

# 中华人民共和国国家标准

GB 22604—2008

---

## 戊唑醇水乳剂

Tebuconazole emulsion, oil in water

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/FW/S/F(2000)《Tebuconazole emulsion,oil in water》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:深圳诺普信农化股份有限公司、山东华阳科技股份有限公司、江苏龙灯化学有限公司、青岛凯源祥化工有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、李秀杰、李欧燕、宋东升、冯秀珍、李学臣。

## 戊唑醇水乳剂

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：

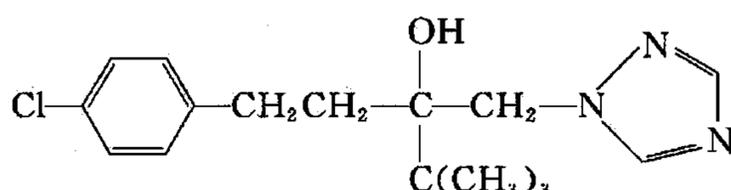
ISO 通用名称：Tebuconazole

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水乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于戊唑醇原药与适宜的助剂配制而成的戊唑醇水乳剂。

### 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 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

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 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

### 3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的戊唑醇原药与适宜的助剂配制而成，应为稳定的液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应是均匀的。

3.2 戊唑醇水乳剂应符合表 1 要求。

表 1 戊唑醇水乳剂质量控制项目指标

项 目		指 标	
		250 g/L	12.5%
戊唑醇质量分数 <sup>a</sup> / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)		25.0 <sup>+1.5</sup> <sub>-1.5</sub> 250 <sup>+15</sup> <sub>-15</sub>	12.5 <sup>+0.6</sup> <sub>-0.6</sub>
pH 值范围		4.5~8.0	
倾倒性	倾倒后残余物/ % ≤	3.0	
	洗涤后残余物/ % ≤	0.5	
乳液稳定性(稀释 200 倍)		合格	
持久泡沫量(放置 1 min)/mL ≤		25	
热贮稳定性试验 <sup>b</sup>		合格	
低温稳定性试验 <sup>b</sup>		合格	
<sup>a</sup> 当质量发生争议时,以质量分数为仲裁。 <sup>b</sup> 正常生产时,热贮稳定性试验、低温稳定性试验每 3 个月至少测定一次。			

#### 4 试验方法

##### 4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”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

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(质量浓度)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 C<sub>18</sub> 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;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C<sub>18</sub> 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： $\psi(\text{CH}_3\text{OH} : \text{H}_2\text{O}) = 65 : 35$ ；

流速：1.0 mL/min；

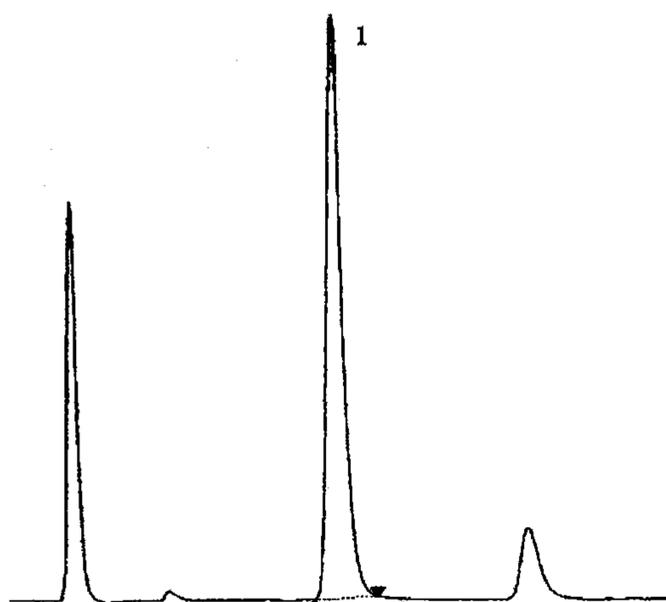
柱温：室温（温差变化应不大于 2 ℃）；

检测波长：220 nm；

进样体积：5  $\mu\text{L}$ ；

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。典型的戊唑醇水乳剂高效液相色谱图见图 1。



1——戊唑醇。

图 1 戊唑醇水乳剂的高效液相色谱图

#### 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

将测得的两针试样溶液以及前后两针标样溶液中戊唑醇峰面积分别进行平均。试样中戊唑醇的质量分数  $w_1$ （%），按式(1)计算，质量浓度  $\rho_1$  按式(2)计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w \cdot \rho}{A_1 \cdot m_2} \times 10 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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);

$\rho$ ——20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);

$w$ ——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 0.5%,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,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,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  $w \geq 99.0\%$ ;

邻苯二甲酸二环己酯:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 2.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯,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  $\mu\text{m}$ ;

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(℃):柱室 220,气化室 260,检测室 280;

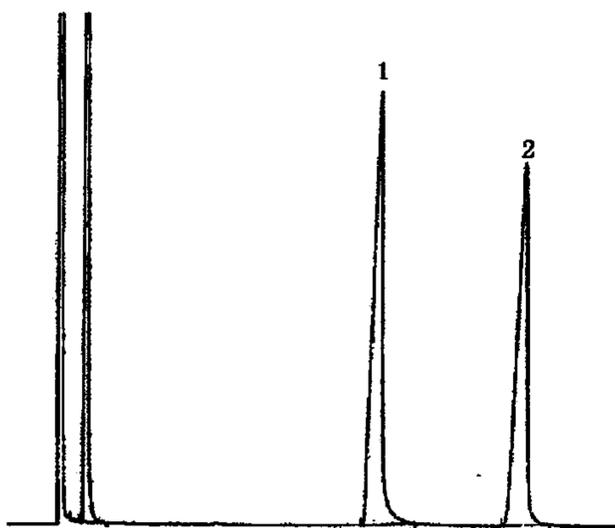
气体流量(mL/min):载气 ( $\text{N}_2$ ) 1.8,氢气 40,空气 400,补偿气 25;

分流比:40 : 1;

进样体积:1.0  $\mu\text{L}$ ;

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。典型的戊唑醇水乳剂与内标物的气相色谱图见图 2。



1——戊唑醇;

2——内标物。

图 2 戊唑醇水乳剂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前后两针标样溶液中戊唑醇峰面积分别进行平均。试样中戊唑醇的质量分数  $w_1'$ (%),按式(3)计算,质量浓度  $\rho_1'$ 按式(4)计算:

$$w_1' = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(3)$$

$$\rho_1' = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho}{A_1 \times m_2} \times 10 \dots\dots\dots(4)$$

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);

$\rho$ ——20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);

$w$ ——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 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

### 4.4 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

### 4.5 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验,上无浮油,下无沉淀为合格。

### 4.6 倾倒性的测定

#### 4.6.1 方法提要

将置于容器中的水乳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、下刻度间距离 25 mL(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

#### 4.6.3 试验步骤

将足量试样充分摇匀,及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子),装到量筒的 8/10 处,塞紧磨口塞,放置 24 h。打开塞子,将量筒由直立位置旋转 135 度角倾倒 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,将量筒颠倒 10 次后,按上述操作倾倒内容物,第三次称量量筒和塞子。

4.6.4 计算

试样倾倒后的残余物  $w_3$  (%) 和洗涤后的残余物  $w_4$  (%) 分别按式(5)和式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$w_4 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$m_1$ ——量筒、磨口塞和试样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——倾倒后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——洗涤后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——量筒、磨口塞恒重后的质量,单位为克(g)。

4.7 持久泡沫量的测定

4.7.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.7.2 试剂和溶液

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。

4.7.3 仪器和器具

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。

4.7.4 测定步骤

在量筒中加入 180 mL 标准硬水,在量筒中称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加标准硬水至距离量筒塞底部 9 cm 的刻度线处,盖上塞子,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2 s)。放在试验台上静置 1 min,记录泡沫体积。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后戊唑醇质量分数应不低于贮前戊唑醇质量分数的 97%,乳液稳定性应符合标准要求。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.10 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 戊唑醇水乳剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 戊唑醇水乳剂应用玻璃瓶或聚酯瓶包装,外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱,每瓶净含量为 100 g、250 g、100 mL、200 mL,每箱净含量一般不大于 15 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。

5.3 戊唑醇水乳剂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 保证期:在规定的贮运条件下,戊唑醇水乳剂的保证期,从生产日期起为 2 年。