

ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 28147—2011

吡螨灵可湿性粉剂

Pyridaben wettable powders

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

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:江苏克胜集团股份有限公司、青岛奥迪斯生物科技有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、吴伟、王海霞、王春玲、李学臣。

吡螨灵可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了吡螨灵可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由吡螨灵原药、适宜的助剂和填料加工而成的吡螨灵可湿性粉剂。

注：吡螨灵的其他名称、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 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—2006 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 组成和外观

本品应由符合标准的吡螨灵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

吡螨灵可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 吡螨灵可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
	20%	30%
吡螨灵质量分数/%	$20.0^{+1.2}_{-1.2}$	$30.0^{+1.5}_{-1.5}$
pH 值范围	5.0~9.0	
悬浮率/%	≥	75
润湿时间/s	≤	90

表 1 (续)

项 目	指 标	
	20%	30%
细度(通过 44 μm 试验筛)/% \geq	96	
热贮稳定性试验 ^a	合格	
^a 正常生产时,热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。		

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 300 g。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与吡螨灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡螨灵色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与吡螨灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡螨灵色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 吡螨灵质量分数的测定

4.4.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+水为流动相,使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(240 nm),对试样中的吡螨灵进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.1.2 试剂和溶液

甲醇;

乙腈:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

吡螨灵标样:已知吡螨灵质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.1.3 仪器

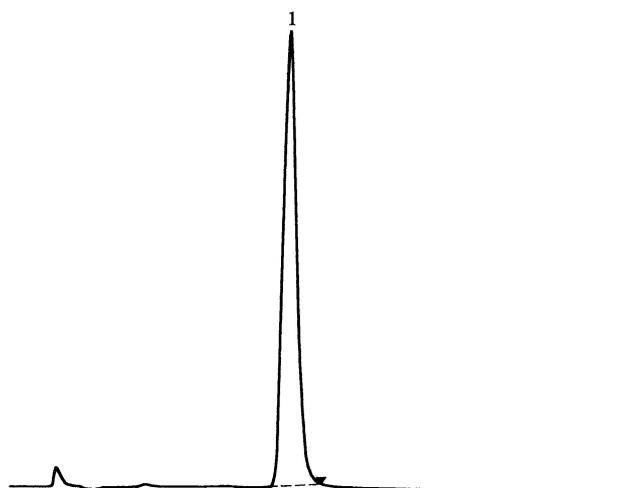
高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站；
 色谱柱：150 mm×3.9 mm(i. d.) 不锈钢柱，内装 Nova-Pak C₁₈, 5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱)；
 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。

4.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi(\text{CH}_3\text{CN} : \text{H}_2\text{O}) = 85 : 15$ ；
 流速：1.0 mL/min；
 柱温：室温(温差变化应不大于 2 °C)；
 检测波长：240 nm；
 进样体积：5 μL；
 保留时间：哒螨灵约 5.6 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。典型的哒螨灵可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1——哒螨灵。

图 1 哒螨灵可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.4.1.5 测定步骤

4.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 哒螨灵标样(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含哒螨灵 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇

稀释至刻度,摇匀。

4.4.1.5.3 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,直至相邻两针哒螨灵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。

4.4.1.6 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哒螨灵峰面积分别进行平均。试样中哒螨灵的质量分数按式(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 ——试样中哒螨灵的质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中,哒螨灵峰面积的平均值;
- m_1 ——哒螨灵标样的质量,单位为克(g);
- w ——哒螨灵标样的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,哒螨灵峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.1.7 允许差

哒螨灵质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 毛细管气相色谱法

4.4.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸双环己酯为内标物,使用DB-1701涂壁的石英毛细管柱,和氢火焰离子化检测器,对试样中的哒螨灵进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.4.2.2 试剂和溶液

- 三氯甲烷;
- 哒螨灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;
- 邻苯二甲酸双环己酯:不含有干扰分析的杂质;
- 内标溶液:称取5.0g的邻苯二甲酸双环己酯置于500 mL的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.4.2.3 仪器

- 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;
- 色谱柱:30 m×0.32 mm(i. d.)石英毛细柱,内壁涂DB-1701,膜厚0.25 μm;
- 色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.2.4 气相色谱操作条件

- 温度(°C):柱室240,气化室270,检测室280;
- 气体流量(mL/min):载气(N₂)1.8,氢气30,空气300,补偿气25;
- 分流比:40:1;

进样体积:2.0 μL;

保留时间:哒螨灵约 8.2 min,内标物约 5.0 min。

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。典型的哒螨灵可湿性粉剂与内标物的气相色谱图见图 2。

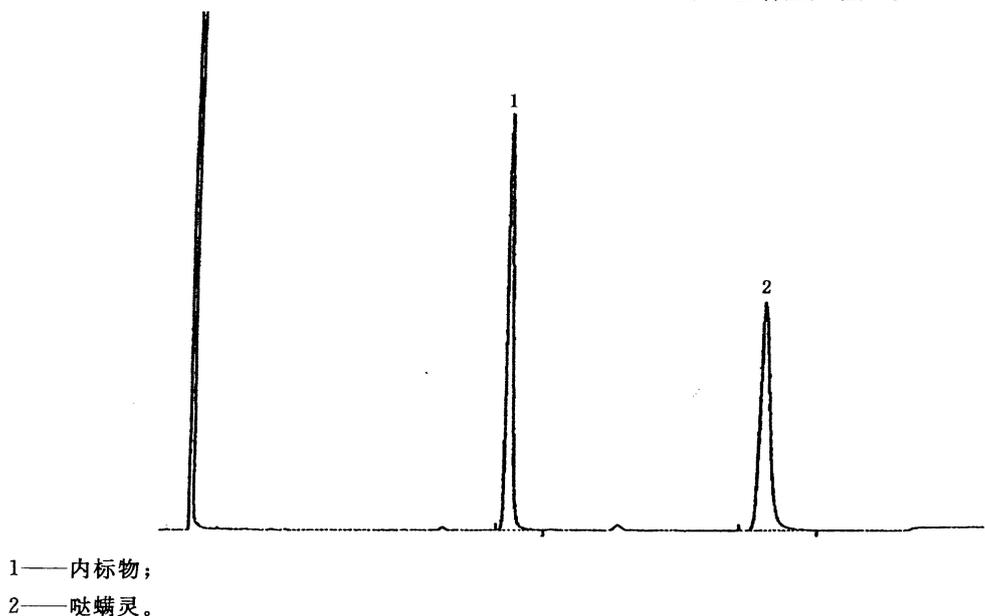


图 2 哒螨灵可湿性粉剂与内标物的气相色谱图

4.4.2.5 测定步骤

4.4.2.5.1 标样溶液的配制

称取哒螨灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.2.5.2 试样溶液的配制

称取含哒螨灵 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 4.4.2.5.1 中使用的同一支移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.2.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针哒螨灵与内标物的峰面积比的相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

4.4.2.6 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哒螨灵与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中哒螨灵质量分数按式(1')计算:

$$w'_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1')$$

式中:

w'_1 ——试样中哒螨灵质量分数,以 % 表示;

- r_2 —— 试样溶液中哒螨灵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 —— 标样中哒螨灵的质量分数，以 % 表示；
 r_1 —— 标样溶液中哒螨灵与内标物峰面积比的平均值；
 m_2 —— 试样的质量，单位为克(g)。

4.4.2.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

4.6.1 液相色谱法

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含哒螨灵 0.2 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，将量筒底部 25 mL 悬浮液全部转移至 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶液定容至刻度，在超声波下振荡 3 min，静置，过滤后，按 4.4.1 测定哒螨灵的质量，计算其悬浮率。

4.6.2 气相色谱法

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含哒螨灵 0.2 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，将量筒底部 25 mL 悬浮液全部转移至 100 mL 烧杯中，在 105 °C 烘箱中将水烘干。用与 4.4.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液，在超声波下振荡 3 min，静置。按 4.4.2 测定哒螨灵的质量，计算其悬浮率。

4.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.8 细度的测定

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后哒螨灵质量分数应不低于贮前哒螨灵质量分数的 97%，悬浮率应符合标准要求。

4.10 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

哒螨灵可湿性粉剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定；哒螨灵可湿性粉剂采用铝箔袋包装。每箱净含量不超过 10 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。

5.2 贮运

哒螨灵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

本品属中等毒性的杀螨、杀虫剂，吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后，应立即用肥皂和水洗净。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮存、运输条件下，哒螨灵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)

吡螨灵的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡螨灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

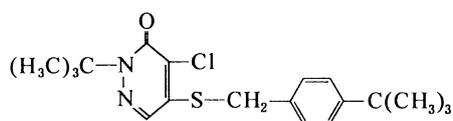
ISO 通用名称:Pyridaben

CAS 登录号:96489-71-3

CIPAC 数字代码:583

化学名称:2-特丁基-5-(4-特丁基苄硫基)-4-氯-3(2H)-吡嗪酮

结构式:



实验式: $C_{19}H_{25}ClN_2OS$

相对分子质量:364.9

生物活性:杀螨、杀虫

熔点:约 111 °C~112 °C

蒸气压:<0.25 mPa(20 °C)

溶解度(20 °C, g/L):水中 1.2×10^{-5} , 丙酮 460, 苯 110, 环己烷 320, 乙醇 57, 正辛烷 63, 己烷 10, 二甲苯 390

稳定性:在 pH 4~pH 9 的水溶液和大多数有机溶剂中稳定,50 °C 贮存三个月稳定,正常贮存条件下至少两年是稳定的,对光不稳定。