

ICS 65. 100. 30

G 25

备案号: 60536~60538—2018; 60547~60548—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5232~5236—2017

### 醚菌酯原药、悬浮剂和水分散粒剂 以及吡唑醚菌酯原药和悬浮剂 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5232—2017	醚菌酯原药 .....	( 1 )
HG/T 5233—2017	醚菌酯悬浮剂 .....	(11)
HG/T 5234—2017	醚菌酯水分散粒剂 .....	(21)
HG/T 5235—2017	吡唑醚菌酯原药 .....	(33)
HG/T 5236—2017	吡唑醚菌酯悬浮剂 .....	(45)

ICS 65. 100. 30  
G 25  
备案号: 60547—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5235—2017



2017-11-07 发布

2018-04-01 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、山东海利尔化工有限公司、石家庄市深泰化工有限公司、安徽国星生物化学有限公司、山东康乔生物科技有限公司、京博农化科技股份有限公司、利民化工股份有限公司、江苏维尤纳特精细化工有限公司、浙江博士达作物科技有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、王博、葛家成、董贞敏、刘奎涛、刘瑞宾、曹同波、许梅、袁欣、徐黎婷、刘晓晨。



吡唑醚菌酯原药

1 范围

本标准规定了吡唑醚菌酯原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。  
本标准适用于由吡唑醚菌酯及其生产中产生的杂质组成的吡唑醚菌酯原药。  
注：吡唑醚菌酯和硫酸二甲酯的其他名称、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

类白色固体。

3.2 技术指标

吡唑醚菌酯原药还应符合表 1 的要求。

表 1 吡唑醚菌酯原药控制项目指标

项 目	指 标
吡唑醚菌酯质量分数/%	≥ 97.5
硫酸二甲酯质量分数 <sup>a</sup> /(mg/kg)	≤ 3
水分/%	≤ 0.5
pH 值范围	5.0~8.0
丙酮不溶物 <sup>a</sup> /%	≤ 0.2
<sup>a</sup> 正常生产时，硫酸二甲酯质量分数、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 5.3.1 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——试样与吡唑醚菌酯标样在  $4000\text{ cm}^{-1} \sim 450\text{ cm}^{-1}$  范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。吡唑醚菌酯标样的红外光谱图见图 1。

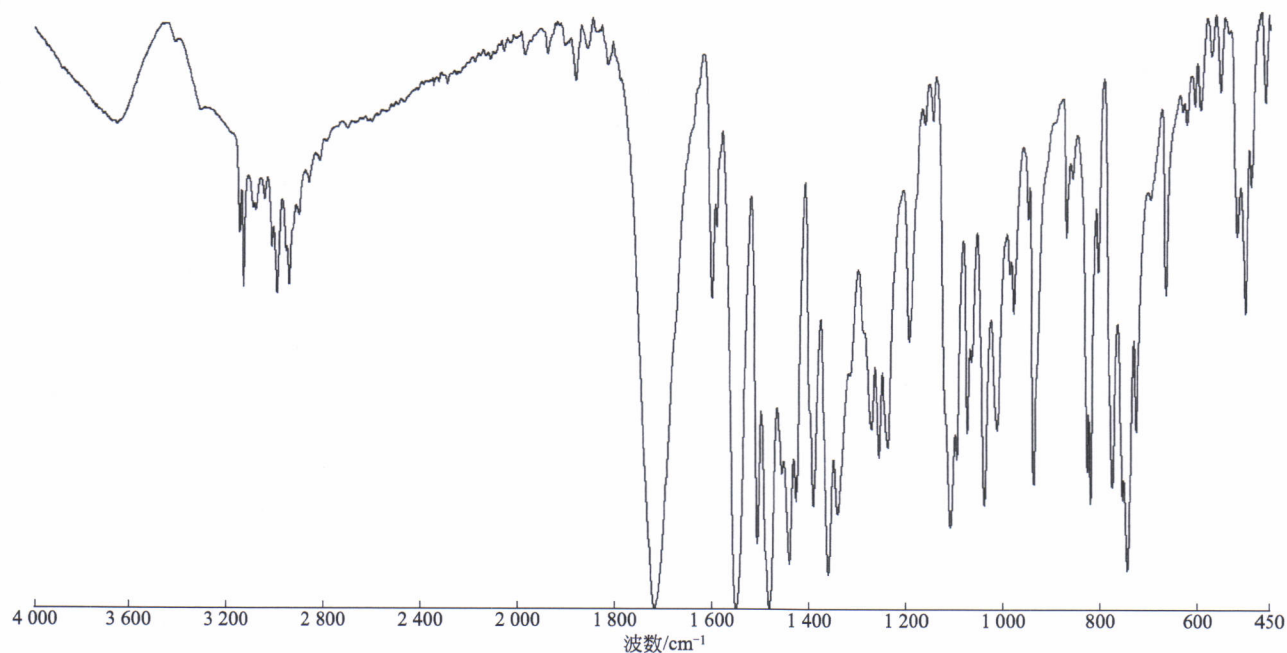


图 1 吡唑醚菌酯标样的红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与吡唑醚菌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吡唑醚菌酯的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

### 4.5 吡唑醚菌酯质量分数的测定

#### 4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器，

在波长 275 nm 下对试样中的吡唑醚菌酯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

甲醇：色谱级。

冰乙酸。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

吡唑醚菌酯标样：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  $\mu\text{m}$  C<sub>18</sub> 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

微量进样器：50  $\mu\text{L}$ 。

定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

#### 4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (甲醇：水：冰乙酸) = 80 : 20 : 0.1，经滤膜过滤，并进行脱气；

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：275 nm；

进样体积：5  $\mu\text{L}$ ；

保留时间：吡唑醚菌酯约 11.7 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。典型的吡唑醚菌酯原药的高效液相色谱图见图 2。

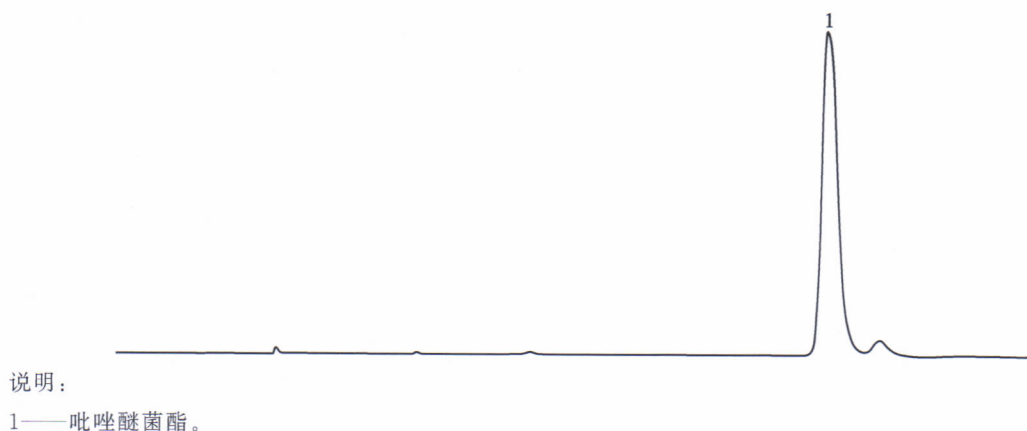


图 2 吡唑醚菌酯原药的高效液相色谱图

#### 4.5.5 测定步骤

##### 4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 吡唑醚菌酯标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入约 30 mL 甲醇，超声波

振荡 5 min 使其溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，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 吡唑醚菌酯的原药试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入约 30 mL 甲醇，超声波振荡 5 min 使其溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，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。

#### 4.5.5.3 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，直至相邻两针吡唑醚菌酯峰面积相对变化小于 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吡唑醚菌酯峰面积分别进行平均。试样中吡唑醚菌酯质量分数按公式（1）计算：

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

式中：

$w_1$ ——试样中吡唑醚菌酯质量分数，以 % 表示；

$A_2$ ——试样溶液中吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

$w$ ——标样中吡唑醚菌酯质量分数，以 % 表示；

$A_1$ ——标样溶液中吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

#### 4.5.6 允许差

吡唑醚菌酯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 硫酸二甲酯质量分数的测定

#### 4.6.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解。使用气相色谱-质谱联用仪，以氯苯为内标物对试样中的硫酸二甲酯进行质谱检测，利用提取离子色谱，以内标法定量（本方法定量限为 0.6 mg/kg）。

#### 4.6.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

氯苯。

内标溶液的配制：称取 0.04 g 氯苯于 50 mL 容量瓶中，加入三氯甲烷定容至刻度，摇匀得内标溶液 I。用移液管移取 1 mL 内标溶液 I 于 50 mL 容量瓶中，加入三氯甲烷定容至刻度，摇匀得内标溶液 II。

硫酸二甲酯标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

#### 4.6.3 仪器

气相色谱-质谱联用仪：质量分析器为三重四极杆。

色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细柱；内壁涂 Thermo TG-1701 固定液，膜厚 0.25 μm。  
微量进样器。

#### 4.6.4 色谱操作条件

载气：氮气，流速 1.0 mL/min；

柱温：40 °C (保持 6 min)，升温至 260 °C (保持 10 min)(升温速率 50 °C/min)；

进样口温度：120 °C；

传输杆温度：280 °C；

四极杆温度：150 °C；

进样模式：不分流；

进样体积：1.0 μL；

离子源：EI, 70 eV；

质量数范围：33~650；

扫描方式：定性：全扫描方式，硫酸二甲酯碎片离子 ( $m/z$ ) 为 66、79、95；

定量：提取离子方式，氯苯提取离子  $m/z=112$ ；硫酸二甲酯提取离子  $m/z=95$ ，

4 min~8 min 提取  $m/z=112$  的离子峰，9 min~13 min 提取  $m/z=95$  的离子峰；

进样体积：5 μL；

保留时间：氯苯约 6.0 min，硫酸二甲酯约 11.0 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。典型的吡唑醚菌酯原药中硫酸二甲酯测定的提取离子色谱图见图 3。

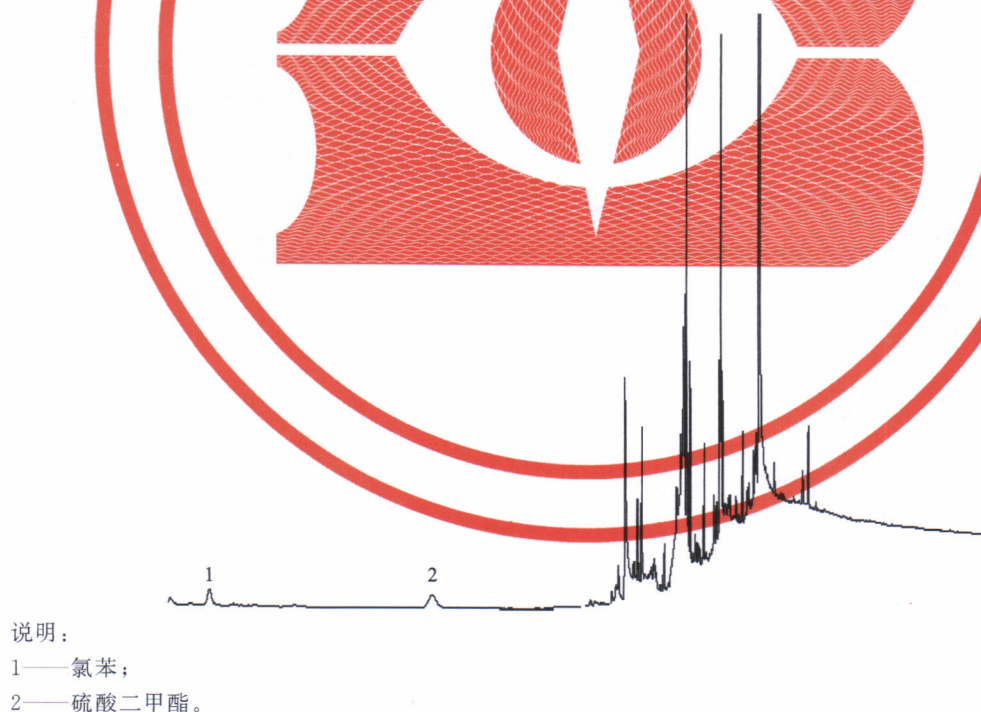


图 3 硫酸二甲酯测定的提取离子色谱图

#### 4.6.5 测定步骤

##### 4.6.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.03 g 硫酸二甲酯标样 (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 容量瓶中，用三氯甲烷定容至刻度，

摇匀得标样溶液Ⅰ。用移液管移取 1 mL 标样溶液Ⅰ于 100 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀得标样溶液Ⅱ。用移液管移取 5 mL 标样溶液Ⅱ于 10 mL 容量瓶中，加入 1 mL 内标溶液Ⅱ，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

#### 4.6.5.2 试样溶液的制备

称取 10 g 吡唑醚菌酯原药试样（精确至 0.000 1 g）于具塞玻璃瓶中，用移液器加入 1 mL 内标溶液Ⅱ，加入 9 mL 三氯甲烷，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

#### 4.6.5.3 硫酸二甲酯的定性分析

待仪器稳定后，分别注入标样溶液和试样溶液，以全扫描方式对样品中硫酸二甲酯进行定性分析，标样溶液中硫酸二甲酯的色谱峰与样品中待测组分的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。硫酸二甲酯主要碎片峰应为  $m/z=66$ 、79、95。

#### 4.6.5.4 硫酸二甲酯质量分数的测定

在上述操作条件下，以提取离子方式连续注入数针标样溶液，分别提取  $m/z=95$  和  $m/z=112$  的色谱峰，直至相邻两针硫酸二甲酯（ $m/z=95$ ）峰面积与内标（ $m/z=112$ ）峰面积的比值相对变化小于 30 % 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。

#### 4.6.5.5 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的硫酸二甲酯（ $m/z=95$ ）峰面积与内标（ $m/z=112$ ）峰面积之比分别进行平均。试样中硫酸二甲酯质量分数按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{r_2 m_1 w}{1\,000 r_1 m_2} \times 10\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_2$ ——试样中硫酸二甲酯质量分数，以 mg/kg 表示；

$r_2$ ——试样溶液中硫酸二甲酯（ $m/z=95$ ）峰面积与内标物（ $m/z=112$ ）峰面积之比的平均值；

$m_1$ ——硫酸二甲酯标样的质量的数值，单位为克（g）；

$w$ ——标样中硫酸二甲酯质量分数，以 % 表示；

$r_1$ ——标样溶液中硫酸二甲酯（ $m/z=95$ ）峰面积与内标（ $m/z=112$ ）峰面积之比的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——稀释因子。

#### 4.6.6 允许差

硫酸二甲酯质量分数两次平行测定结果之相对偏差应不大于 30 %，取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

#### 4.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.9 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

### 5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。吡唑醚菌酯原药的验收期为 1 个月。从收货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

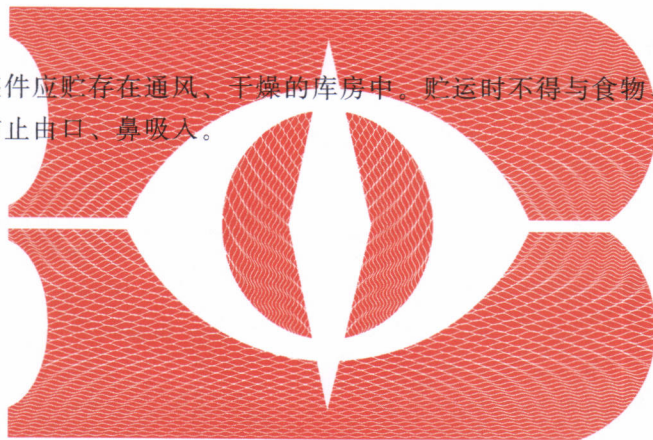
### 6 标志、标签、包装、贮运

#### 6.1 标志、标签、包装

吡唑醚菌酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。吡唑醚菌酯原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净含量一般为 25 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

吡唑醚菌酯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)

#### 吡唑醚菌酯及硫酸二甲酯的其他名称、结构式和基本物化参数

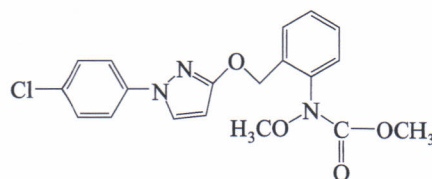
##### A.1 本产品有效成分吡唑醚菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Pyraclostrobin

CAS 登录号: 175013-18-0

化学名称: *N*-[2-[[1-(4-氯苯基)吡唑-3-基]氧甲基]苯基]-*N*-甲氧基氨基甲酸甲酯

结构式:



实验式:  $C_{19}H_{18}ClN_3O_4$

相对分子质量: 387.8

生物活性: 杀菌

熔点:  $63.7\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 65.2\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解度 ( $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ): 水中  $1.9\text{ mg/L}$ ; 庚烷  $3.7\text{ g/L}$ , 异丙醇  $30.0\text{ g/L}$ , 辛醇  $24.2\text{ g/L}$ , 橄榄油  $28.0\text{ g/L}$ , 甲醇  $100.8\text{ g/L}$ , 丙酮、乙酸乙酯、乙腈、二氯甲烷和甲苯  $>500\text{ g/L}$

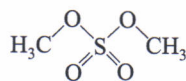
稳定性: 大于  $30\text{ d}$  ( $\text{pH } 5 \sim 7$ ,  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ); 水中光解  $\text{DT}_{50} 1.7\text{ d}$

##### A.2 硫酸二甲酯的结构式和基本物化参数

CAS 登录号: 77-78-1

化学名称: 硫酸二甲酯

结构式:



实验式:  $C_2H_6O_4S$

相对分子质量: 126.13

熔点:  $-27\text{ }^{\circ}\text{C}$

沸点:  $188\text{ }^{\circ}\text{C}$  (分解),  $76\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $2.0\text{ kPa}$ )

溶解度: 水中  $1.8\text{ g/L}$  ( $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 并迅速水解, 溶于乙醇、乙醚、二氧六环、丙酮和芳香烃类, 微溶于二硫化碳和脂肪烃类

稳定性:  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  或者遇碱水易迅速水解成硫酸和甲醇; 在冷水中分解缓慢

中华人民共和国  
化工行业标准  
醚菌酯原药、悬浮剂和水分散粒剂  
以及吡唑醚菌酯原药和悬浮剂  
(2017)

HG/T 5232~5236—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张3 $\frac{3}{4}$  字数88.9千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2404

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：56.00元

版权所有 违者必究