

中华人民共和国国家标准

GB 22175—2008

烯唑醇原药

Diniconazole technical

2008-07-11 发布

2009-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

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(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:江苏建农农药化工有限公司、江苏剑牌农药化工有限公司、江苏盐城利民农化有限公司。

本标准主要起草人:单炜力、李友顺、吴进龙、段丽芳、周建华、许祥生、韦鸿胜。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

烯 唑 醇 原 药

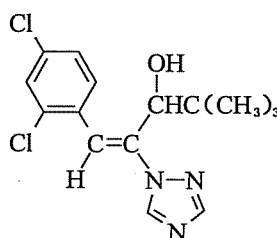
该产品有效成分烯唑醇的其他名称、结构式和基本理化参数如下：

ISO 通用名称：diniconazole

CIPAC 数字代号：690

化学名称：(E)-(RS)-1-(2,4-二氯苯基)-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)-4,4-二甲基戊-1-烯-3-醇

结构式：



实验式： $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O$

相对分子质量：326.2(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点：134 °C~156 °C

相对密度：1.32 g/cm³(20 °C)

蒸气压：2.93 mPa(20 °C)、4.9 mPa(25 °C)

溶解度：水 4 mg/L(20 °C)、丙酮 95 g/kg(25 °C)、甲醇 95 g/kg(25 °C)、二甲苯 14 g/kg(25 °C)、己烷 0.7 g/kg(25 °C)

稳定性：对光、热、潮湿稳定。

1 范围

本标准规定了烯唑醇原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由烯唑醇及其生产过程中产生的杂质组成的烯唑醇原药。

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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 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：灰白色至白色粉末，无可见外来杂质。

3.2 烯唑醇原药应符合表 1 要求。

表 1 烯唑醇原药控制项目指标

项 目	指 标
烯唑醇质量分数/%	≥ 95.0
pH 值范围	5.0~8.0
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物的质量分数 ^a /%	≤ 0.5
^a 在正常生产情况下,丙酮不溶物的质量分数每 3 个月至少检验 1 次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605“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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与烯唑醇含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一个色谱峰的保留时间与标样溶液中烯唑醇色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异(见图 1)

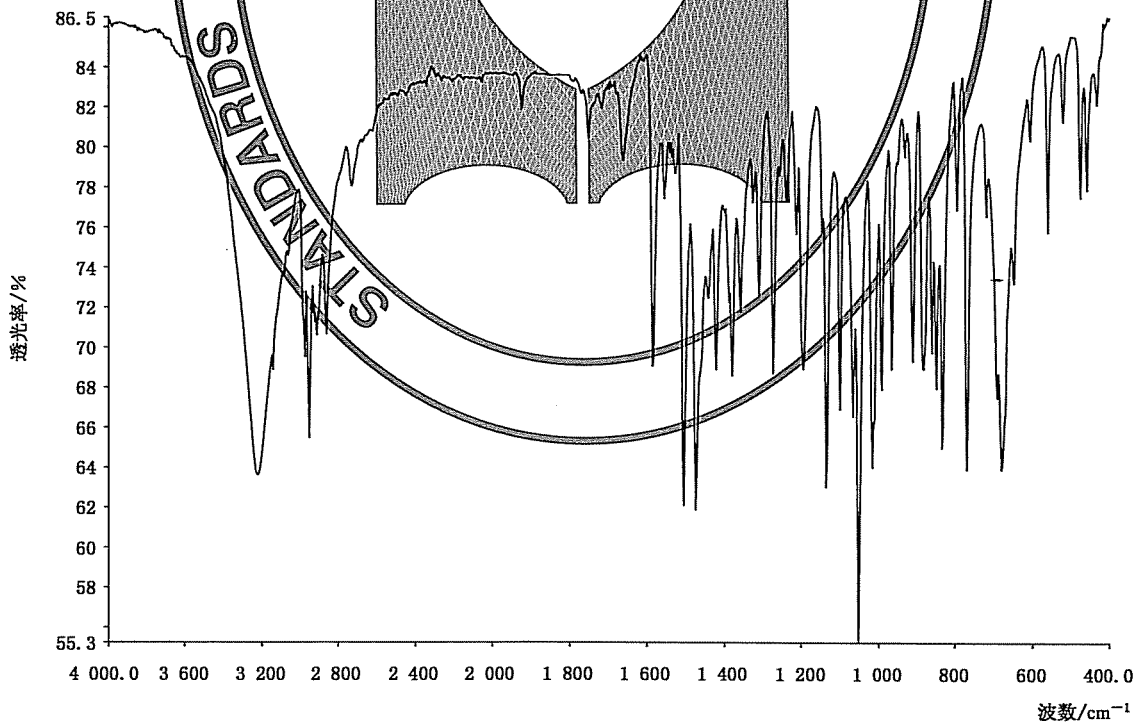


图 1 烯唑醇标样的红外光谱图

4.3 烯唑醇质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(250 nm),以外标法对试样中的烯唑醇进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

烯唑醇标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;

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 ZORBAX SB-C₁₈ 5 μ m 填充物(或其他同等效果色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L;

超声波清洗器

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水)=85:15,经滤膜过滤,并进行脱气;

流动相流量:1.20 mL/min;

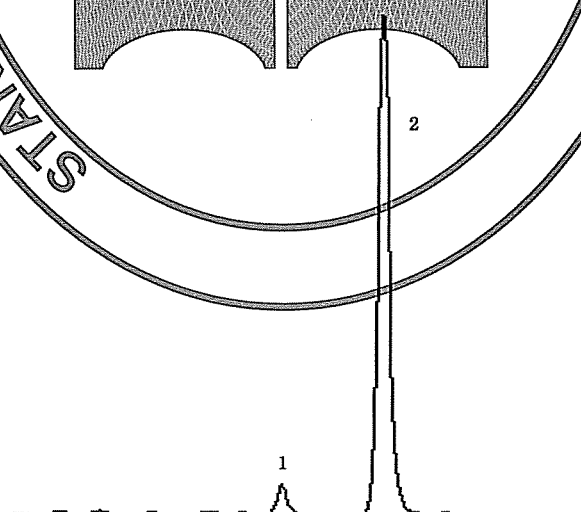
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:250 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:烯唑醇约 5.6 min,烯唑醇异构体约 4.5 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的烯唑醇原药高效液相色谱图见图 2。



1——烯唑醇异构体;

2——烯唑醇。

图 2 烯唑醇原药高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液配制

称取烯唑醇标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液配制

称取含烯唑醇 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,待相邻两针的烯唑醇峰面积相对变化小于 1.5%后,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中烯唑醇峰面积分别进行平均。试样中烯唑醇的质量分数 $w_1(\%)$ 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 ——前后两针标样溶液中烯唑醇峰面积的平均值;

A_2 ——前后两针试样溶液中烯唑醇峰面积的平均值;

m_1 ——烯唑醇标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中烯唑醇的质量分数,以%表示。

4.3.7 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 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物的质量分数的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 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 GB/T 1250 修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 烯唑醇原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的有关规定。

5.2 烯唑醇原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每袋净含量为 25 kg。也可以根据用户要求或定货协议,采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 中的有关规定。

5.3 包装件应存放在通风、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:烯唑醇属低毒杀菌剂,对皮肤、眼有刺激症状。使用本品应带防护手套。皮肤接触后,应立即用肥皂和水洗净;如溅入眼睛中,应用大量的清水冲洗;如经口摄入要催吐并送医院对症治疗。
- 5.6 验收期:烯唑醇原药验收期为1个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烯 唑 醇 原 药
GB 22175—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

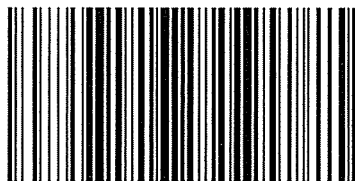
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008 年 10 月第一版 2008 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-34091 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 22175—2008