

ICS 65. 100. 30
G 25
备案号:38697—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4460—2012

苯醚甲环唑原药

Difenoconazole technical material

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:杭州宇龙化工有限公司、江苏耘农化工有限公司、利民化工股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、利尔化学股份有限公司、山东潍坊双星农药有限公司、山东东泰农化有限公司、浙江博仕达作物科技有限公司、江苏丰登农药有限公司、浙江禾本科技有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、邢红、李东、徐黎婷、李泽方、王信然、胡春红、刘惠华、李云、陈震、李辉、耿荣伟、廖文斌。

苯醚甲环唑原药

1 范围

本标准规定了苯醚甲环唑原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于由苯醚甲环唑及其生产中产生的杂质组成的苯醚甲环唑原药。

注：苯醚甲环唑的其他名称、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，仅所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 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 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

浅黄色至类白色固体粉末。

3.2 技术指标

苯醚甲环唑原药还应符合表 1 要求。

表 1 苯醚甲环唑原药控制项目指标

项 目	指 标
苯醚甲环唑质量分数/%	≥ 95.0
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.2
pH 值范围	5.0~8.0
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 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“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。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与苯醚甲环唑标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。苯醚甲环唑标样红外光谱图见图 1。

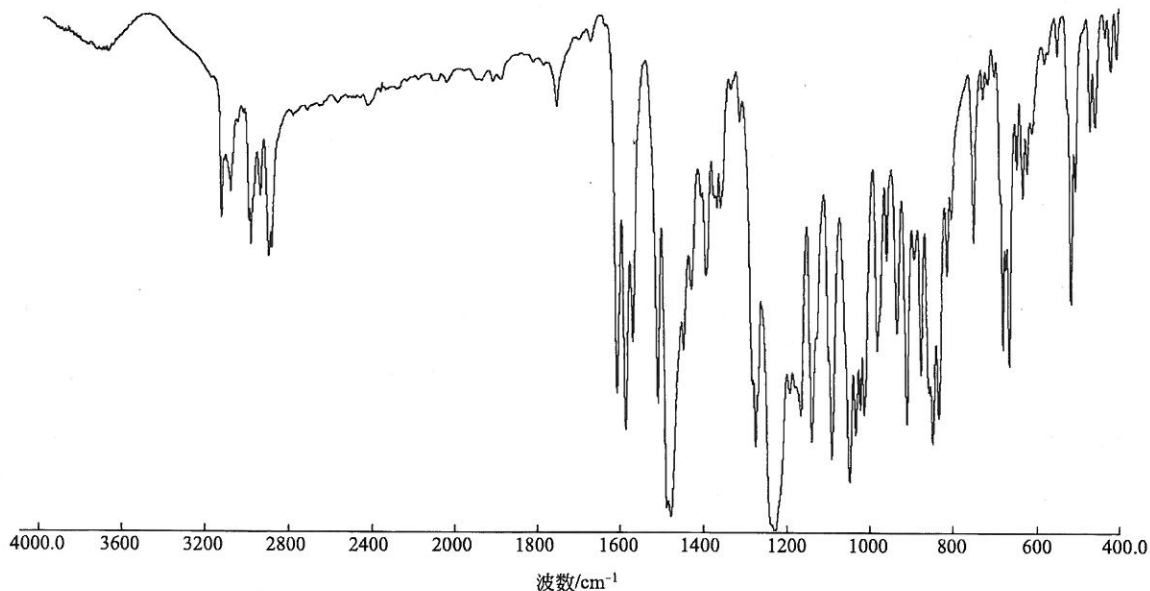


图 1 苯醚甲环唑标样的红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与苯醚甲环唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中两个主色谱峰的保留时间与标样溶液中反式苯醚甲环唑与顺式苯醚甲环唑的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 苯醚甲环唑质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样经正己烷+异丙醇溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 236 nm 下，对试样中的苯醚甲环唑进行正相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

正己烷；

异丙醇；

苯醚甲环唑标样：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×4.6 mm(i.d.) 不锈钢柱，内装硅胶、5 μm 填充物（或具等同效果的色谱柱）；

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： $\varphi(\text{正己烷}) : \varphi(\text{异丙醇}) = 90 : 10$ ，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.5 mL/min；

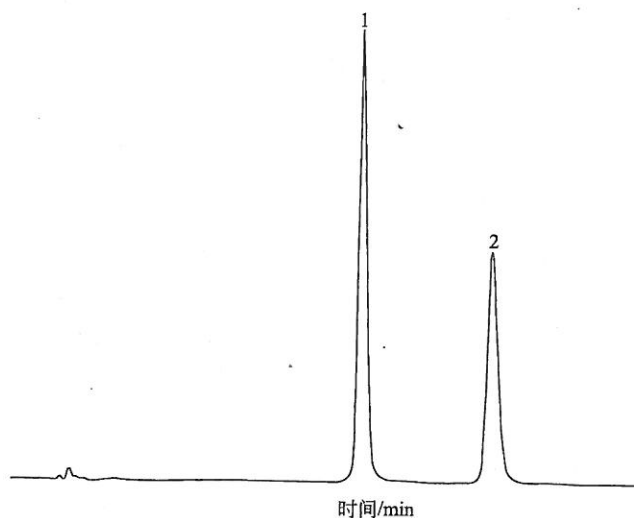
柱温：30℃；

检测波长：236 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：反式苯醚甲环唑约 8.9 min，顺式苯醚甲环唑约 11.8 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。
典型的苯醚甲环唑原药高效液相色谱图见图 2。



1——反式苯醚甲环唑；

2——顺式苯醚甲环唑。

图 2 苯醚甲环唑原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)苯醚甲环唑标样于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 异丙醇振摇使试样溶解后，用正己烷定容至刻度，超声波振荡 5 min，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，用正己烷稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.2 g(精确至 0.000 1 g)苯醚甲环唑的试样于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 异丙醇振摇使试样溶解后，用正己烷定容至刻度，超声波振荡 5 min，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，用正己烷稀释至刻度，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，直至相邻两针苯醚甲环唑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苯醚甲环唑峰面积分别进行平均。试样中苯醚甲环唑的质量分数按式(1)计算：

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

式中：

w_1 ——试样中苯醚甲环唑的质量分数,以%表示;

A_2 ——两针试样溶液中,反式苯醚甲环唑与顺式苯醚甲环唑峰面积之和的平均值;

m_1 ——苯醚甲环唑标样的质量,单位为克(g);

w ——苯醚甲环唑标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——两针标样溶液中,反式苯醚甲环唑与顺式苯醚甲环唑峰面积之和的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.6 允许差

苯醚甲环唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分

按GB/T 1600中“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.8 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、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

苯醚甲环唑原药的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。苯醚甲环唑原药用衬塑编织袋或纸板桶装,每袋(桶)净含量一般为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,但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

苯醚甲环唑原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、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

本品属低毒杀菌剂。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。

5.4 验收期

苯醚甲环唑原药的验收期为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。

附录 A
(资料性附录)

苯醚甲环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

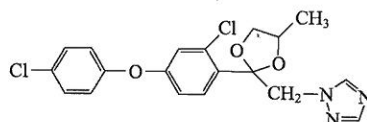
本产品有效成分苯醚甲环唑(反式苯醚甲环唑与顺式苯醚甲环唑比例为 0.7~1.5)的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称:difenoconazole

CAS 登录号:119446-68-3

化学名称:(顺反)3-氯-4-[4-甲基-2-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基甲基)-1,3-二噁戊烷-2-基]苯基-4-氯苯基醚

结构式:



实验式: $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$

相对分子质量:406.3

生物活性:杀菌

熔点:78.6 °C

溶解度(25 °C):水 15 mg/L,乙醇 330 g/L,丙酮 610 g/L,甲苯 490 g/L,正己烷 3.4 g/L,正辛醇 95 g/L

稳定性:150 °C 以下稳定,水解稳定性好

中华人民共和国

化工行业标准

苯醚甲环唑原药

HG/T 4460—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1537

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:10.00元

版权所有 违者必究