

中华人民共和国国家标准

GB/T 9551—2017
代替 GB/T 9551—1999

百菌清原药

Chlorothalonil technical material

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。

本标准代替 GB/T 9551—1999《百菌清原药》，与 GB/T 9551—1999 相比，主要技术变化如下：

——外观由“白色至灰色或微黄色粉末，无有色团块”改为“白色粉末”；

——取消分等分级，规定百菌清质量分数为不低于 97.0%；

——将六氯苯控制指标修订为不高于 0.04 g/kg；

——增加了十氯联苯控制指标。

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、江苏新河农用化工有限公司、江苏维尤纳特精细化工有限公司、江苏利民化工股份有限公司、山东大成农药股份有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、邢红、缪金凤、杜杰、袁欣、王信然、孙伟、汪静莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 9551—1988、GB/T 9551—1999。

百 菌 清 原 药

1 范围

本标准规定了百菌清原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由百菌清及其生产中产生的杂质组成的百菌清原药。

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 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

3 要求

3.1 外观

白色粉末。

3.2 技术指标

百菌清原药还应符合表 1 要求。

表 1 百菌清原药控制项目指标

项 目	指 标
百菌清质量分数/%	\geq 97.0
六氯苯质量分数/(g/kg)	\leq 0.04
十氯联苯质量分数 ^a /(g/kg)	\leq 0.03
二甲苯不溶物 ^a /%	\leq 0.2
pH 值范围	5.0~7.0
^a 正常生产时，十氯联苯质量分数、二甲苯不溶物每 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

GB/T 9551—2017

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“商品原药采样”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 100 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。

红外光谱法——试样与标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。标样红外光谱图见图 1。



图 1 百菌清标样的红外光谱图

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×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,键合 DB-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温:195,气化室 270,检测器室 300。

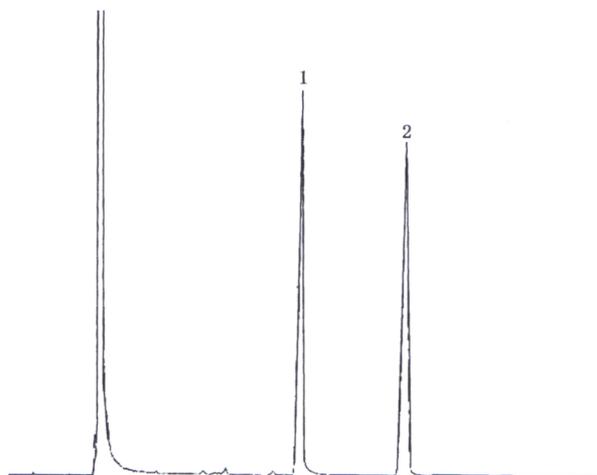
气体流量(mL/min):载气(N₂) 2.0,氢气 30,空气 300。

分流比:30:1。

进样量:1.0 μL。

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。典型的百菌清原药与内标物气相色谱图见图 2。



说明:

1——百菌清;

2——内标物。

图 2 百菌清原药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,摇匀。

GB/T 9551—2017

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:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_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);
- w ——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1.2%,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 5×10^{-8} g/mL,十氯联苯最低定量限 1×10^{-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, $w \geq 98.0\%$ 。
- 十氯联苯标样:已知十氯联苯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

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 \times 3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μ m 填充物。
- 过滤器:滤膜孔径约0.45 μ m。
- 定量进样管:20 μ L。
- 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：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 μ L。

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 3，典型的百菌清原药中六氯苯、十氯联苯质量分数测定的高效液相色谱图见图 4。

说明：

1——六氯苯；

2——十氯联苯。

图 3 六氯苯、十氯联苯标样的高效液相色谱图

说明：

1——六氯苯；

2——十氯联苯。

图 4 百菌清原药中六氯苯、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

GB/T 9551—2017

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 使之溶解,冷却至室温,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 二甲苯不溶物的测定

4.6.1 试剂和仪器

二甲苯。

锥形瓶:250 mL。

玻璃砂芯坩埚:G3。

烘箱:105 °C ± 2 °C。

吸滤瓶:500 mL。

4.6.2 测定方法

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),放入锥形瓶中,加入 100 mL 二甲苯,在超声波中震荡 10 min,立刻通过已恒重(精确至 0.000 1 g)的坩埚过滤,再用 60 mL 二甲苯,分三次洗涤锥形瓶,抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥 30 min,取出置于干燥器中冷却,称量(精确至 0.000 1 g)。

4.6.3 计算

试样中二甲苯不溶物按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- ω_3 ——试样中二甲苯不溶物;
- m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);
- m_0 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6.4 允许差

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 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 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、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

百菌清原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;百菌清原药包装采用铁桶或纸板桶内衬塑料袋密封包装,每桶净含量 25 kg;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

百菌清原药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 验收期

百菌清原药验收期为1个月。从交货之日起一个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

GB/T 9551—2017

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

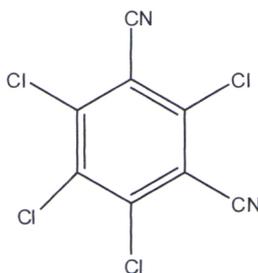
ISO 通用名称:Chlorothalonil

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 6×10^{-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

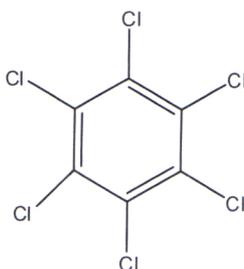
A.2 六氯苯的其他名称、结构式和基本物化参数

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

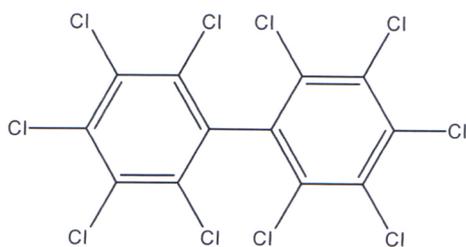
A.3 十氯联苯的其他名称、结构式和基本物化参数

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
百 菌 清 原 药
GB/T 9551—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

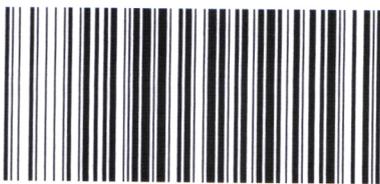
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-58165 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 9551-2017