

ICS 65.100
G 25
备案号: 15018—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3763—2004

腈菌唑乳油

Myclobutanil emulsifiable concentrates

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制的,其余是推荐的。

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(CSBTC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:张丕龙、咎艳坤。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

腈菌唑乳油

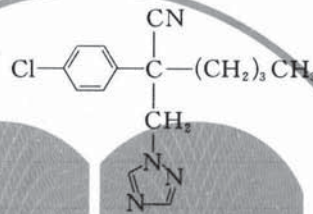
该产品有效成分腈菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: myclobutanil

CIPAC 数字代号: 442

化学名称: 2-(4-氯苯基)-2-(1H-1,2,4-三唑-1-甲基)己腈

结构式:



实验式: $C_{15}H_{17}ClN_4$

相对分子质量: 288.8 (按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀菌

熔点: $63^{\circ}\text{C} \sim 68^{\circ}\text{C}$

沸点: $202^{\circ}\text{C} \sim 208^{\circ}\text{C}$

蒸气压(25°C): $2.13 \times 10^{-3} \text{ Pa}$

溶解度(25°C , g/L): 水 1.42×10^{-1} , 易溶于大多数有机溶剂, 如酮、酯、醇和芳烃, 均为 50~100, 不溶于脂肪烃。

稳定性: 日光下其水溶液降解, DT_{50} 222 d、敏化消毒水 0.8 d、池塘水 25 d; 在 pH5、pH7、pH9 条件下于 28°C , 28 d 内不水解。

1 范围

本标准规定了腈菌唑乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于腈菌唑原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的腈菌唑乳油。

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 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

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腈菌唑原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成,应是稳定的均相液体。

3.2 腈菌唑乳油应符合表 1 要求。

表 1 腈菌唑乳油控制项目指标

项 目	指 标
腈菌唑质量分数/% \geq	标示值 ^a
水分/% \leq	0.3
pH 值范围	5.0~7.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
热贮稳定性 ^b	合格
低温稳定性 ^c	合格

^a 标示值应不低于标签的标明值并保留一位小数。
^{b,c} 热贮稳定性和低温稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数法确定的抽样包装件,最终抽样量不少于 200 mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 液相色谱法

本鉴别试验可与腈菌唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标准样品溶液中腈菌唑色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 腈菌唑质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解,以乙腈+水为流动相,使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(220 nm),对试样中的腈菌唑进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

流动相: Ψ (乙腈:水)=60:40,经滤膜过滤,并进行脱气。

腈菌唑标样:已知腈菌唑质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.3 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:200 mm \times 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Hypersil ODS C_{18} 、5 μ m 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

定量进样管:5 μ L。

微量进样器:50 μL 。

超声波清洗器。

4.3.4 液相色谱操作条件

流量:1.0 mL/min。

检测波长:220 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:6.2 min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

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。典型的脲菌唑乳油高效液相色谱图见图 1。

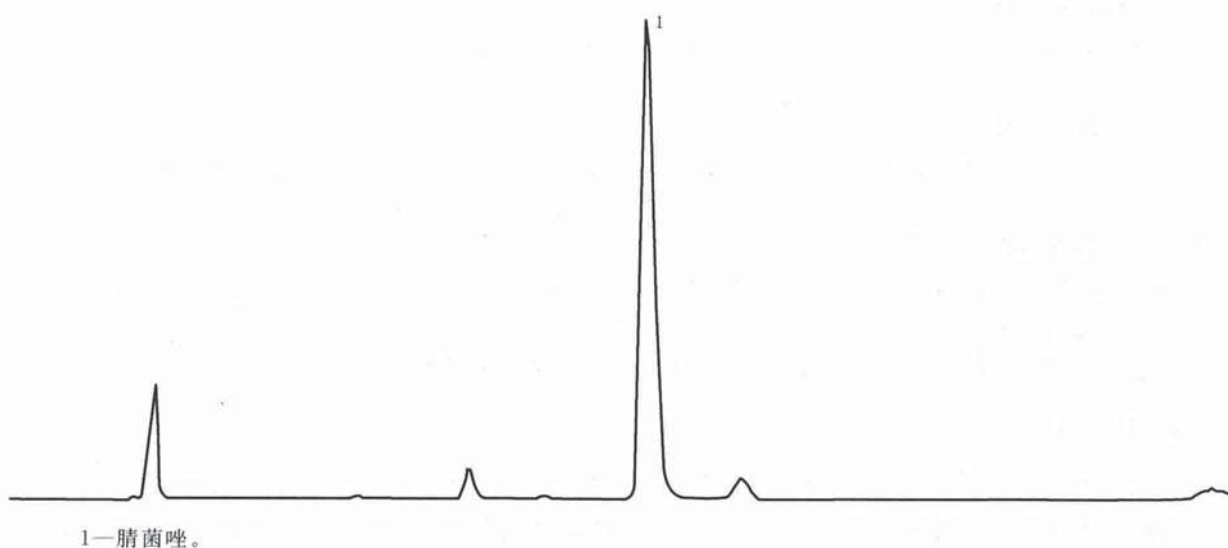


图 1 脲菌唑乳油的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取脲菌唑标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,用移液管移取 5 mL 上述溶液,置于另一 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含脲菌唑 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,用移液管移取 5 mL 上述溶液,置于另一 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针脲菌唑峰面积相对变化小于 1.2%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。

4.3.6 计算

试样中脲菌唑的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中,脲菌唑峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,脲菌唑峰面积的平均值;

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_p ——标样中腈菌唑的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,标示值 $>10\%$ 的腈菌唑乳油应不大于 0.8% ,标示值 $\leq 10\%$ 的腈菌唑乳油应不大于 0.5% ,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 乳液稳定性试验

将试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行。试验结果,上无浮油、下无沉油或沉淀为合格。

4.7 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行,于热贮后 24 h 内完成腈菌唑质量分数和乳液稳定性的测定,测定结果应符合标准要求。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行,析出固体或液体的体积不大于 0.3 mL 为合格。

4.9 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 腈菌唑乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定,产品规格应醒目且以加粗字体标示。

5.2 腈菌唑乳油可用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 100 g、200 g、500 g 等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量不超过 10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 4838 的规定。

5.4 腈菌唑乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 腈菌唑乳油贮运时,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:腈菌唑属低毒。使用本品应戴防护手套。皮肤接触后,应立即用肥皂和水洗净;如吸入,立即转移至新鲜空气处;如溅入眼中,用大量清水冲洗,如果发生中毒,应立即送医院抢救。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,腈菌唑乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。