

ICS 65.100
G 25
备案号:15019—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3764—2004



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。

腈菌唑原药

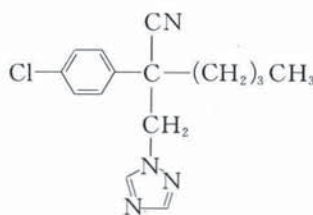
该产品有效成分腈菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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 pH 5、pH 7、pH 9 条件下于 28°C , 28d 内不水解。

1 范围

本标准规定了腈菌唑原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由腈菌唑及其生产中产生的杂质组成的腈菌唑原药。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

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: 灰白色至浅黄色晶体粉末。

3.2 腈菌唑原药应符合表 1 要求。

表 1 腈菌唑原药控制项目指标

项 目	指 标
腈菌唑质量分数/%	≥ 90.0
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.2
水分/%	≤ 0.4
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.3
^a 在正常生产情况下,丙酮不溶物每 3 个月至少检验 1 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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与腈菌唑含量的测定同时进行。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样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。

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(见图 1)应无明显差异。

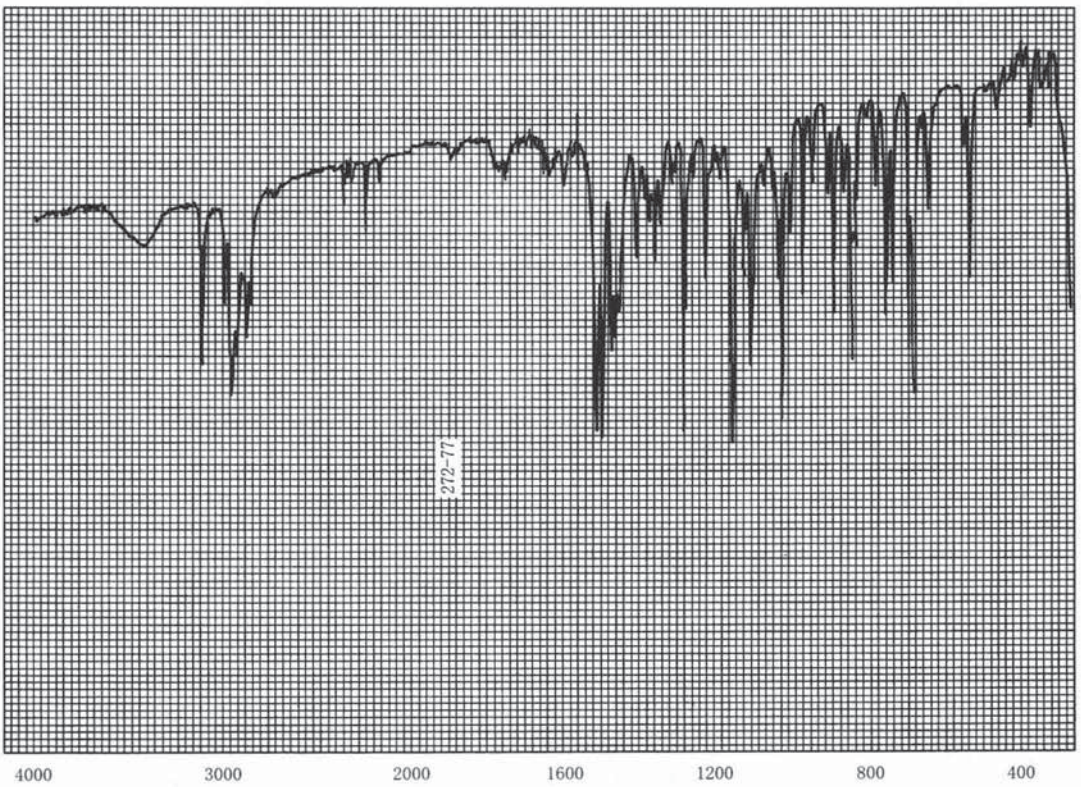


图 1 腈菌唑标样红外光谱图

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(或具等效效果的色谱柱)。

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 μ L。

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流量:1.0 mL/min。

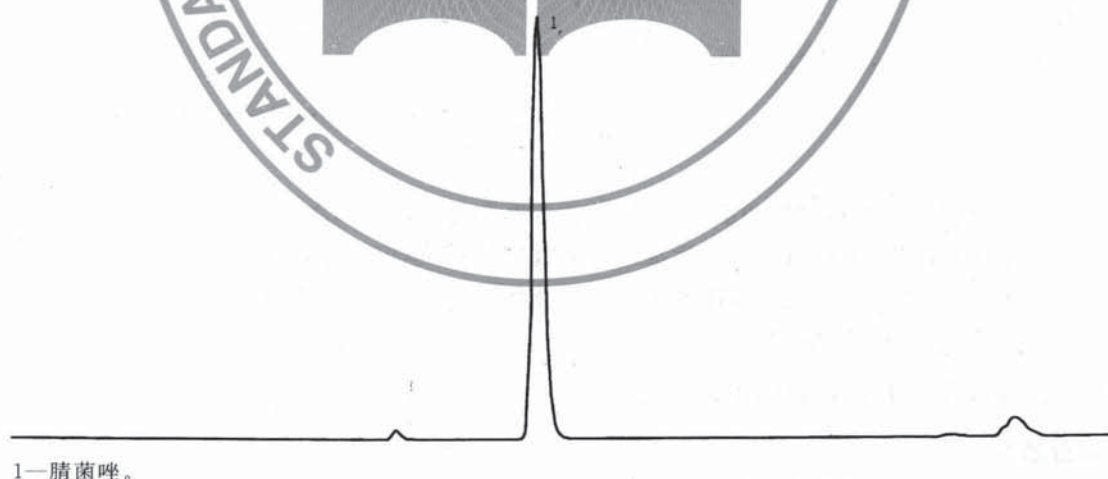
检测波长:220 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间:6.2 min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2℃)。

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。典型的腈菌唑原药高效液相色谱图见图 2。



1—腈菌唑。

图 2 腈菌唑原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取腈菌唑标样 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 试样溶液的制备

称取含腈菌唑 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,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针腈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

试样中腈菌唑的质量分数 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,腈菌唑峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,腈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应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 酸度的测定

4.4.1 试剂和溶液

丙酮;

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制;

混合指示液:溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)+甲基红乙醇溶液(2 g/L)=3+1,按 GB/T 603 配制。

4.4.2 测定步骤

称取试样 1 g(精确至 0.002 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入丙酮 100 mL,摇动使试样溶解。加入 3 滴混合指示液,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至绿色即为终点。同时做空白测定。

4.4.3 计算

试样的酸度 X_2 (%),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0)M}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4)=49$]。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

4.6 丙酮不溶物测定

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。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

- 5.1 腈菌唑原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。
 - 5.2 腈菌唑原药可用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每桶净含量为 25 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,但需符合 GB 3796 的规定。
 - 5.4 腈菌唑原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
 - 5.5 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 验收期:腈菌唑原药验收期为 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本标准要求。
-