L, 丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、乙腈和二甲苯中大于 250 g/L

稳定性 (20 °C): 在水中 DT_{50} 119.6 d (pH=4), 52.1 d (pH=7), 12.5 d (pH=9)

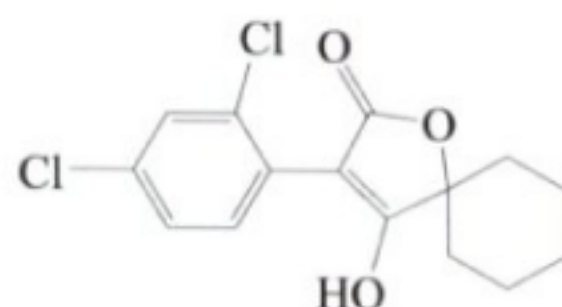
A.2 本产品相关杂质 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-醇的其他名称、结构式和基本物化参数

其他名称: BAJ 2510

CAS 登录号: 148476-22-6

化学名称: 3-(2,4-二氯苯基)-2-氧-1-氧螺 [4.5] 癸-3-烯-4-醇

结构式:



实验式: $C_{15}H_{14}Cl_2O_3$

相对分子质量: 313.2