

## 前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准在标准构成和编写格式上,遵循了GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》和HG/T 2467.5—1996《农药水悬浮剂产品标准编写规范》,在技术内容上等效采用了FAO标准。

本标准的附录A是标准的附录。

本标准由中华人民共和国国家石油和化学工业局提出。

本标准由沈阳化工研究院技术归口。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院、江苏省江阴利港精细化工厂。

本标准主要起草人:邢红、缪金凤、王晓军、王玉范。

# 中华人民共和国国家标准

GB 18171—2000

## 百菌清悬浮剂

Chlorothalonil aqueous suspension concentrates

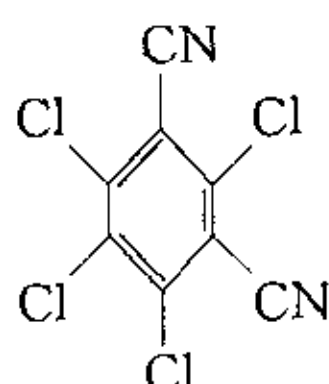
该产品有效成分百菌清的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Chlorothalonil

CIPAC 数字代号：288

化学名称：2,4,5,6-四氯-1,3-二氰基苯

结构式：



实验式： $C_6Cl_4N_2$

相对分子质量：265.91(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点： $250^{\circ}C \sim 251^{\circ}C$

沸点： $350^{\circ}C$

蒸气压( $40^{\circ}C$ )： $<1.33 \times 10^{-3} Pa$

溶解度(g/L,  $25^{\circ}C$ )：水中  $6 \times 10^{-4}$ ，二甲苯 80，丙酮 2，环己酮、二甲基甲酰胺 30，煤油  $\leq 10$

稳定性：在正常的贮存条件下稳定，对光照稳定，在弱酸、弱碱介质中稳定；在强碱介质中分解

### 1 范围

本标准规定了 40% 百菌清悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准 GB 9551 的百菌清原药、填料及适宜的助剂加工而成的 40% 百菌清悬浮剂。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1601—1993 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

GB 9551—1999 百菌清原药

GB/T 14825—1993 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

国家质量技术监督局 2000-07-31 批准

2001-03-01 实施

### 3 要求

3.1 外观:应是可流动、易测量体积的悬浮液体;存放过程中,可能出现沉淀,但经手摇动,应恢复原状;不应有结块。

3.2 40%百菌清悬浮剂应符合表1要求。

表1 百菌清悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
百菌清含量,%	≥	40.0	
六氯苯含量,%	≤	0.02	
pH 值范围		6.0~9.0	
倾倒性	倾倒后残余物,%	≤	5.0
	洗涤后残余物,%	≤	0.5
悬浮率,%	≥	90	
筛析(通过 44 μm 试验筛),%	≥	99	
持久泡沫量(放置 1 min),mL	≤	25	
低温稳定性		合格	
热贮稳定性		合格	
注			
1 六氯苯、倾倒性在原材料不变情况下,只做一次。			
2 正常情况下低温稳定性和热贮稳定性试验每三个月至少进行一次。			

### 4 试验方法

#### 4.1 抽样

按照 GB/T 1605—1979(1989)中“乳液和液体状态的采样”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 250 mL。

#### 4.2 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与百菌清含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一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。

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。

#### 4.3 百菌清含量的测定

##### 4.3.1 方法提要

试样用二甲苯溶解,以邻二苯基苯为内标物,使用 5%OV-17+1.1%OV-225/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱(或不锈钢柱)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。

##### 4.3.2 试剂和溶液

- 二甲苯:应不含有干扰分析的杂质;
- 百菌清标样:已知含量,≥99.0%;
- 内标物:邻二苯基苯,应不含有干扰分析的杂质;
- 固定液:硅酮 OV-17、硅酮 OV-225;
- 载体:Chromosorb W AW-DMCS,150 μm~180 μm;
- 内标溶液:称取 3.3 g 邻二苯基苯于 1 000 mL 容量瓶中,用二甲苯溶解并稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.3 仪器

- a) 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器 FID;  
 b) 色谱数据处理机;  
 c) 色谱柱:4 mm(*id*)×2 m 玻璃柱(或不锈钢柱);  
 d) 柱填充物:5%OV-17+1.1%OV-225 涂在 Chromosorb W AW-DMCS(150 μm~180 μm)上,  
 OV-17+OV-225+载体=5.0+1.1+93.9;

e) 微量注射器:10 μL。

#### 4.3.4 色谱柱的制备

##### 4.3.4.1 固定液的涂渍

称取 1.25 gOV-17 和 0.25 gOV-225 于 100 mL 烧杯中,加适量丙酮使其完全溶解。称取 23.5 g Chromosorb W AW-DMCS(150 μm~180 μm)倒入烧杯中,摇动使溶液正好浸没载体。将烧杯置于 50℃ 的水浴中使溶剂挥发后,将烧杯放在 110℃ 的烘箱中 1 h。

##### 4.3.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口,分次把制备好的填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直至填到离柱出口 1.5 cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡胶管接到真空泵上,开启真空泵,继续缓慢加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充得均匀紧密。填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以保持柱填充物不被移动。

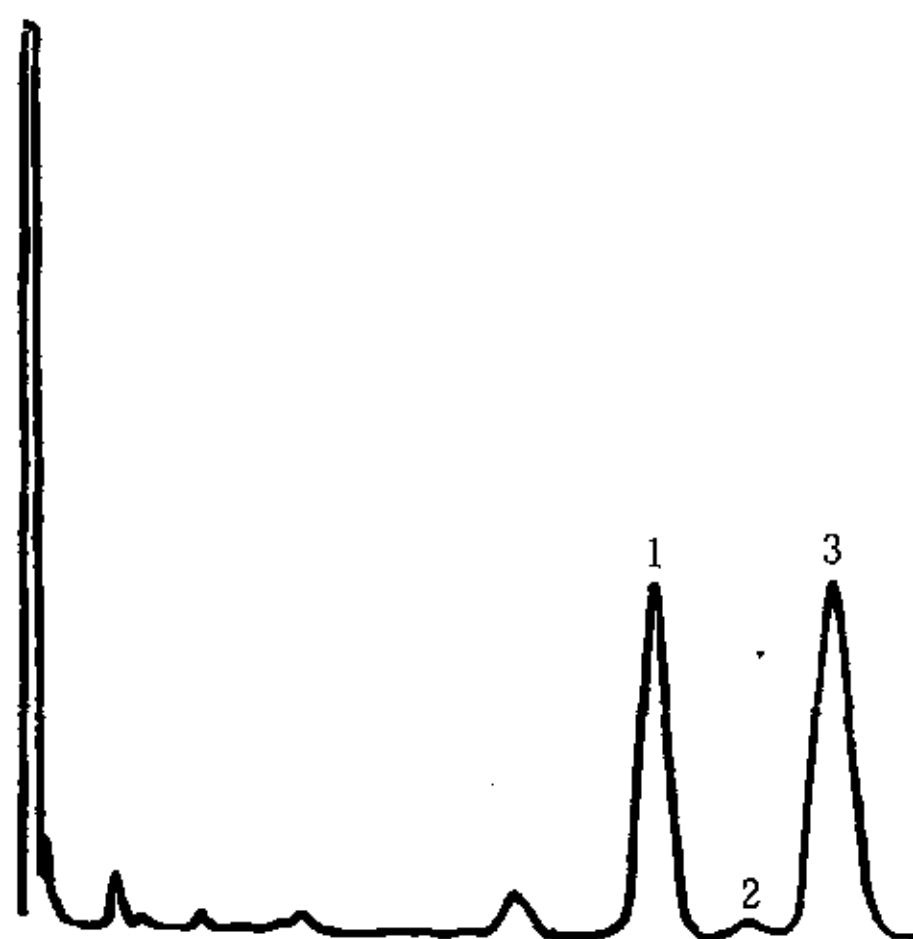
##### 4.3.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与汽化室相连,出口端暂不接检测器,以 20 mL/min 的流量通入载气(N<sub>2</sub>),分阶段升温至 240℃,并在此温度下,至少老化 48 h。然后将出口端连检测器。

##### 4.3.5 气相色谱操作条件

- a) 温度(℃):柱温 195,汽化室 280,检测器室 280;  
 b) 气体流量(mL/min):载气(N<sub>2</sub>)50,氢气 50,空气 600;  
 c) 进样量(μL):2.0;  
 d) 相对保留值(min):  
 1) 百菌清:1.30;  
 2) 四氯对苯二甲腈:1.16;  
 3) 邻二苯基苯:1.00。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的 40%百菌清悬浮剂气相色谱图见图 1。



1—邻二苯基苯;2—四氯对苯二甲腈;3—百菌清

图 1 百菌清悬浮剂气相色谱图

## 4.3.6 测定步骤

## 4.3.6.1 标样溶液的制备

称取百菌清标样 0.10 g(精确至 0.000 2 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管移入 10 mL 内标液,再加入适量二甲苯使百菌清标样溶解并稀释,摇匀。

## 4.3.6.2 试样溶液的制备

称取含百菌清 0.10 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,用与 4.3.6.1 中同一支移液管移入 10 mL 内标液,再加入适量二甲苯使百菌清标样溶解并稀释,摇匀。

## 4.3.6.3 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峰面积与内标峰面积之比相对变化小于 1.0%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。

## 4.3.7 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。用质量分数表示的百菌清含量  $X_1$ (%)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\gamma_2 m_1 P}{\gamma_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $\gamma_1$ ——标样溶液中百菌清与内标物峰面积的平均值;

$\gamma_2$ ——试样溶液中百菌清与内标物峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量, g;

$m_2$ ——试样的质量, g;

$P$ ——标样中百菌清的质量分数, %。

## 4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.8%,取算术平均值作为测定结果。

## 4.4 六氯苯含量的测定

## 4.4.1 高效液相色谱法(仲裁法)

## 4.4.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以甲醇为流动相,用 ODS(C 18)、5  $\mu\text{m}$  为填料不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中六氯苯进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

## 4.4.1.2 试剂和溶液

a) 甲醇:色谱纯;

b) 乙腈:色谱纯;

c) 流动相:甲醇经 0.45  $\mu\text{m}$  孔径的滤膜过滤,并在超声波浴槽中脱气 10 min 后于深色瓶中密封,低温保存;

d) 六氯苯标样:已知含量,  $\geq 99.0\%$ 。

## 4.4.1.3 仪器

a) 高效液相色谱仪:具有波长为 254 nm 的紫外检测器;

b) 色谱柱:150 mm  $\times$  4.6 mm(*id*)不锈钢柱,内装 ODS(C 18)填充物,粒径 5  $\mu\text{m}$ ;

c) 色谱数据处理机;

d) 进样器:50  $\mu\text{L}$ ;

e) 过滤器:滤膜孔径约为 0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 4.4.1.4 高效液相色谱操作条件

a) 流动相:甲醇;

b) 流量:1.5 mL/min;

c) 柱温:20  $^{\circ}\text{C}$  ~ 35  $^{\circ}\text{C}$  (温度变化应小于 2  $^{\circ}\text{C}$ );

- d) 检测波长:254 nm;  
 e) 进样体积:10  $\mu$ L;  
 f) 保留时间:六氯苯 7.4 min。

上述操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对色谱柱(采用 C 18 类液相色谱柱)和给定操作条件作适当调整,以期获得最佳效果。典型的 40%百菌清悬浮剂中六氯苯的高效液相色谱图见图 2。



图 2 百菌清悬浮剂中六氯苯高效液相色谱图

#### 4.4.1.5 测定步骤

##### a) 标样溶液的制备

称取六氯苯标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 洁净、干燥的容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 2 mL 于 50 mL 容量瓶中用乙腈稀释至刻度,摇匀。用 0.45  $\mu$ m 孔径滤膜过滤,密闭保存。

##### b) 试样溶液的制备

称取含百菌清 0.10 g(精确至 0.000 2 g)的试样,于 10 mL 洁净的容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,振摇 5 min,用 0.45  $\mu$ m 孔径滤膜过滤。

##### c) 测定

上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针的峰面积变化小于 1.5%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。

##### d) 计算

将测得的两次试样溶液及试样前后两次标样溶液中六氯苯的峰面积分别进行平均。

以质量分数表示的六氯苯的含量  $X_2$ (%)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_2 m_1 P}{625 \times A_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $A_1$ ——标样溶液中六氯苯峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中六氯苯峰面积的平均值;

- $m_1$ ——六氯苯标样的质量, g;  
 $m_2$ ——试样的质量, g;  
 $P$ ——标样中六氯苯的质量分数, %;  
 625——标样溶液与试样溶液稀释体积之比。

## e) 允许差

两次平行测定结果之相对偏差, 应不大于±20%。

## 4.4.2 毛细管气相色谱法

毛细管气相色谱法见附录 A(标准的附录)。

## 4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 4.6 倾倒性试验

## 4.6.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后, 按照规定程序进行倾倒, 测定滞留在容器内试样的量; 将容器用水洗涤后, 再测定容器内试样的量。

## 4.6.2 仪器

具磨口塞量筒: 500 mL±2 mL; 量筒高度 39 cm, 上、下刻度间距 25 cm(或相当的适用于测定倾倒的其他容器)。

## 4.6.3 试验步骤

混合好足量样品, 及时将其中的一部分置于已称量的量筒(包括塞子)中, 装到量筒体积的 8/10 处, 塞紧磨口塞, 称量, 放置 2 h。打开塞子, 将倒置量筒倾斜 45°, 倾倒 60 s, 再倒置 60 s。重新称量量筒和塞子。将相当于 80% 量筒体积的水(20℃)倒入量筒中, 塞紧磨口塞, 以量筒底部为中心, 将量筒颠倒 10 次后, 按上述操作倾倒内容物, 再次称量量筒和塞子。

## 4.6.4 计算

倾倒后的残余物  $X_{3-1}$ (%) 和洗涤后的残余物  $X_{3-2}$ (%) 分别按式(3-1)和式(3-2)计算:

$$X_{3-1}(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3-1)$$

$$X_{3-2}(\%) = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3-2)$$

式中:  $m_1$ ——量筒、磨口塞和试样的质量, g;

$m_2$ ——第一次倾倒后, 量筒、磨口塞和残余物的质量, g;

$m_3$ ——第二次倾倒(以水洗涤倾倒)后, 量筒、磨口塞和残余物的质量, g;

$m_0$ ——量筒、磨口塞恒重后的质量, g。

## 4.7 悬浮率的测定

## 4.7.1 操作步骤

按 GB/T 14825 进行。(称取 2.0 g 的试样, 精确至 0.000 2 g; 将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中, 用 15 mL 水洗涤量筒底部, 再用配制标样时用的同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液, 再加入 30 mL 二甲苯, 振摇 10 min, 静置后取有机相清液, 按 4.3.6 测定百菌清的质量, 计算其悬浮率。)

## 4.7.2 允许差

两次平行测定结果之差, 应不大于 5%; 取算术平均值作为测定结果。

## 4.8 筛析

按 GB/T 16150—1995 中的“湿筛法”进行。



#### 4.9 持久泡沫量的测定

##### 4.9.1 方法提要

规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

##### 4.9.2 试剂

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。

##### 4.9.3 仪器

具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0~250 mL 刻度线 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm~6 cm);

工业天平:感量 0.1 g,量程 500 g。

##### 4.9.4 测定步骤

将量筒加标准硬水至 180 mL 刻度线处,量筒置于天平上加入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加硬水至距量筒塞底部 9 cm 的刻度线上。盖上塞后,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2 s)。于试验台上静置 1 min,记录泡沫体积。

#### 4.10 低温稳定性试验

##### 4.10.1 方法提要

试样在 0℃ 保持 1 h,观察外观有无变化。继续在 0℃ 贮存 7 d,测试其物性指标。

##### 4.10.2 仪器

制冷器:0℃±1℃。

烧杯:100 mL。

##### 4.10.3 试验步骤

取 80 mL 试样置于 100 mL 烧杯中,在制冷器中冷却至 0℃±1℃,保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌 1 次,每次 15 s,观察外观有无变化。将烧杯放回制冷器,在 0℃±1℃ 继续放置 7 d。7 d 后,将烧杯取出,恢复至室温,按 4.7、4.8 完成悬浮率和筛析的测定。悬浮率和筛析符合标准要求为合格。

#### 4.11 热贮稳定性试验

##### 4.11.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴):54℃±2℃;

安瓿(或 54℃ 仍能密封的具塞玻璃瓶):50 mL;

医用注射器:50 mL。

##### 4.11.2 试验步骤

用注射器将约 30 mL 试样,注入洁净的安瓿中(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中致冷,用高温火焰封口。至少封 3 瓶,分别称量,将封好的安瓿置于金属容器内,再将金属容器放入 54℃±2℃ 恒温箱(恒温水浴)中,放置 14 d。取出将安瓿外面拭净后分别称重,质量未发生变化的试样,于 24 h 内,按 3.1、4.3、4.7、4.8 完成外观、有效含量、悬浮率和筛析的测定。若测定结果和外观符合本标准技术要求,则试样的热贮稳定性为合格。

#### 4.12 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定,极限数值处理,采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 百菌清悬浮剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 百菌清悬浮剂应用密封良好的塑料瓶包装,每瓶净质量为 100 g。外包装用瓦楞纸箱或钙塑箱,每箱净质量应不超过 10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 百菌清悬浮剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。



- 5.5 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。
- 5.6 安全:本品为低毒制剂,对眼睛和皮肤有刺激,使用本品应带防护手套、口罩、穿干净防护服。使用后,应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,应请医生采取抢救措施。
- 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,40%百菌清悬浮剂的保证期,从生产日期算起为2年。

## 附录 A

(标准的附录)

## 毛细管气相色谱法测定百菌清中六氯苯的含量

## A1 方法提要

试样用二甲苯溶解,使用涂以  $1.2 \mu\text{mSE-54}$  的  $30 \text{ m} \times 0.53 \text{ mm}(id)$  毛细柱和氢火焰离子化检测器对试样中的六氯苯分离和测定。

## A2 试剂和溶液

甲苯:不含有干扰分析的杂质;  
六氯苯标样:已知含量,  $\geq 99\%$ ;  
固定液:SE-54。

## A2.1 仪器

气相色谱仪:可使用毛细管色谱柱,具分流装置,氢焰离子化检测器和数据处理机;  
毛细管色谱柱: $30 \text{ m} \times 0.53 \text{ mm}(id)$  壁涂 SE-54,液膜厚度  $1.2 \mu\text{m}$ ;  
微量注射器: $5 \mu\text{L}$ 。

## A2.2 气相色谱仪操作条件

- 温度( $^{\circ}\text{C}$ ):检测室:300;汽化室:300;柱室:200。
- 气体(kPa):载气(高纯氮):40;空气:50;氢气:60。
- 分流比:70:1。
- 量程: $10^2$ 。
- 进样体积: $1 \mu\text{L}$ 。
- 保留时间(min):六氯苯:8.98;百菌清:12.58。

在上述气相色谱操作条件下试样的典型色谱图如图 A1。

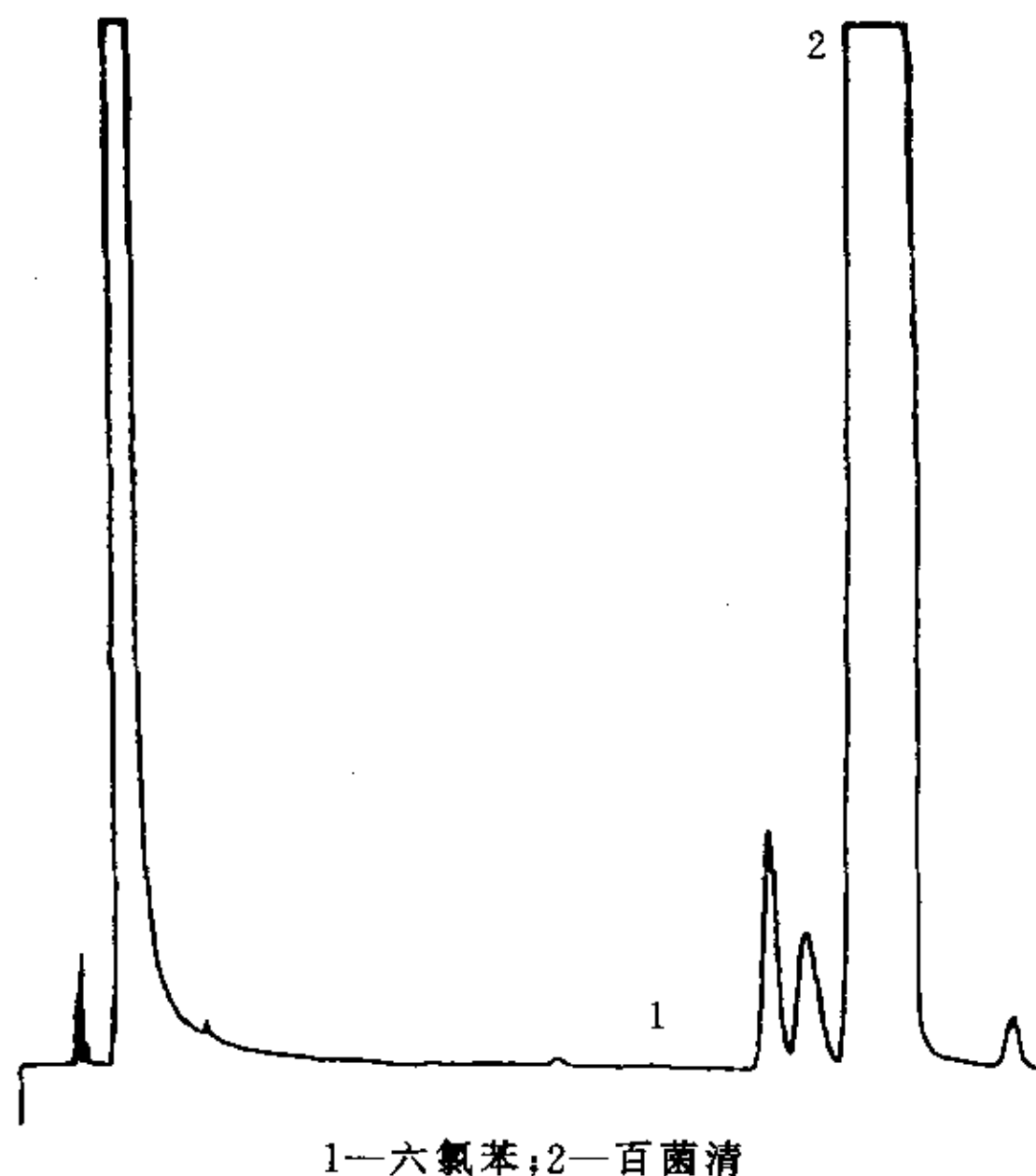


图 A1 百菌清试样中六氯苯的气相色谱图

上述气相色谱操作条件是典型的,可根据不同仪器的特点和自身条件的要求对给定的操作参数作

适当调整,以期获得最佳效果。

### A3 测定步骤

#### A3.1 溶液配制

##### A3.1.1 六氯苯标样溶液

准确称取 0.05 g(精确至 0.000 2 g)六氯苯标样于 250 mL 洁净干燥的容量瓶中,用甲苯溶解并稀释至刻度,摇匀。取 5 mL 该液于 100 mL 容量瓶中,用甲苯稀释至刻度,摇匀。

##### A3.1.2 试样溶液

准确称取 0.45 g 试样(精确至 0.000 2g)于 10 mL 容量瓶中,用甲苯溶解并稀释至刻度,摇匀。

#### A3.2 测定

在上述气相色谱操作条件下待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,至相邻两针的峰面积变化小于 1.5%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。

#### A3.3 计算

将测得的两次试样溶液及试样前后两次标样溶液中六氯苯的峰面积进行平均。六氯苯的质量分数  $X(\%)$ 按式(A1)计算:

$$X = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2 \times 500} \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $A_1$ ——标样溶液中六氯苯峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中六氯苯峰面积的平均值;

$m_1$ ——六氯苯标样的质量, g;

$m_2$ ——试样的质量, g;

$P$ ——标样中六氯苯的质量分数, %;

500——标样溶液与试样溶液稀释体积之比。

#### A3.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于±20%。