

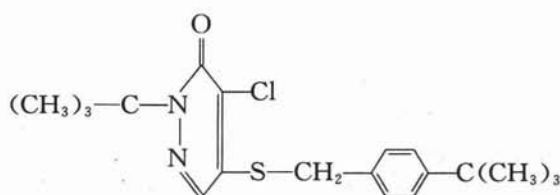
# 20 % 哒螨灵可湿性粉剂

该产品有效成分哒螨灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Pyridaben

化学名称：2-特丁基-5-(4-特丁基苄硫基)-4-氯-3(2H)-哒嗪酮

结构式：



实验式： $C_{19}H_{25}ClN_2OS$

相对分子质量：364.9(按 1991 年国际相对原子质量)；

生物活性：具有杀螨、杀虫性质；

熔点(℃)：111~112；

蒸气压(20℃)： $2.53 \times 10^{-4}$ Pa；

溶解度(g/L, 20℃)：丙酮 460, 玉米油 42, 乙醇 57, 二甲苯 390, 苯 110, 环己烷 320, 己烷 10, 正辛醇 63, 水  $1.2 \times 10^{-4}$ ；

稳定性：在 pH4~9 的水溶液和大多数有机溶剂中是稳定的, 50℃贮存 3 个月稳定, 正常贮存条件下至少两年是稳定的, 对光不稳定。

## 1 范围

本标准规定了 20% 哒螨灵可湿性粉剂的要求、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的哒螨灵原药、适宜的助剂和填料加工制成的 20% 哒螨灵可湿性粉剂。

## 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为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方都应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

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—88 商品农药采样方法

GB 3796—83 农药包装通则

GB/T 4946—85 气相色谱法术语

GB/T 5451—86 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 14825—93 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

### 3 要求

3.1 外观：组成均匀的疏松细粉，不应有团块。

3.2 20%哒螨灵可湿性粉剂应符合表1要求。

表1 20%哒螨灵可湿性粉剂控制项目指标

| 项 目                                 | 指 标     |
|-------------------------------------|---------|
| 哒螨灵含量, % $\geq$                     | 20.0    |
| pH 值范围                              | 5.0~9.0 |
| 悬浮率, % $\geq$                       | 75      |
| 润湿时间, s $\leq$                      | 90      |
| 细度(通过 44 $\mu\text{m}$ 筛), % $\geq$ | 95      |
| 加速贮存试验                              | 合格      |
| 注：加速贮存试验在正常情况下，每季度至少检验一次。           |         |

### 4 试验方法

#### 4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中“粉剂和可湿性粉剂采样方法”进行。用随机数表方法确定抽样的包装件；最终抽样量一般应不少于 250 g。

#### 4.2 鉴别试验

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑问时，至少要用另外一种方法进行鉴别。

4.2.1 气相色谱法——本鉴别试验可与哒螨灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液主(色谱)峰的保留时间与标样溶液哒螨灵色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

4.2.2 红外光谱法——试样经分离出的有效成分与标样的红外光谱图，应没有明显的差异。

#### 4.3 哒螨灵含量的测定

##### 4.3.1 气相色谱法

##### 4.3.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正辛酯(或癸二酸二正辛酯)为内标物，使用 5% OV-101 固定液/Chromosorb W-HP 为填充物的玻璃(或不锈钢)柱和 FID 检测器，对试样中的哒螨灵进行气相色谱分离和测定。

##### 4.3.1.2 试剂和溶液

丙酮；

哒螨灵标样：已知含量， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯(或癸二酸二正辛酯)，应不含有干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W-HP(144~177  $\mu\text{m}$ )(或性能相当的其他载体)；

内标溶液：称取 3.5 g 邻苯二甲酸二正辛酯(或癸二酸二正辛酯)于 200 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

##### 4.3.1.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：1 m×2 mm(id)玻璃(或不锈钢)柱；

柱填充物：OV-101 涂在 Chromosorb W-HP(144~177 μm)上，固定液：(固定液+载体)=5：100 (m/m)。

#### 4.3.1.4 色谱柱的制备

##### a) 固定液的涂渍

准确称取 OV-101 固定液 0.2 g 于 250 mL 烧杯中，加入适量(略大于载体体积)三氯甲烷使其完全溶解，倒入 3.8 g 载体，轻轻振荡，使之混合均匀并使溶剂挥发近干。再将烧杯于 110℃ 的烘箱中放置 1 h，取出放在干燥器中冷却至室温。

##### b) 色谱柱的填充

将一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过硅烷化处理的玻璃棉，通过橡皮管接到真空泵上，开启真空泵，继续缓缓加入填充物，并不断轻敲柱壁，使其填充的均匀紧密。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。

##### c) 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 250℃，并在此温度下，至少老化 48 h。

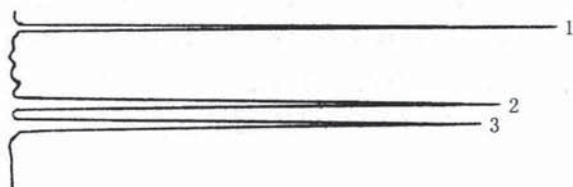
#### 4.3.1.5 气相色谱操作条件

温度：柱室 200℃，气化室 230℃，检测器室 260℃；

气体流量：载气(N<sub>2</sub>)19 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min；

保留时间：哒螨灵 11 min，内标物(邻苯二甲酸二正辛酯)13 min。

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。



1—溶剂；2—哒螨灵；3—内标物(邻苯二甲酸二正辛酯)

图 1 20%哒螨灵可湿性粉剂气相色谱图

#### 4.3.1.6 测定步骤

##### a) 标样溶液的配制

称取 0.1 g 哒螨灵标样(精确至 0.000 2 g)，置于 10 mL 容量瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

##### b) 试样溶液的配制

称取约含 0.1 g 哒螨灵的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 10 mL 容量瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀后离心，取上层清液进样分析。

##### c) 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，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于 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气相色谱分析。

## 4.3.1.7 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吡螨灵与内标物峰面积之比,分别进行平均。  
吡螨灵质量百分含量  $X_{1-1}$  按式(1)计算:

$$X_{1-1} = \frac{r_1 \cdot m_2 \cdot P}{r_2 \cdot m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $r_1$ ——试样溶液中,吡螨灵与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ ——标样溶液中,吡螨灵与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——试样的质量,g;

$m_2$ ——吡螨灵标样的质量,g;

$P$ ——标样中吡螨灵的质量百分含量。

也可按 GB/T 4946 中的规定,先求算校正因子  $f$ ,再计算试样中有效体含量,但进样顺序应保持不变。

## 4.3.1.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%。

## 4.3.2 高效液相色谱法(仲裁法)

## 4.3.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以联苯为内标物,乙腈+水为流动相,使用以  $10\ \mu\text{m}\ C_{18}$  为填料的液相色谱柱和紫外检测器对试样中的吡螨灵进行反相高效液谱分离和测定。

## 4.3.2.2 试剂和溶液

水:新蒸二次蒸馏水;

乙腈:色谱纯;

甲醇;

吡螨灵标样,已知含量,  $\geq 99.0\%$ ;

联苯:无干扰分析的杂质;

流动相:用量筒量取 700 mL 乙腈、300 mL 水于容器中混合,用 G5 玻璃砂芯漏斗过滤,并经超声波浴槽脱气 20 min,密封保存。

## 4.3.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机;

色谱柱:4.6 mm(id)  $\times$  250 mm 不锈钢柱,内装 Spherisorb  $C_{18}$ ,  $10\ \mu\text{m}$  填充物;

过滤器:滤膜孔径约  $0.5\ \mu\text{m}$ ;

微量进样器:50  $\mu\text{L}$ 。

## 4.3.2.4 液相色谱操作条件

流动相:乙腈+水=70+30(V/V);

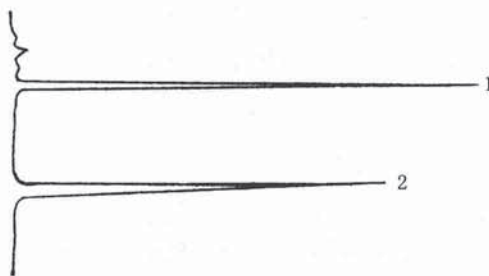
流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于  $2^\circ\text{C}$ );

检测波长:240 nm;

进样体积:20  $\mu\text{L}$ ;

保留时间:吡螨灵 11 min;联苯 4 min。



1—联苯；2—哒螨灵

图 2 20% 哒螨灵可湿性粉剂高效液相色谱图

上述液相色谱操作参数是典型的,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。

#### 4.3.2.5 测定步骤

##### a) 标样溶液的配制

称取哒螨灵标样 0.13 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,再称取联苯 0.05 g(精确至 0.000 2 g),用甲醇溶解并定容,摇匀。用移液管吸取 5 mL 该溶液于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。使用前用过滤器过滤。

##### b) 试样溶液的配制

称取含哒螨灵约 0.13 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,再称取联苯 0.05 g(精确至 0.000 2 g),用甲醇溶解并定容,摇匀。用移液管吸取 5 mL 该溶液于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。使用前用过滤器过滤。

##### c) 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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.0% 后,按照标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液的顺序进样分析。

#### 4.3.2.6 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峰面积之比分别进行平均。哒螨灵的质量百分含量  $X_{1-2}$  按式(1')计算:

$$X_{1-2} = \frac{r_1 \cdot m_2 \cdot m'_1 \cdot P}{r_2 \cdot m_1 \cdot m'_2} \quad \dots\dots\dots (1')$$

式中:  $r_1$ ——试样溶液中哒螨灵峰面积与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ ——标样溶液中哒螨灵峰面积与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——试样的质量, g;

$m_2$ ——标样的质量, g;

$m'_1$ ——试样溶液中联苯的质量, g;

$m'_2$ ——标样溶液中联苯的质量, g;

$P$ ——标样中哒螨灵的质量百分含量。

也可按 GB/T 4946 中的规定,先求算校正因子  $f$ ,再计算试样中有效体含量,但进样顺序应保持不变。

#### 4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%。

#### 4.4 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 4.5 悬浮率的测定

### 4.5.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制成适当浓度的悬浮液。在规定的条件下,于量筒中静置 30 min,测定底部十分之一悬浮液中有效成分含量,计算试样的悬浮率。

### 4.5.2 试剂

标准硬水:342 mg/L,按 GB/T 5451 中方法配制。

### 4.5.3 仪器

量筒:250 mL 具有磨口塞(250 mL 刻度线距底部为 21.5 cm,距塞子底部为 4~6 cm);

玻璃吸管:长约 40 cm;内径约为 5 mm,一端尖处有约 2~3 mm 的孔,管的另一端连接在相应的抽气源上。

恒温水浴:30℃±1℃;

秒表。

### 4.5.4 测定步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于盛有 50 mL 标准硬水(30℃±1℃)的 200 mL 烧杯中,用手摇荡作圆周运动,约 120 次/min,进行 2 min,然后用 30℃±1℃的标准硬水将其全部洗入 250 mL 量筒中,并稀释至刻度,盖上塞子,以量筒底部为轴心,将量筒在 1 min 上下颠倒 30 次(将量筒倒置并恢复至原位为一次,约 2 s)。打开塞子,再垂直放入无振动的恒温水浴中,放置 30 min。用吸管在 10~15 s 内将内容物的 9/10(即 225 mL)悬浮液移出,不要摇动或搅起量筒内的沉降物,确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。把量筒中剩余的全部物质都转移到 100 mL 烧杯中,放到 100℃±2℃的烘箱中烘干,用移液管加入 5 mL 内标溶液,振摇 3 min,离心分离后,滤出清液,按 4.3 测定其含量。

### 4.5.5 计算

试样悬浮率  $X_2(\%)$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{10}{9} \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 = 111.1 \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m_1$ ——配制悬浮液所取样品中吡螨灵的质量, g;

$m_2$ ——量筒中剩余 1/10 悬浮液和沉淀物中吡螨灵的质量, g。

## 4.6 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

## 4.7 细度的测定

按 GB/T 16150 中的湿筛方法进行。

## 4.8 加速贮存试验

### 4.8.1 方法提要

通过加压热贮试验,使产品加速老化,预测常温贮存产品性能的变化。

### 4.8.2 仪器

烧杯:250 mL,内径 6~6.5 cm;

圆盘:直径大小应与烧杯配套,恰好产生 2.45 kPa 的平均压力;

烘箱:54℃±2℃。

### 4.8.3 试验步骤

将 20 g 试样放入烧杯,不加任何压力,使其铺成等厚度的平滑均匀层。将圆盘压在试样上面,置烧杯于烘箱中,在 54℃±2℃下,贮存 14 d。取出烧杯,拿出圆盘,放入干燥器中,使试样冷至室温。在 24 h 内,完成对有效成分含量的测定。测得的吡螨灵有效成分含量应不低于热贮前有效成分含量的 95%。

## 4.9 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的有关规定。极限数值处理采用 GB/T 1250 中修约值比较法。

## 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 20%哒螨灵可湿性粉剂的包装及其标志应符合 GB 3796 中的有关规定,并应有生产许可证号和商标。

5.2 20%哒螨灵可湿性粉剂采用铝箔袋包装,彩印标志,每袋净重不大于 200 g。紧密排列于钙塑箱中,每箱净重不大于 10 kg。

5.3 根据用户要求或定货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 中的有关规定。

5.4 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:哒螨灵是一种中等毒性的杀螨、杀虫剂,对人体有害。使用本品应带防护手套,防毒面具,穿干净的防护服。施药后,应立即用肥皂和水洗净。如误服应清洗口部及诱吐,如溅入眼内,应用大量清水冲洗至少 15 min。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,20%哒螨灵可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起,为两年。在保证期内,悬浮率应不低于 50%,哒螨灵含量应符合标准要求。

---