



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34762—2017

---

## 百菌清水分散粒剂

Chlorothalonil water dispersible granules

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 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/TC 133)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:江阴苏利化学股份有限公司、山东潍坊润丰化工有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢红、缪金凤、唐丽莉、汪静莉、张正虎。

# 百菌清水分散粒剂

## 1 范围

本标准规定了百菌清水分散粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由百菌清原药和适宜的助剂和填料加工制成的百菌清水分散粒剂。

注：百菌清、六氯苯、十氯联苯的其他名称、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 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 农药悬浮率测定方法
- GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136 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

## 3 要求

### 3.1 组成和外观

百菌清水分散粒剂由符合标准的百菌清原药、载体和助剂制成，为干燥的，能自由流动，基本无粉尘，无可见的外来杂质和硬块。

### 3.2 技术指标

百菌清水分散粒剂还应符合表 1 要求。

表 1 百菌清水分散粒剂控制项目指标

| 项目        | 指标                                   |                                      |                                      |
|-----------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
|           | 75%                                  | 83%                                  | 90%                                  |
| 百菌清质量分数/% | 75.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub> | 83.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub> | 90.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub> |

表 1 (续)

| 项目                                             |   | 指标      |      |      |
|------------------------------------------------|---|---------|------|------|
|                                                |   | 75%     | 83%  | 90%  |
| 六氯苯质量分数/(g/kg)                                 | ≤ | 0.03    | 0.03 | 0.04 |
| 十氯联苯质量分数 <sup>a</sup> /(g/kg)                  | ≤ | 0.02    | 0.03 | 0.03 |
| 水分/%                                           | ≤ | 2.5     |      |      |
| pH 范围                                          |   | 5.0~8.0 |      |      |
| 润湿时间/s                                         | ≤ | 60      |      |      |
| 湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%                           | ≥ | 99.5    |      |      |
| 分散性/%                                          | ≥ | 90      |      |      |
| 悬浮率/%                                          | ≥ | 80      |      |      |
| 持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL                           | ≤ | 60      |      |      |
| 粉尘                                             |   | 合格      |      |      |
| 热贮稳定性 <sup>a</sup>                             |   | 合格      |      |      |
| <sup>a</sup> 正常生产时,十氯联苯质量分数、热贮稳定性每 3 个月至少测定一次。 |   |         |      |      |

#### 4 试验方法

安全提示: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。

##### 4.1 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 中的 4.3.3“修约值比较法”进行。

##### 4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 600 g。

##### 4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与百菌清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百菌清色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

##### 4.4 百菌清质量分数的测定

###### 4.4.1 方法提要

试样用二甲苯溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的百菌清进行气相色谱分离和测定。

#### 4.4.2 试剂和溶液

二甲苯。

百菌清标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二丁酯,应没有干扰分析的杂质。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二丁酯 1.25 g,置于 250 mL 容量瓶中,加适量二甲苯溶解并稀释至刻度,摇匀。

#### 4.4.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱处理机或色谱工作站。

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

#### 4.4.4 气相色谱操作条件

温度( $^{\circ}$ C):柱温:195,气化室 270,检测器室 300。

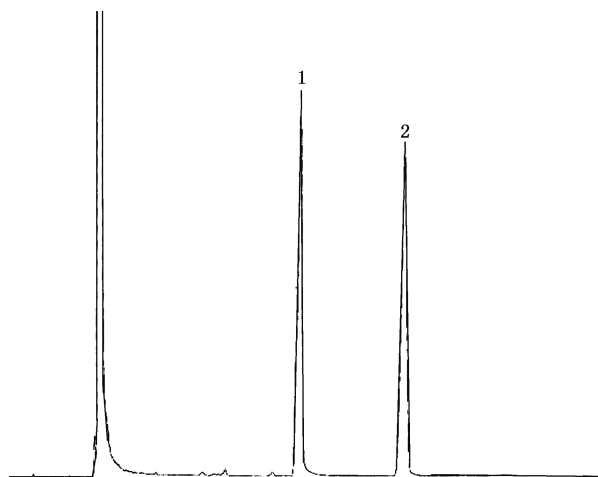
气体流量(mL/min):载气( $N_2$ ) 2.0,氢气 30,空气 300。

分流比:30:1。

进样量:1.0  $\mu$ L。

保留时间(min):百菌清 4.8,内标物 6.6。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的百菌清水分散粒剂与内标物气相色谱图见图 1。



说明:

1——百菌清;

2——内标物。

图 1 百菌清水分散粒剂与内标物的气相色谱图

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

称取百菌清标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,

摇匀。

#### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含百菌清 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于一具塞玻璃瓶中,用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液,在超声波中振荡 3 min,摇匀,过滤。

#### 4.4.5.3 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,直至相邻两针百菌清与内标物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。

#### 4.4.5.4 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百菌清与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中的百菌清质量分数,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega_1$ ——试样中百菌清的质量分数,以%表示;

$r_2$ ——试样溶液中,百菌清与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$\omega$ ——标样中百菌清的质量分数,以%表示;

$r_1$ ——标样溶液中,百菌清与内标物峰面积比的平均值;

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g)。

#### 4.4.6 允许差

百菌清质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

### 4.5 六氯苯、十氯联苯质量分数的测定

#### 4.5.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解,以甲醇+四氢呋喃+水为流动相,使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器(217 nm),对试样中的六氯苯(十氯联苯)进行反相高效液相色谱分离,外标法定量(六氯苯最低定量限  $5 \times 10^{-8}$  g/mL,十氯联苯最低定量限  $1 \times 10^{-7}$  g/mL)。

#### 4.5.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

四氢呋喃:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

六氯苯标样:已知六氯苯质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

十氯联苯标样:已知十氯联苯质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 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 ×3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C<sub>18</sub>、5 μm 填充物。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

定量进样管:20 μL。

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:四氢呋喃:水)=92:3:5,经滤膜过滤,并进行脱气。

流速:1.2 mL/min。

柱温:室温。

检测波长:217 nm。

进样体积:20 μL。

保留时间:六氯苯 约 4.4 min,十氯联苯 约 9.8 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。  
六氯苯、十氯联苯标样的液相色谱图见图 2,典型的百菌清水分散粒剂中六氯苯、十氯联苯质量分数测定的高效液相色谱图见图 3。

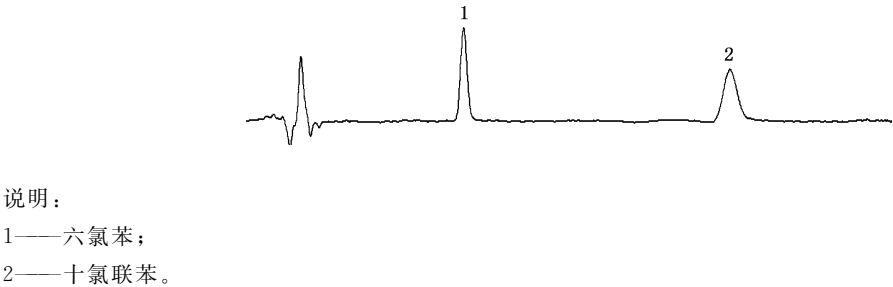


图 2 六氯苯、十氯联苯标样的高效液相色谱图

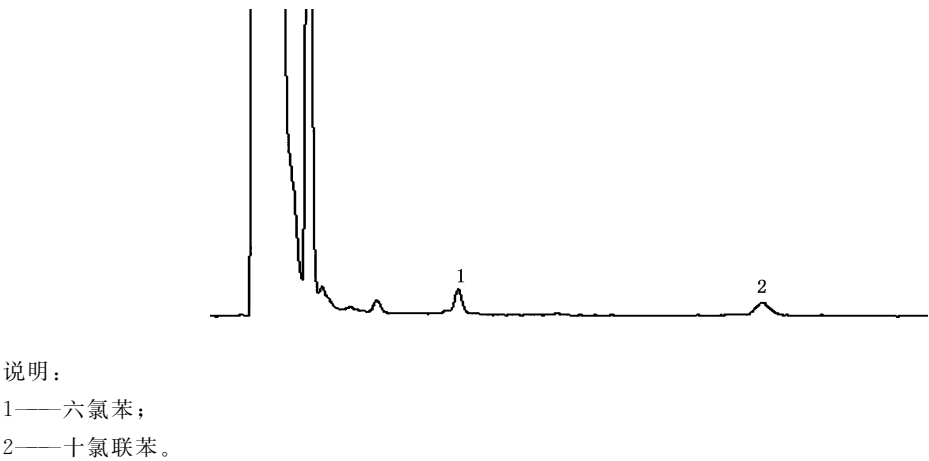


图 3 百菌清水分散粒剂中六氯苯、十氯联苯质量分数测定的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.001 g(精确至 0.000 01 g)的六氯苯标样和 0.001 g(精确至 0.000 01 g)十氯联苯标样,置于

50 mL 容量瓶中,加四氢呋喃振摇使之溶解,用四氢呋喃稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 10 mL 容量瓶中,用四氢呋喃稀释至刻度,摇匀。

#### 4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含百菌清 0.2 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 四氢呋喃,在超声波中震荡 15 min,冷却至室温,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,直至相邻两针六氯苯(十氯联苯)峰面积相对变化小于 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。

#### 4.5.6 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六氯苯(十氯联苯)峰面积分别进行平均。试样中六氯苯(十氯联苯)的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times n} \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_2$ ——试样中六氯苯(十氯联苯)质量分数,以 g/kg 表示;

$A_2$ ——试样溶液中,六氯苯(十氯联苯)峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中六氯苯(十氯联苯)的质量分数,以 % 表示;

$A_1$ ——标样溶液中,六氯苯(十氯联苯)峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$n$ ——稀释因子, $n=100$ 。

#### 4.5.7 允许差

六氯苯(十氯联苯)质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

### 4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

### 4.7 pH 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

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.10 分散性的测定

4.10.1 方法提要

将一定量的水分散粒剂加入规定的水中,搅拌混合,制成悬浮液,静置一段时间后,去除顶部 9/10 的悬浮液,将底部 1/10 悬浮液和沉淀烘干,用重量法进行测定。

4.10.2 试剂和仪器

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ,  $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ,按 GB/T 14825 配制;  
烧杯:1 000 mL,内径为 $(102 \pm 2) \text{ mm}$ ;  
电动搅拌机:可控制速度  $0 \text{ r/min} \sim 1\,000 \text{ r/min}$ ;  
不锈钢搅拌棒:带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒,叶片之间角度为  $45^\circ$ ;  
旋转真空蒸发器;  
秒表。

单位为毫米

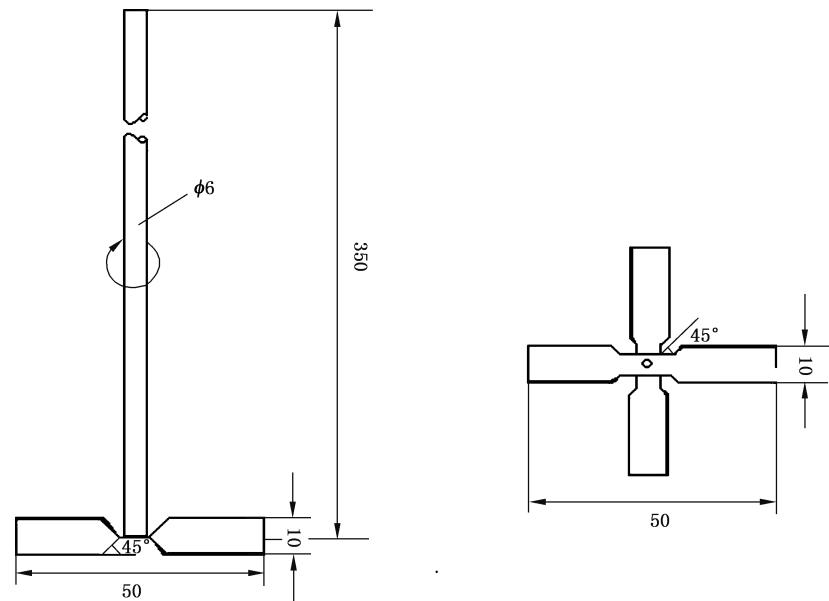


图 4 不锈钢搅拌棒

4.10.3 测定步骤

在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下,于烧杯中加入 900 mL 标准硬水,将搅拌棒固定在烧杯中央,搅拌棒叶片距烧杯底部 15 mm,搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推进液体向上翻腾,以  $300 \text{ r/min}$  的速度开启搅拌器,将 9 g 水分散粒剂样品(精确至 0.1 g)加入搅拌的水中,继续搅拌 1 min。关闭搅拌,让悬浮液静置 1 min,抽出 9/10 的悬浮液(810 mL),整个操作应在  $30 \text{ s} \sim 60 \text{ s}$  内完成,并保持玻璃细管的尖端始终在液面下,且尽量不搅动悬浮液,用旋转真空蒸发器蒸掉 90 mL 剩余悬浮液中的水分,在  $60^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$  下干燥至恒重,称量(精确至 0.1 g)。

4.10.4 计算

试样的分散性按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{10(m - m_1)}{9m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$w_3$ ——试样的分散性；

$m$ ——所取试样的质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——干燥后残余物的质量，单位为克(g)。

#### 4.11 悬浮率的测定

按 GB/T 14825 进行。称取含 1.0 g 百菌清(精确至 0.000 1 g)的试样。用水将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 烧杯中，在 105 ℃ 烘箱中烘干，用移液管加入 10 mL 内标溶液，在超声波下振荡 3 min，摇匀，过滤。按 4.4 测定百菌清质量，计算其悬浮率。

#### 4.12 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 4.13 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

#### 4.14 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“其他制剂”进行。热贮后，百菌清质量分数应不低于贮前的 97%，悬浮率仍应符合标准要求为合格。

#### 4.15 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

### 5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

#### 5.1 标志、标签、包装

百菌清水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；百菌清水分散粒剂包装采用复合铝膜袋或铝箔袋包装，每袋净含量 50 g、100 g、200 g；根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

#### 5.2 贮运

百菌清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。

#### 5.3 安全

产品属低毒杀菌剂，对人、畜低毒。对人体皮肤和黏膜有一定刺激作用。使用本品应戴防护手套、口罩，穿干净防护服，使用后，应立即用肥皂和水洗净。如药液误入眼睛或接触皮肤，应用大量水冲洗，如发生斑疹性过敏反应，应请医生对症治疗。

#### 5.4 保证期

在规定的贮运条件下，百菌清水分散粒剂的保证期，从生产日期算起为两年。

## 附录 A

(资料性附录)

## 百菌清、六氯苯、十氯联苯的其他名称、结构式和基本物化参数

## A.1 本产品有效成分百菌清的其他名称、结构式和基本物化参数

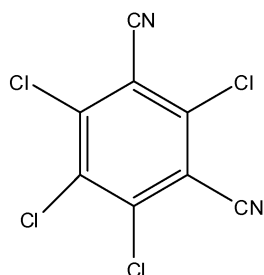
ISO 通用名称:Chlorothalonil

CIPAC 数字代码:288

CAS 登录号:[1897-45-6]

化学名称:2,4,5,6-四氯-1,3-二氰基苯

结构式:

实验式: $C_8N_2Cl_4$ 

相对分子质量:265.91

生物活性:杀菌

熔点: $250\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 251\text{ }^{\circ}\text{C}$ 沸点: $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 蒸气压( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ):0.076 mPa

溶解度(g/L,  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ):水中  $6 \times 10^{-4}$ ,二甲苯中 80,丙酮中 20,环己酮、N,N-二甲基甲酰胺中 30,煤油中不大于 10

稳定性:在常温贮存条件下稳定,对弱碱或弱酸性介质及对光照稳定,在强碱介质中分解

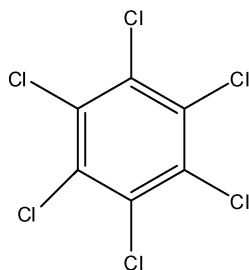
## A.2 六氯苯的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称:Hexachlorobenzene

CAS 登录号:[118-74-1]

化学名称:六氯苯

结构式:



实验式:  $C_6Cl_6$

相对分子质量: 284.78

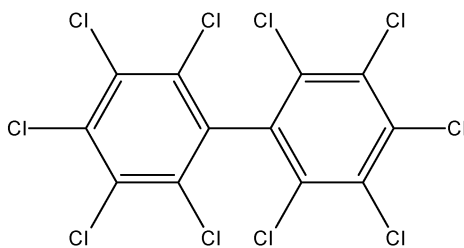
### A.3 十氯联苯的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: Decachlorobiphenyl

CAS 登录号: [2051-24-3]

化学名称: 2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十氯联苯

结构式:



实验式:  $C_{12}Cl_{10}$

相对分子质量: 498.66