



5. 100. 30

号: 53277—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2858—2016

代替 HG 2858—2000

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分

多菌灵悬浮剂

Carbendazim aqueous suspension concentrates

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
3.1 组成与外观	1
3.2 技术指标	1
4 试验方法	2
4.1 一般规定	2
4.2 抽样	2
4.3 鉴别试验	2
4.4 多菌灵质量分数的测定	2
4.5 2,3-二氨基吩嗪 (DAP) 和 2-氨基-3-羟基吩嗪 (HAP) 质量分数的测定	4
4.6 pH 值的测定	7
4.7 悬浮率的测定	7
4.8 倾倒性试验	7
4.9 湿筛试验	8
4.10 持久起泡性的测定	8
4.11 低温稳定性试验	8
4.12 热贮稳定性试验	8
4.13 产品的检验与验收	8
5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期	8
5.1 标志、标签和包装	8
5.2 贮运	8
5.3 安全	8
5.4 保证期	8
附录 A (资料性附录) 多菌灵、2,3-二氨基吩嗪、2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、结构式和 基本物化参数	9
附录 B (规范性附录) 悬浮剂的密度测定	11



前 言

标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG 2858—2000《40%多菌灵悬浮剂》。与 HG 2858—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 多菌灵质量分数增加 500 g/L 规格指标；
- 规定了 DAP (2,3-二氨基吩嗪)、HAP (2-氨基-3-羟基吩嗪) 质量分数指标；
- 规定了倾倒性、持久起泡性指标。

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/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：安徽华星化工股份有限公司、宁夏新安科技有限公司、江苏蓝丰生物化工股份有限公司、山东华阳农药化工集团有限公司。

本标准主要起草人：马亚光、李秀杰、殷宏树、夏强军、谢印刚、宋东升、许莉英、唐霞、马林、高文、杨闻翰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2858—1997；HG 2858—2000。

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分



多菌灵悬浮剂

1 范围

本标准规定了多菌灵悬浮剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运安全和保证期。

本标准适用于由多菌灵原药与适宜的助剂和填料加工制成的多菌灵悬浮剂。

注：多菌灵、2,3-二氨基吩嗪、2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、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 (mod ISO 3696: 1987)

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 19137 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 组成与外观

本品应由符合标准的多菌灵原药制成。外观应是可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

多菌灵悬浮剂还应符合表 1 的要求。

表 1 多菌灵悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标	
	40 %	500 g/L
多菌灵质量分数 ^a / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}	43.0 ^{+2.2} _{-2.2}
2,3-二氨基吩嗪(DAP)质量分数 ^b /(mg/kg)	≤	2
2-氨基-3-羟基吩嗪(HAP)质量分数 ^b /(mg/kg)	≤	0.3
pH 值范围	5.0~8.0	
悬浮率/ %	≥	90
倾倒性	倾倒后残余物/ %	≤ 5.0
	洗涤后残余物/ %	≤ 0.5
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/ %	≥	99
持久起泡性(1 min)/mL	30	
低温稳定性 ^b / %	合格	
热贮稳定性 ^b / %	合格	
^a 当质量发生争议时,以质量分数为仲裁。 ^b 正常生产时和 2,3-二氨基吩嗪和 2-氨基-3-羟基吩嗪质量分数、低温稳定性和热贮稳定性试验每 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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”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 800 mL。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与多菌灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中多菌灵的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 多菌灵质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用冰乙酸溶解。以甲醇+水+氨水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,



波长 282 nm 下对试样中的多菌灵进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

冰乙酸。

氨水。

水：新蒸二次蒸馏水。

甲醇溶液： $\psi(\text{甲醇}:\text{水})=60:40$ 。

多菌灵标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C_{18} 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\psi(\text{甲醇}:\text{水}:\text{氨水})=60:40:0.13$ ，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 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：282 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：多菌灵约 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做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的多菌灵悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——多菌灵。

图 1 多菌灵悬浮剂的高效液相色谱图



4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 多菌灵标样于 100 mL 容量瓶中, 准确加入 10 mL 冰乙酸, 振摇使标样溶解。加入 80 mL 甲醇溶液超声波振荡 5 min。冷却至室温, 用甲醇溶液定容至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 多菌灵的试样于 100 mL 容量瓶中, 准确加入 10 mL 冰乙酸, 振摇使试样溶解。加入 80 mL 甲醇溶液, 超声波振荡 5 min。冷却至室温, 用甲醇溶液定容至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

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, 直至相邻两针多菌灵峰面积相对变化小于 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多菌灵峰面积分别进行平均。

试样中多菌灵质量分数按公式 (1) 计算, 多菌灵质量浓度按公式 (2) 计算:

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 m_1 w \rho}{A_1 m_2} \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_1 ——试样中多菌灵质量分数, 以 % 表示;
- A_2 ——试样溶液中多菌灵峰面积的平均值;
- m_1 ——多菌灵标样的质量的数值, 单位为克 (g);
- w ——标样中多菌灵质量分数, 以 % 表示;
- A_1 ——标样溶液中多菌灵峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);
- ρ_1 ——20 °C 时试样中多菌灵质量浓度的数值, 单位为克每升 (g/L);
- ρ ——20 °C 时试样的密度的数值, 单位为克每升 (g/L)(按附录 B 进行测定)。

4.4.6 允许差

多菌灵质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.7 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 2,3-二氨基吩嗪 (DAP) 和 2-氨基-3-羟基吩嗪 (HAP) 质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以缓冲盐溶液+乙腈为流动相, 使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外-可见检测器, 在波长 453 nm 下对试样中的 2,3-二氨基吩嗪 (DAP) 和 2-氨基-3-羟基吩嗪 (HAP) 质量分数进行反相高效液相色谱分离和测定, 以外标法定量 (DAP、HAP 的检出限为 0.1 mg/kg)。



4.5.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

磷酸二氢钾。

磷酸氢二钠。

水：新蒸二次蒸馏水。

DAP 标样：已知质量分数， $w \geq 99.5\%$ 。

HAP 标样：已知质量分数， $w \geq 94.0\%$ 。

磷酸二氢钾溶液： $\rho = 0.5 \text{ g/L}$ 。

磷酸氢二钠溶液： $\rho = 0.9 \text{ g/L}$ 。

缓冲盐溶液：磷酸二氢钾溶液+磷酸氢二钠溶液=1+1（体积比）。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外-可见检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 $5 \mu\text{m}$ C_{18} 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 $0.45 \mu\text{m}$ 。

微量进样器：100 μL 。

定量进样管：50 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ （缓冲盐溶液：乙腈）=80：20，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°C ）；

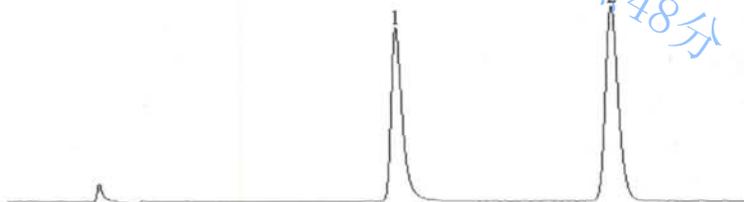
检测波长：453 nm；

进样体积：50 μL ；

保留时间：HAP 约 10.3 min，DAP 约 16.1 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做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的多菌灵悬浮剂的高效液相色谱图见图 2 和图 3。

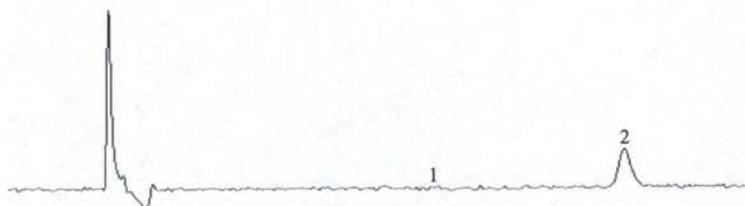


说明：

1—HAP；

2—DAP。

图 2 HAP、DAP 标样的高效液相色谱图



说明：
1—HAP；
2—DAP。

企业标准信息公共服务平台
2017年07月03日 11点48分

图3 多菌灵悬浮剂中 HAP、DAP 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

各称取 0.005 g (精确至 0.0001 g) DAP、HAP 标样于 50 mL 容量瓶中，加入 45 mL 甲醇，超声波振荡 20 min。冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取 5 g (精确至 0.0001 g) 多菌灵试样于 100 mL 容量瓶中，用移液管移取 50 mL 甲醇溶液于容量瓶中，超声波振荡 20 min。冷却至室温，离心。

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 DAP (HAP) 峰面积相对变化小于 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 DAP (HAP) 峰面积分别进行平均。试样中 DAP (HAP) 质量分数按公式 (3) 计算：

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{25 A_1 m_2} \times 10^4 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w_2 ——试样中 DAP (HAP) 质量分数，单位为毫克每千克 (mg/kg)；
- A_2 ——试样溶液中 DAP (HAP) 峰面积的平均值；
- m_1 ——DAP (HAP) 标样的质量的数值，单位为克 (g)；
- w ——标样中 DAP (HAP) 质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中 DAP (HAP) 峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；
- 25——稀释倍数。

4.5.6 允许差

DAP (HAP) 质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于 30 %，取其算术平均值作为测定结果。



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。称取含多菌灵 0.25 g 的试样（精确至 0.000 1 g），用 30 mL 冰乙酸将量筒内剩余的 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，超声波振荡 5 min，摇匀，过滤。按 4.4 测定多菌灵质量，计算其悬浮率。

4.8 倾倒性试验

4.8.1 方法提要

将规定量的试样在标准量筒中放置固定时间，再按照一定要求测定倾倒后量筒中残余物的量和用水洗涤后量筒中残余物的量。

4.8.2 仪器

具标准磨口塞（B34）量筒：量筒高度 39 cm（量筒内底部至塞子底部），内径 5 cm，总容积的 80 % 处（靠近塞子）有刻度线。

电子天平：感量 0.1 g，载量 2 kg。

秒表。

4.8.3 测定步骤

4.8.3.1 倾倒后残余物的测定

称量具塞量筒的质量（精确至 0.1 g）。加入样品至量筒总容积的 80 % 刻度线处，盖上塞子，再称重（精确至 0.1 g）。室温下（具体温度可根据实际需要确定）静置 24 h 后，先将量筒由直立位置旋转 135°，倾倒 60 s，再倒置 60 s，重新称量具塞量筒的质量（精确至 0.1 g）。

试样的倾倒后残余物，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_3 ——倾倒后残余物，以 % 表示；

m_2 ——倾倒后残余物 + 具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——试样 + 具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）。

4.8.3.2 洗涤后残余物的测定

加入 20 °C 水至量筒总容积的 80 % 刻度线处，盖上塞子，颠倒量筒 10 次（颠倒量筒时，应保证每次以量筒中部为中心，使量筒从直立状态翻转 180° 倒置再回到原来状态的时间大约在 2 s，操作应平稳均匀地完成），然后采用与倾倒时同样的方法把水倒出，再盖上盖子称重（精确至 0.1 g）。

试样的洗涤后残余物，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$



式中：

- w_4 ——洗涤后残余物，以%表示；
- m_3 ——洗涤后残余物+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m_0 ——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m_1 ——试样+具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”规定的方法进行。按本标准 4.9 进行湿筛试验，其结果符合标准要求为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，多菌灵质量分数、pH 值、湿筛试验、悬浮率仍应符合标准要求。

4.13 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、标签和包装

多菌灵悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

多菌灵悬浮剂应用清洁、干燥的带外盖的塑料瓶包装，每瓶净含量 80 g、100 g、200 g、500 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

多菌灵悬浮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

多菌灵为低毒杀菌剂，对植物安全。使用本品时应穿戴防护用品，使用后应用肥皂和清水洗净。如发生中毒现象，应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，多菌灵悬浮剂的保证期从生产日期算起为 2 年。



附录 A
(资料性附录)

多菌灵、2,3-二氨基吩嗪、2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分多菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数

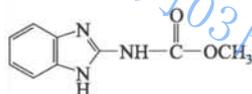
ISO 通用名称: carbendazim

CAS 登记号: 10605-21-7

CIPAC 数字代码: 263

化学名称: N-(2-苯并咪唑基) 氨基甲酸酯

结构式:



实验式: $C_9H_9N_3O_2$

相对分子质量: 191.2

生物活性: 杀菌

熔点 ($^{\circ}C$): 306

蒸气压 ($20^{\circ}C$, mPa): 0.09

溶解度 ($24^{\circ}C$, g/L): 水 0.008、乙醇 0.3、丙酮 0.3、三氯甲烷 0.1、乙酸乙酯 0.1、二氯甲烷 0.07、苯 0.04、环己烷 <0.01 、正己烷 0.0005; 溶于有机酸, 如乙酸, 并形成盐

稳定性: 热稳定性好, 化学性质较稳定, 在碱性溶液中缓慢分解

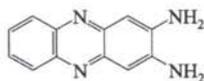
A.2 本产品杂质成分 2,3-二氨基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 2,3-diaminophenazine

CAS 登记号: 655-86-7

化学名称: 2,3-二氨基吩嗪

结构式:



实验式: $C_{12}H_{10}N_4$

相对分子质量: 210.23

A.3 本产品杂质成分 2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 2-amino-3-hydroxyphenazine

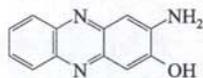
CAS 登记号: 4569-77-1

化学名称: 2-氨基-3-羟基吩嗪



HG/T 2858—2016

结构式：



实验式： $C_{12}H_9N_3O$

相对分子质量：211.22

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分



附录 B
(规范性附录)
悬浮剂的密度测定

B.1 方法提要

将悬浮剂用水稀释成 1:1 的水稀释液，在 20℃ 时用比重计测定稀释液的密度，然后通过计算得到悬浮剂的实际密度。

B.2 仪器

比重计：常用范围 1.000 g/mL~1.100 g/mL。

恒温箱：温度控制在 20℃±0.5℃。

烧杯：250 mL。

B.3 测定步骤

称取约 100 g (精确到 0.01 g) 蒸馏水于 250 mL 烧杯中，小心加入等质量的试样，使产生最小气泡。缓慢地将液体倒入另一个烧杯中，使其混合。重复此操作，直至获得均匀的悬浮液。将该稀释液转移到 250 mL 量筒中，静置 10 min~15 min 后，用吸管除去表面残余的气泡。放入恒温箱中，在 20℃ 下达到热平衡。将比重计轻轻插入悬浮液中，使其靠自身重量下沉。约 5 min 后达到平衡状态，记录密度值。

B.4 计算

悬浮液的密度以 ρ (g/mL, 20℃) 计，按公式 (B.1) 计算：

$$\rho = \frac{\rho_s}{2 - \rho_d} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ρ ——试样的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

ρ_d ——1:1 稀释液的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)。



企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分

企业标准信息公共服务平台
备案
2017年07月03日 11点48分

中华人民共和国

化工行业标准

多菌灵悬浮剂

HG/T 2858—2016

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1¼ 字数28.3千字

2016年5月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2187

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：18.00元

版权所有 违者必究

