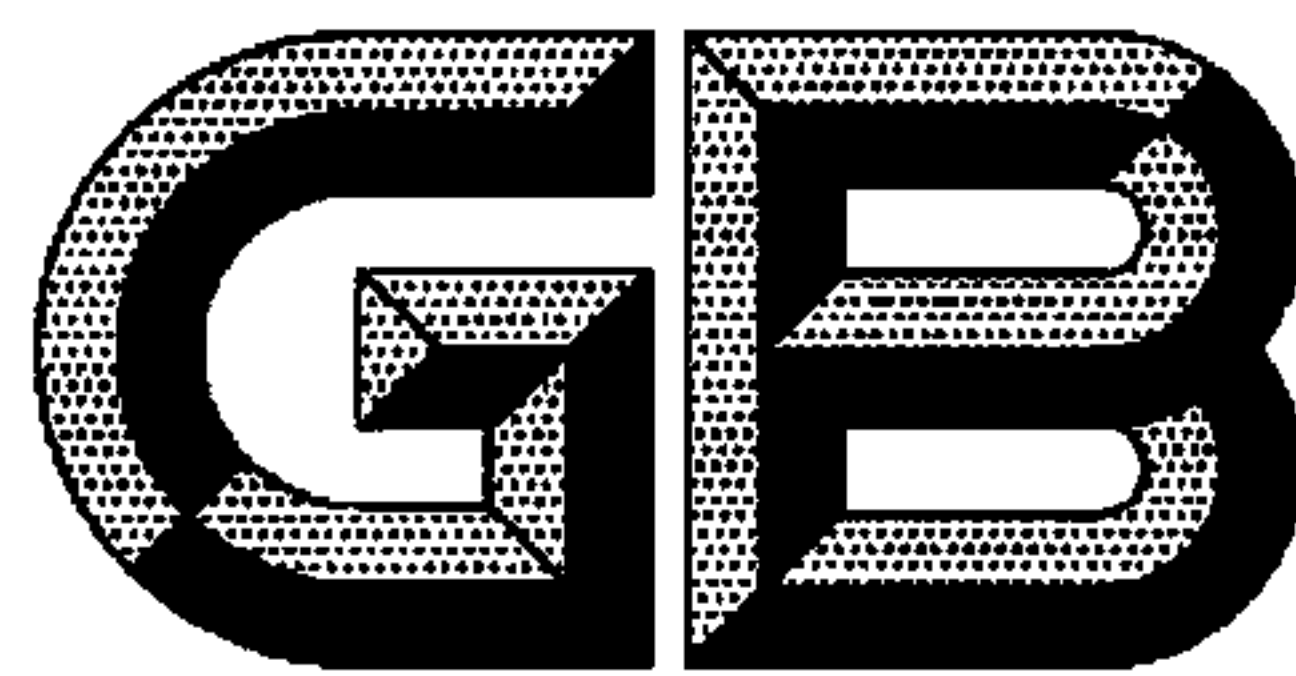




中华人民共和国国家标准

GB 22602—2008

戊唑醇原药

Tebuconazole technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准与FAO规格494/TC/S/F(2000)《Tebuconazole Technical》的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准参加起草单位:江苏丰登农药有限公司、山东华阳科技股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、李秀杰、耿荣伟、宋东升、胡春红。

戊 唑 醇 原 药

该产品有效成分戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

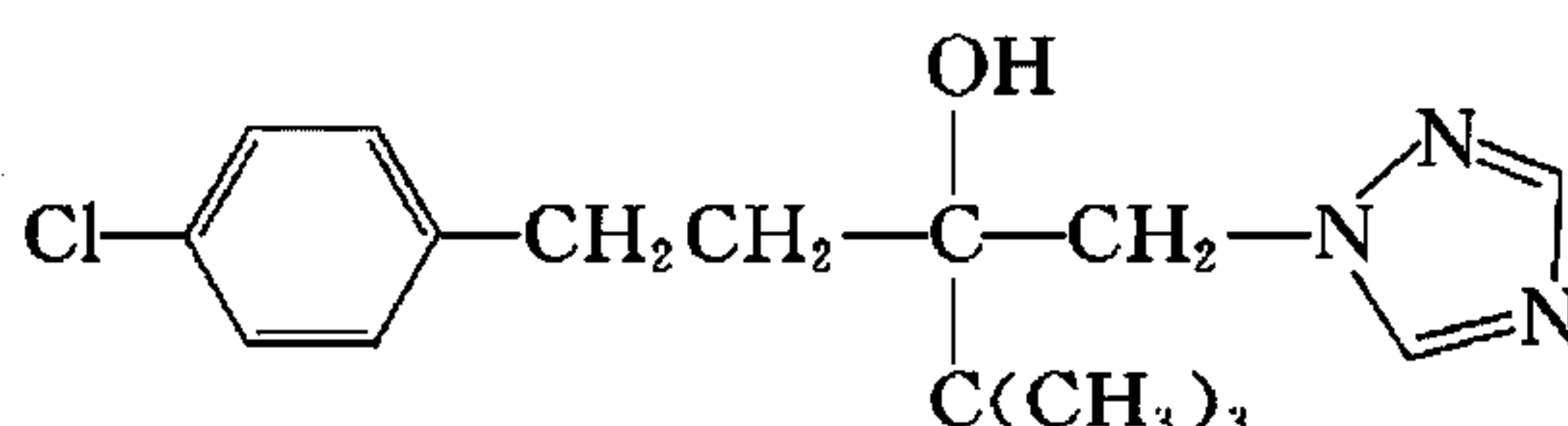
ISO 通用名称：Tebuconazole

CAS 登录号：107534-96-3

CIPAC 数字代码：494

化学名称：(RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊-3-醇

结构式：



实验式： $C_{16}H_{22}ClN_3O$

相对分子质量：307.8(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点：约 102.4 °C

蒸气压(20 °C)：0.013 mPa

溶解度(20 °C)：水中 32 mg/L；二氯甲烷大于 200 g/L；己烷小于 0.1 g/L；异丙醇、甲苯中 50 g/L～100 g/L

稳定性：在 pH 值为 4～9，22 °C 水解 DT_{50} 大于 1 年。

1 范围

本标准规定了戊唑醇原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由戊唑醇和生产中产生的杂质组成的戊唑醇原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至浅黄色粉末。

3.2 戊唑醇原药应符合表 1 要求。

表 1 戊唑醇原药质量控制项目指标

项 目	指 标
戊唑醇质量分数/% ≥	96.0
丙酮不溶物质量分数*/% ≤	0.2
水分质量分数/% ≤	0.5
pH 值范围	6.0~9.0
a 正常生产时,丙酮不溶物质量分数每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 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。

4.2 鉴别试验

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。标样红外光谱图见图 1。

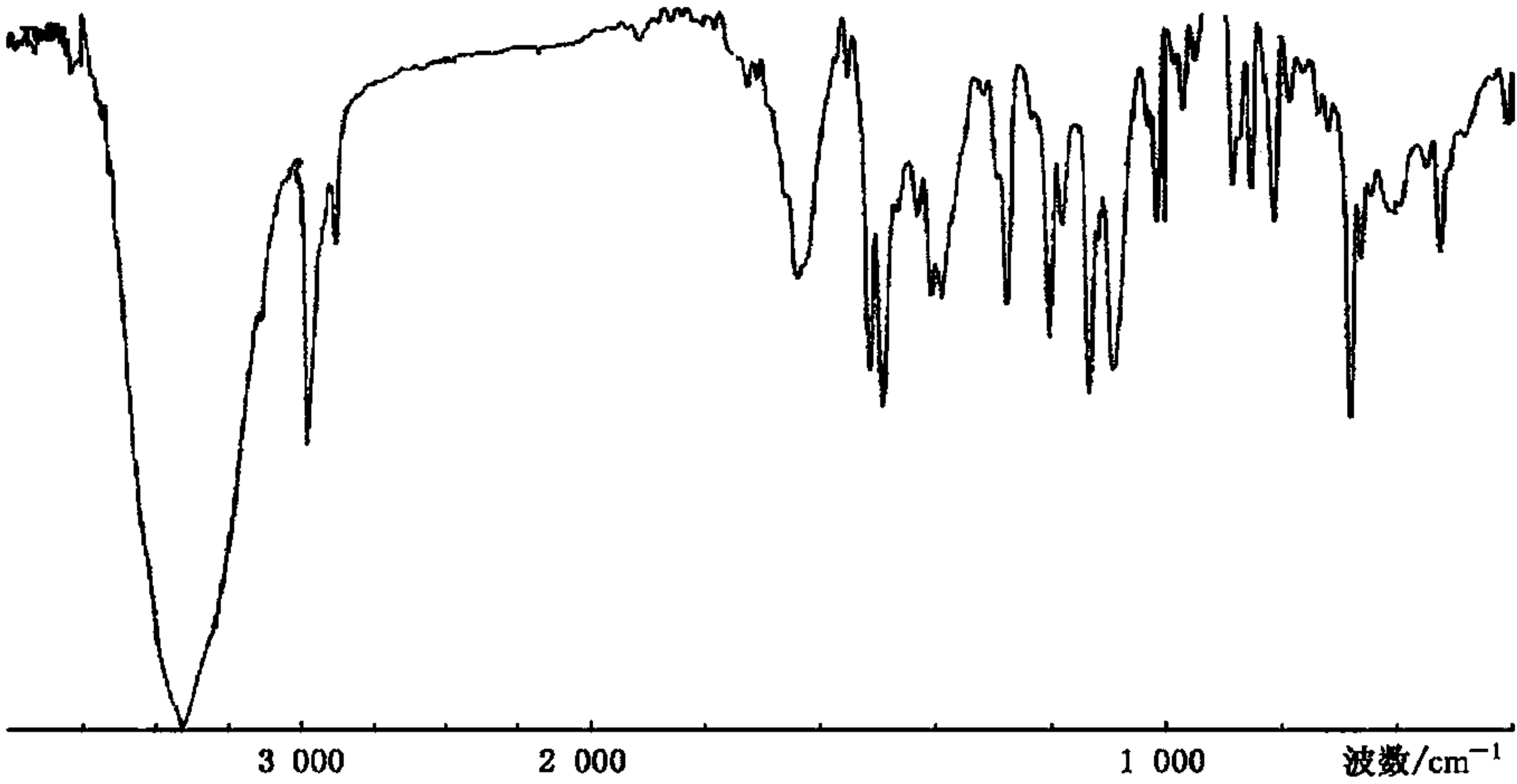


图 1 戊唑醇标准红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与戊唑醇质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中戊唑醇的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 戊唑醇质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+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(220 nm),对试样中的戊唑醇进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

- 甲醇;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 戊唑醇标样:已知戊唑醇质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 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。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi(\text{CH}_3\text{OH}:\text{H}_2\text{O})=65:35$ ；

流速：1.0 mL/min；

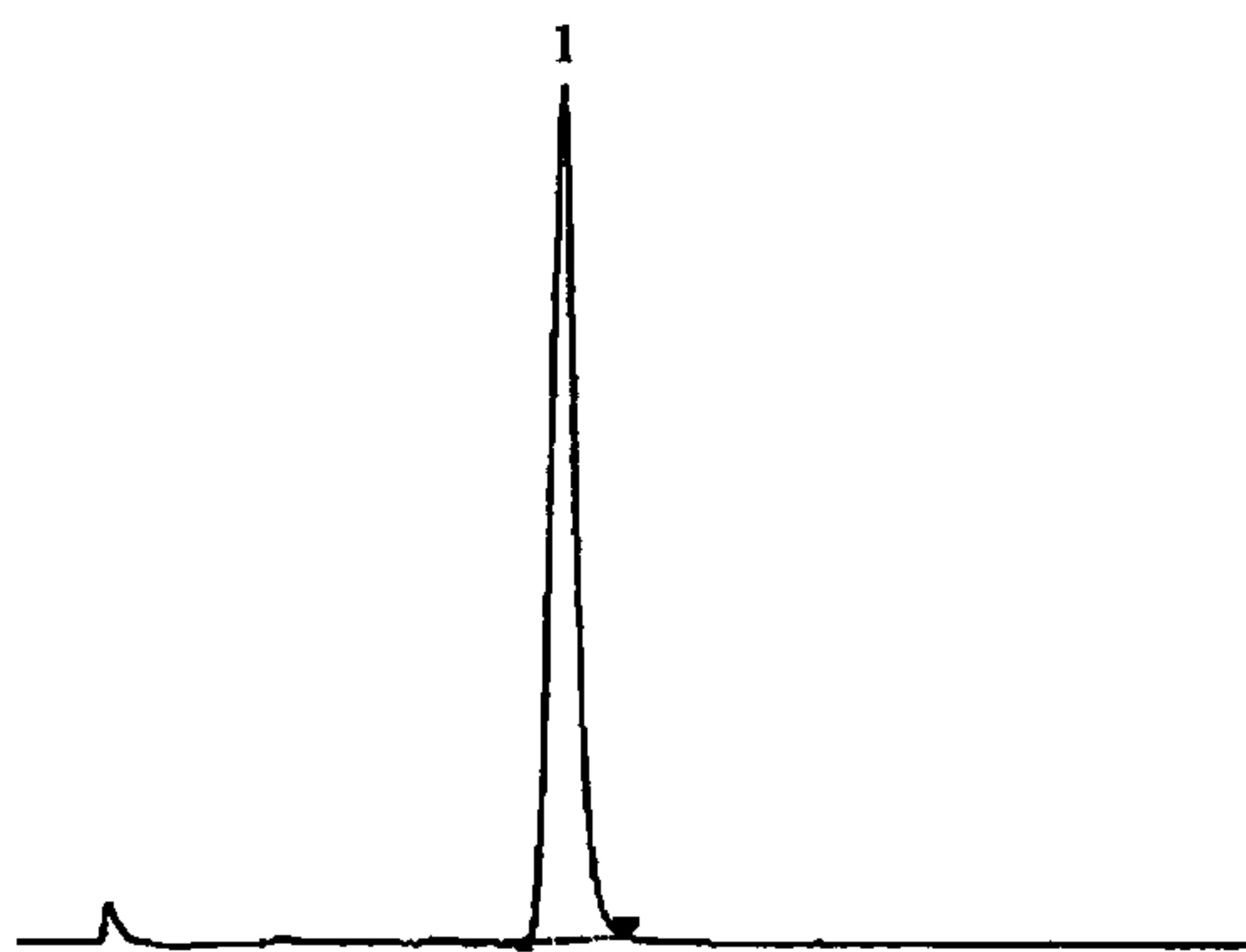
柱温：室温(温差变化应不大于 2 ℃)；

检测波长：220 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：戊唑醇约 7.0 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。典型的戊唑醇原药高效液相色谱图见图 2。



1——戊唑醇。

图 2 戊唑醇原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 戊唑醇标样(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。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含戊唑醇 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。

4.3.1.5.3 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，直至相邻两针戊唑醇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。

4.3.1.5.4 计算

试样中戊唑醇的质量分数 $w_1(\%)$ ，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:

A_1 ——标样溶液中,戊唑醇峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,戊唑醇峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——戊唑醇标样的质量分数,以%表示。

4.3.1.6 允许差

戊唑醇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。

4.3.2 毛细管气相色谱法

4.3.2.1 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 HP-5(5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的戊唑醇进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

戊唑醇标样: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 2.0 g 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。

4.3.2.3 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 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm ;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 220,气化室 260,检测室 280;

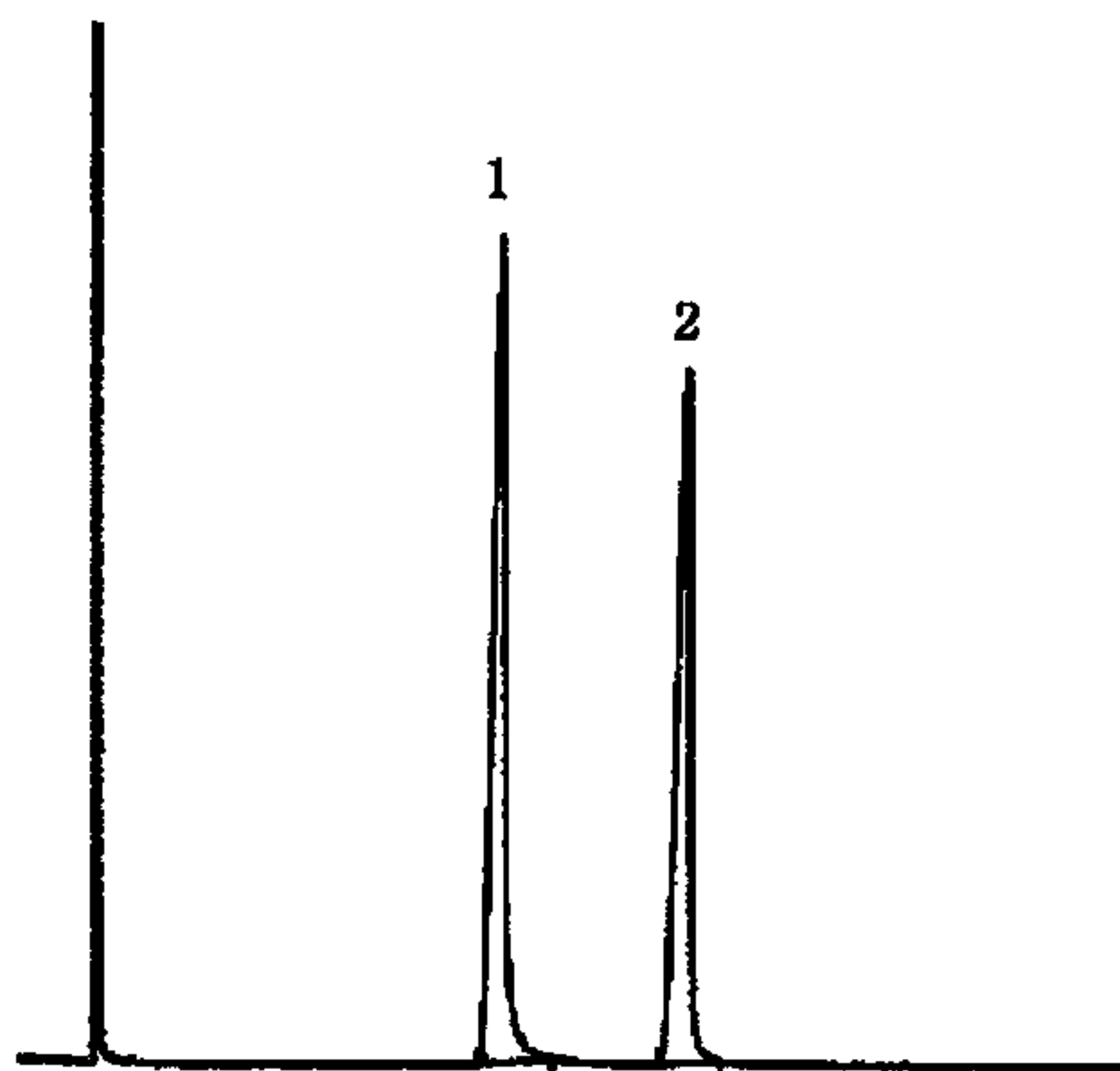
气体流量(mL/min):载气(N_2)1.8,氢气 40,空气 400,补偿气 25;

分流比:40:1;

进样体积:1.0 μL ;

保留时间:戊唑醇约 7.5 min,内标物约 10.4 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。典型的戊唑醇原药与内标物的气相色谱图见图 3。



1——戊唑醇;

2——内标物。

图 3 戊唑醇原药与内标物的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取戊唑醇标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取含戊唑醇 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 4.3.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.3 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,直至相邻两针戊唑醇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。

4.3.2.5.4 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戊唑醇与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中戊唑醇质量分数 w_1' (%)按式(2)计算:

$$w_1' = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中戊唑醇的质量分数,以%表示。

4.3.2.6 允许差

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。

4.4 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收,应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 戊唑醇原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 戊唑醇原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装,每袋、每桶(袋)净含量一般为 20 kg、25 kg 或 50 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

5.3 戊唑醇原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全:本品属低毒杀菌剂。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。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6 验收期:戊唑醇原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。