

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 65358—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5422—2018



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：深圳诺普信农化股份有限公司、河北三农农用化工有限公司、宁波石原金牛农业科技有限公司、河北威远生物化工有限公司、东莞市瑞德丰生物科技有限公司。

本标准主要起草人：侯德粉、李广泽、王春燕、胡银权、杨锦蓉、王芳、次素英、梅宝贵。

噻唑膦颗粒剂

1 范围

本标准规定了噻唑膦颗粒剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻唑膦原药与适宜的载体和必需的助剂制成的噻唑膦颗粒剂。

注：噻唑膦的其他名称、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 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T 33031—2016 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

GB/T 33810 农药堆密度测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应为干燥、自由流动的颗粒，无可见的外来物和硬块，基本无粉尘，适于机器施药。

3.2 技术指标

噻唑膦颗粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 噻唑膦颗粒剂控制项目指标

项 目		指 标			
		5 %	10 %	15 %	20 %
噻唑膦质量分数/%		5.0 ^{+0.5} _{-0.5}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	15.0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.0} _{-1.0}
水分/%		2.0			
堆密度	松密度/(g/mL)	0.9~1.2			
	实密度/(g/mL)	1.0~1.3			
pH 范围		4.0~7.0			
粒度范围（孔径之比为 4 : 1 的两个标准筛 ^a 之间物）/%		90			
粉尘		合格			
耐磨性/%		99			
热贮稳定性 ^b		合格			
^a 标准筛的孔径根据具体产品确定。					
^b 正常生产时热贮稳定性试验每 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——本鉴别试验可与噻唑膦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噻唑膦的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 噻唑膦质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（波长 220 nm）对试样中的噻唑膦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：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

噻唑膦标样：已知噻唑膦质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

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×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 。

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： ψ (甲醇：水)=70：30，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℃）；

检测波长：220 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：噻唑膦约 5.2 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果。典型的噻唑膦颗粒剂的高效液相色谱图见图 1。

说明：

1——噻唑膦。

图 1 噻唑膦颗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）噻唑膦标样，置于 50 mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，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 噻唑膦的噻唑膦颗粒剂（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，用移液管加入 50 mL 流动相，在超声波中振荡 10 min，冷却至室温，摇匀，过滤。用移液管移取 5 mL 上述滤液于 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，直至相邻两针噻唑膦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噻唑膦峰面积分别进行平均。试样中噻唑膦质量分数按公式（1）计算：

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

- 式中：
- w_1 ——试样中噻唑膦质量分数，以 % 表示；
 - A_2 ——试样溶液中噻唑膦峰面积的平均值；
 - m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 - w ——噻唑膦标样中噻唑膦质量分数，以 % 表示；
 - A_1 ——标样溶液中噻唑膦峰面积的平均值；
 - m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.5.6 允许差

噻唑膦质量分数两次平行测定结果之差，5 % 颗粒剂应不大于 0.4 %，10 %、15 %、20 % 颗粒剂应不大于 0.6 %，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 堆密度的测定

按 GB/T 33810 进行。

4.8 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.9 粒度范围的测定

4.9.1 仪器

标准筛组：孔径之比为 4 : 1 的两个标准筛，并配有筛底和筛盖，标准筛孔径根据样品粒度确定。
振筛机：振幅 26 mm，30 次/min。

4.9.2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大孔径筛置于小孔径筛的上面，筛下装筛底，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，称取 100 g（精确至 0.1 g）试样，置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡 10 min，收集小孔径筛上物称量。

4.9.3 计算

试样的粒度范围按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_2 ——试样的粒度范围；

m_1 ——小孔径筛上物的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.10 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。基本无粉尘为合格。

4.11 耐磨性的测定

按 GB/T 33031—2016 进行，其中样品为 50.0 g 颗粒剂与 50.0 g 玻璃珠混合。转动完毕后将玻璃珠上黏附的样品和玻璃瓶中样品全部转移至 125 μm 标准筛中。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 14136—2003 中 2.3 进行。热贮后噻唑膦质量分数应不低于贮前的 95%，pH 范围、粉尘、耐磨性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，噻唑膦颗粒剂的质量保证期从生产日期算起为 3 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

噻唑膦颗粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

噻唑膦颗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)

噻唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数

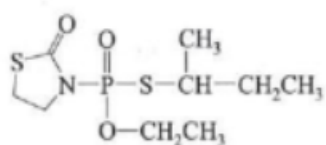
本产品有效成分噻唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Fosthiazate

CAS 登录号: 98886-44-3

化学名称: (RS)-S-仲丁基-O-乙基-2-氧代-1,3-噻唑烷-3-基硫代磷酸酯

结构式:



实验式: $C_9H_{18}NO_3PS_2$

相对分子质量: 283.3

生物活性: 杀虫

沸点: 198 °C (67 Pa)

溶解度 (20 °C): 水中 9.85 g/L。正己烷中 15 g/L, 与二甲苯、N-甲基吡咯烷酮和异丙醇混溶

稳定性: 在水中 DT₅₀ 3 d

www.bzxz.net

免费标准下载网