

中华人民共和国国家标准

GB 28151—2011

啞霉胺可湿性粉剂

Pyrimethanil wettable powders

自2017年3月23日起，本标准转为推荐性标准，编号改为GB/T 28151-2011。

2011-12-30 发布

2012-04-15 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

根据中华人民共和国国家标准公告(2017年第7号)和强制性标准整合精简结论,本标准自2017年3月23日起,转为推荐性标准,不再强制执行。

GB 28151—2011

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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:江苏丰登农药有限公司、江苏东宝农药化工有限公司、利民化工股份有限公司、江苏快达农化股份有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、谷兵、耿荣伟、徐开云、张瑞芳、南艳、陈杰。

嘧霉胺可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了嘧霉胺可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、保证期。

本标准适用于由嘧霉胺原药与适宜的助剂和填料加工制成的嘧霉胺可湿性粉剂。

注：嘧霉胺的其他名称、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(ISO 3696:1987, MOD)

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

3 要求

3.1 组成与外观

本品应由符合标准的嘧霉胺原药与适宜的助剂和填料加工制成，为均匀的疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

嘧霉胺可湿性粉剂还应符合表 1 要求。

表 1 嘧霉胺可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
	20%	40%
嘧霉胺质量分数/%	$20.0^{+1.2}_{-1.2}$	$40.0^{+2.0}_{-2.0}$
水分/%	≤ 3.0	
pH 值范围	6.0~10.0	

表 1 (续)

项 目	指 标	
	20 %	40 %
悬浮率/% ≥	80	
润湿时间/s ≤	90	
细度(通过 45 μm 标准筛)/% ≥	98	
热贮稳定性 ^a /%	合格	
^a 正常生产时,热贮稳定性试验每三个月至少检测一次。		

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 300 g。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与嘧霉胺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嘧霉胺的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与嘧霉胺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嘧霉胺的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.4 嘧霉胺质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+水+磷酸为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(300 nm),对试样中的嘧霉胺进行高效液相色谱分离,外标法定量。也可使用气相色谱法测定,色谱操作条件参见附录 B。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 磷酸;

嘧霉胺标样:已知嘧霉胺质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

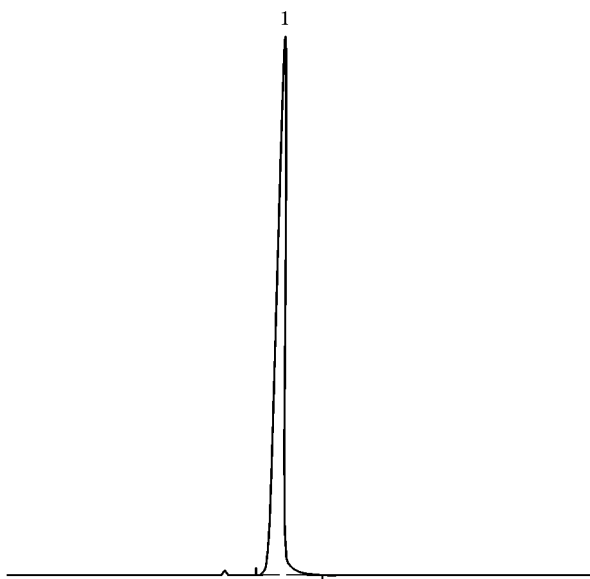
4.4.3 仪器

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;
 色谱柱:250 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物;
 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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ [甲醇:水(用磷酸调 $\text{pH}=3$)] = 75:25,经滤膜过滤,并进行脱气;
 流速:1.0 mL/min;
 柱温:室温;
 检测波长:300 nm;
 进样体积:5 μL ;
 保留时间:嘧霉胺约 5.5 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。
 典型的嘧霉胺可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1——嘧霉胺。

图 1 嘧霉胺可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取嘧霉胺标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加流动相振摇并用流动相稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含嘧霉胺 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加流动相振荡并用流动相稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用流动相稀释至刻度,摇匀。经滤膜过滤,待用。

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,直至相邻两针嘧霉胺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。

4.4.6 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嘧霉胺峰面积分别进行平均。试样中嘧霉胺的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中嘧霉胺的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,嘧霉胺峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中嘧霉胺的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,嘧霉胺峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

嘧霉胺质量分数两次平行测定结果之差,20%嘧霉胺可湿性粉剂应不大于 0.5%,40%嘧霉胺可湿性粉剂应不大于 0.8%,分别取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825 进行。称取 1 g 试样(精确至 0.000 1 g)。用 50 mL 甲醇将量筒内剩余的 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 4.4 测定嘧霉胺质量,计算其悬浮率。(气相色谱法:向剩余的 25 mL 悬浮液的量筒内准确加入 5 mL 内标液,再加入 5 mL 三氯甲烷,振荡使之充分萃取,静置,取下层有机相,参照附录 B 的方法测定嘧霉胺质量,计算其悬浮率。)

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后,噻霉胺质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 97%,悬浮率仍应符合标准要求。

4.11 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、保证期

5.1 标志、标签、包装

噻霉胺可湿性粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

噻霉胺可湿性粉剂的包装应用清洁、干燥的铝箔袋或复合膜袋包装,每袋净含量 50 g、100 g、200 g、250 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。

5.2 贮运

噻霉胺可湿性粉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

噻霉胺为低毒杀菌剂,吞噬和吸入均有毒,对眼睛有刺激性,使用本品时应穿戴防护用品,施药后应用肥皂洗净,一旦误服,应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,噻霉胺可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为两年。

附 录 A
(资料性附录)

嘧霉胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分嘧霉胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

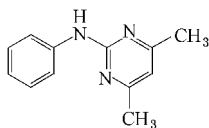
ISO 通用名称:Pyrimethanil

CAS 登记号:53112-28-0

CIPAC 数字代码:714

化学名称:*N*-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)苯胺

结构式:



实验式: $C_{12}H_{13}N_3$

相对分子质量:199.25

生物活性:杀菌

熔点:96.3 °C

蒸汽压(25°C): 2.2×10^{-3} Pa

溶解度(20°C, g/L):水 0.121(pH=6.1, 25 °C), 丙酮 389, 乙酸乙酯 617, 二氯甲烷 1 000, 正己烷 23.7, 甲苯 412, 甲醇 176

稳定性:水中的稳定性与 pH 值有关,54 °C 保存 14 d 稳定。

附录 B

(资料性附录)

噁霉胺质量分数气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物,使用 HP-5 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁霉胺进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

噁霉胺标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二正丁酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二正丁酯 3.5 g,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 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm 。

B.4 气相色谱操作条件

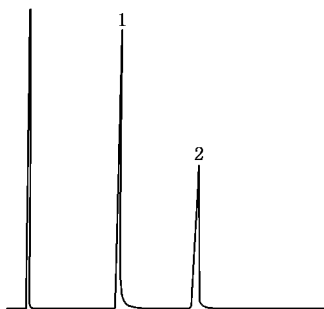
温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 180,气化室 250,检测器室 260;

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

进样量:1.0 μL ;

保留时间(min):噁霉胺 3.9,内标物 6.3。

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作适当调整,以期获得最佳效果。典型的噁霉胺可湿性粉剂与内标物气相色谱图见图 B.1。



1——噁霉胺;

2——内标物。

图 B.1 噁霉胺可湿性粉剂与内标物气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取噻霉胺标样 0.05 g(精确至 0.000 1g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含噻霉胺 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,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,计算各针噻霉胺与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针噻霉胺与内标物峰面积的比的相对变化小于 1.2%时,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标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噻霉胺和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噻霉胺的质量分数按式(B.1)计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中噻霉胺的质量分数,以%表示;

r_2 ——试样溶液中,噻霉胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

ω ——标样中噻霉胺的质量分数,以%表示;

r_1 ——标样溶液中,噻霉胺与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

B.7 允许差

噻霉胺质量分数两次平行测定结果之差,20%噻霉胺可湿性粉剂应不大于 0.5%,40%噻霉胺可湿性粉剂应不大于 0.8%,分别取其算术平均值作为测定结果。