ICS 65.100.30
CCS G 25

中华人民共和国国家标准

GB/T 43175—2023

丙硫菌唑原药

Prothioconazole technical material

2023-09-07 发布　　2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：山东海利尔化工有限公司、安徽久易农业股份有限公司、辽宁众辉生物科技有限公司、河北威远生物化工有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、山东京博农化科技股份有限公司、顺毅南通化工有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、浙江宇龙生物科技股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、江西天宇化工有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、绍兴上虞新银邦生化有限公司、华北制药集团爱诺有限公司、河北兴柏农业科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：赵清华、葛家成、段良菊、董建生、张丽荣、杨华春、陈永泽、成道泉、潘园园、王友信、潘丽英、胡春红、阳泽宇、刘志勇、钟素芳、侯东艳、刘进峰、程宏雪、王同波、范富云、曹同波。

丙硫菌唑原药

1 范围

本文件规定了丙硫菌唑原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运，描述了丙硫菌唑原药的试验方法。

本文件适用于丙硫菌唑原药产品的质量控制。

注：丙硫菌唑和相关杂质脱硫丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

白色至浅黄色粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

丙硫菌唑原药应符合表1的要求。

表1 丙硫菌唑原药技术指标

项目	指标
丙硫菌唑质量分数/%	≥95.0
脱硫丙硫菌唑质量分数/%	≤0.05
水分质量分数/%	≤0.5
丙酮不溶物质量分数/%	≤0.3
pH	4.5～7.5

5 试验方法

警告：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

丙硫菌唑原药与丙硫菌唑标样在 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。丙硫菌唑标样红外光谱图见图 1。

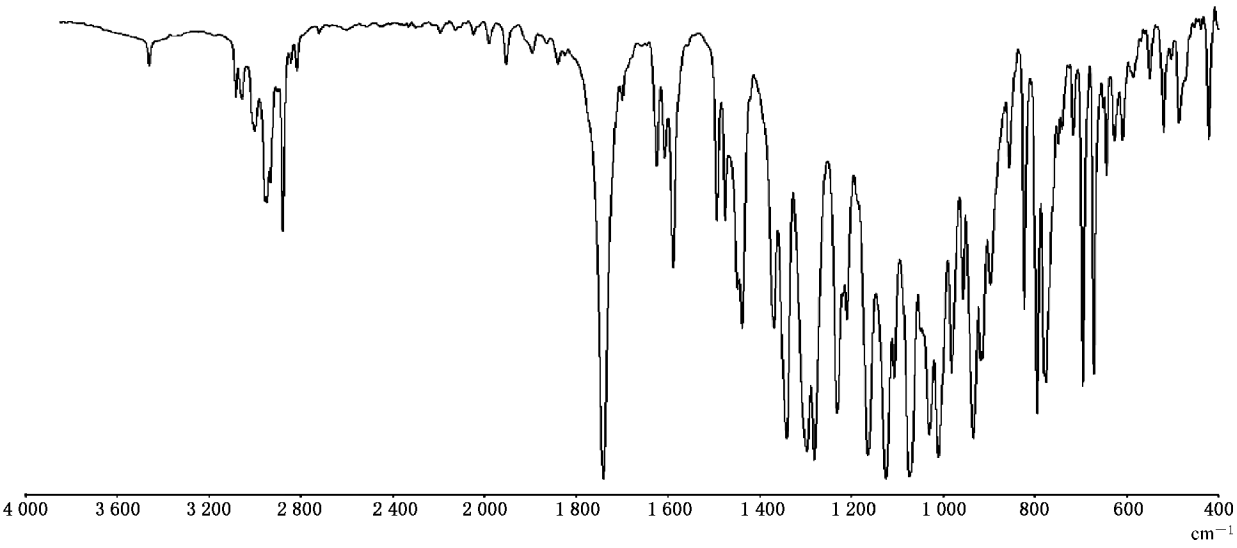


图 1 丙硫菌唑标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与丙硫菌唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中丙硫菌唑的色谱峰的保留时间相对差值应在 1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 丙硫菌唑质量分数

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈＋磷酸水溶液为流动相，使用以 C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在

波长 254 nm 下，对试样中的丙硫菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸水溶液：量取 0.2 mL 磷酸于盛有 1 000 mL 水的试剂瓶中，摇匀，超声脱气 2 min。

5.5.2.5 丙硫菌唑标样：已知丙硫菌唑质量分数≥98.0%。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C_{18}、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：$\varphi_{(乙腈：磷酸水溶液)}=75:25$。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/ min。

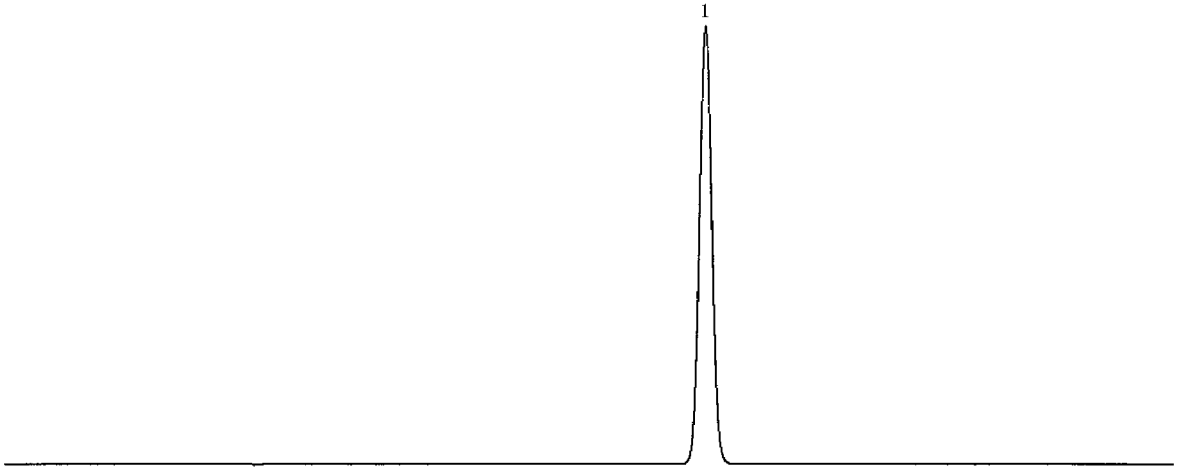
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：丙硫菌唑保留时间约 6.0 min。

5.5.4.7 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器的特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的丙硫菌唑原药高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：

1——丙硫菌唑。

图 2 典型的丙硫菌唑原药高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙硫菌唑标样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 乙腈超声振荡

5 min,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含丙硫菌唑 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 乙腈超声振荡 5 min,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 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,直至相邻两针丙硫菌唑峰面积相对变化小于 1.5%后,再按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.5.6 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丙硫菌唑峰面积分别进行平均,试样中丙硫菌唑的质量分数按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

w_1 ——丙硫菌唑的质量分数,以百分数(%)表示;

A_2 ——试样溶液中,丙硫菌唑峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

w_{b1}——标样中丙硫菌唑的质量分数,以百分数(%)表示;

A_1 ——标样溶液中,丙硫菌唑峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.7 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。

5.6 脱硫丙硫菌唑质量分数

5.6.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以甲醇+乙腈+磷酸水溶液为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 220 nm 下对试样中的脱硫丙硫菌唑进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。方法中脱硫丙硫菌唑质量浓度的最低定量限为 0.4 mg/L,试样中脱硫丙硫菌唑质量分数的最低定量限为 0.005%。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 甲醇:色谱级。

5.6.2.2 乙腈:色谱级。

5.6.2.3 磷酸。

5.6.2.4 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.5 溶液 A:量取 350 mL 甲醇与 300 mL 乙腈,摇匀,超声脱气 2 min。

5.6.2.6 溶液 B:移取 0.2 mL 磷酸于盛有 1 000 mL 水的试剂瓶中,摇匀,超声脱气 2 min。

5.6.2.7 脱硫丙硫菌唑标样:已知脱硫丙硫菌唑质量分数≥98.0%。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C_{18}、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.6.3.4 移液器：1.0 mL。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相 A：溶液 A。

5.6.4.2 流动相 B：溶液 B。

5.6.4.3 流动相梯度洗脱条件见表 2。

表 2 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	φ(溶液 A) %	φ(溶液 B) %
0.0	1.2	65	35
15.0	1.2	65	35
15.5	1.2	90	10
24.5	1.2	90	10
25.0	1.2	65	35
30.0	1.2	65	35

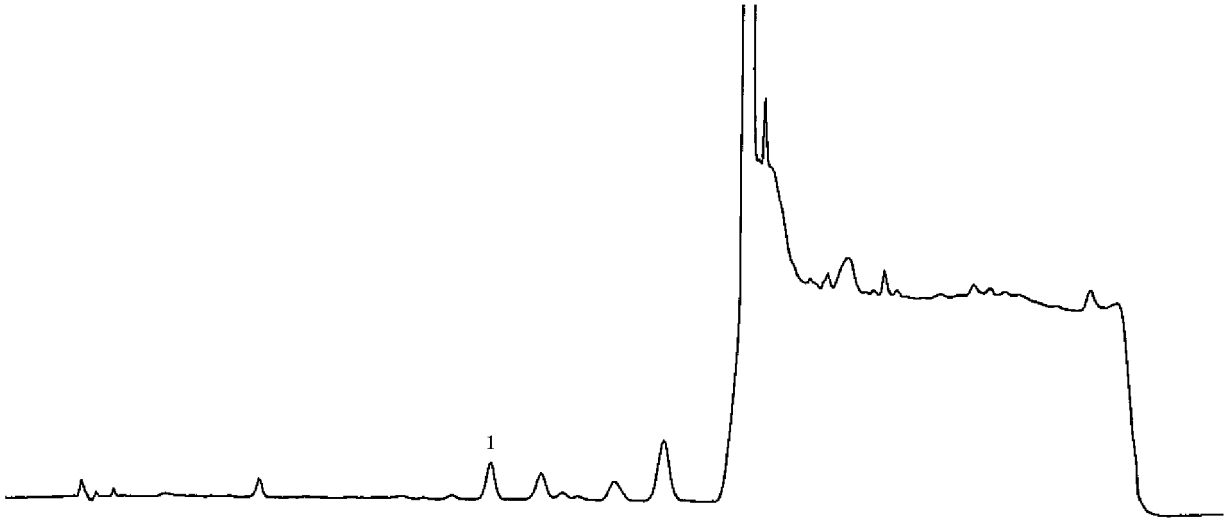
5.6.4.4 柱温：室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.6.4.5 检测波长：220 nm。

5.6.4.6 进样体积：10 μL。

5.6.4.7 保留时间：脱硫丙硫菌唑保留时间约 12.2 min，丙硫菌唑保留时间约 18.0 min。

5.6.4.8 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的丙硫菌唑原药(脱硫丙硫菌唑测定)的高效液相色谱图见图 3。



标引序号说明：

1——脱硫丙硫菌唑。

图 3 典型的丙硫菌唑原药的高效液相色谱图(脱硫丙硫菌唑测定)

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.02 g(精确至 0.000 01 g)脱硫丙硫菌唑标样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 乙腈,超声振荡 5 min。冷却至室温后,用乙腈稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取丙硫菌唑原药 0.4 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 乙腈,超声振荡 5 min。冷却至室温后,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 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,直至相邻两针脱硫丙硫菌唑峰面积相对变化小于 5%后,再按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.6.5.4 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脱硫丙硫菌唑峰面积分别进行平均。试样中脱硫丙硫菌唑的质量分数按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times w_{b2}}{A_3 \times m_4 \times n} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:

w_2 ——试样中脱硫丙硫菌唑的质量分数,以百分数(%)表示;

A_4 ——试样溶液中,脱硫丙硫菌唑峰面积的平均值;

m_3 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

w_{b2}——标样中脱硫丙硫菌唑的质量分数,以百分数(%)表示;

A_3 ——标样溶液中,脱硫丙硫菌唑峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

n ——脱硫丙硫菌唑标样溶液的稀释因子,$n=100$。

5.6.6 允许差

脱硫丙硫菌唑质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 描述的方法进行测定。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 描述的方法进行测定。

5.9 pH 值的测定

按 GB/T 1601 描述的方法进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为外观、丙硫菌唑质量分数、水分和 pH。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
c) 停产后又恢复生产时；
d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中任一项目不符合第 4 章的技术要求，则判定该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下，丙硫菌唑原药的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

丙硫菌唑原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

丙硫菌唑原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋或牛皮纸袋包装。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

丙硫菌唑原药包装件应储存在通风、干燥的库房中；储运时，严防潮湿和日晒，不应与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

附 录 A
（资料性）
丙硫菌唑、脱硫丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数

丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

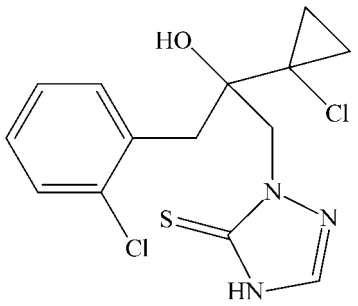
——ISO 通用名称：Prothioconazole；

——CAS 登录号：178928-70-6；

——CIPAC 数字代码：745；

——化学名称：（*RS*）-2-[2-(1-氯环丙基)-3-(2-氯苯基)-2-羟基丙基]-2，4-二氢-1，2，4-三唑-3-硫酮；

——结构式：



——分子式：$C_{14}H_{15}Cl_2N_3OS$；

——相对分子质量：344.26；

——生物活性：杀菌；

——熔点：139.1 ℃～144.5 ℃；

——蒸气压(20 ℃)：小于 4.0×10^{-4} mPa；

——溶解度 (20 ℃～25 ℃)：水中 0.005 g/L(pH 4)，0.3 g/L(pH 8)；丙酮中大于 250 g/L，乙腈中 69 g/L，二氯甲烷中 88 g/L，二甲基亚砜中 126 g/L，乙酸乙酯中大于 250 g/L，正庚烷中小于 0.1 g/L，异丙醇中 87 g/L，正辛醇中 58 g/L，二甲苯中 8 g/L；

——稳定性：常温下稳定；在 pH 4～9 条件下稳定；在水中迅速光解为脱硫丙硫菌唑。

A.2 脱硫丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数

脱硫丙硫菌唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

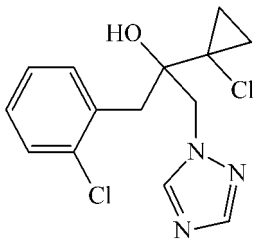
——中文通用名称：脱硫丙硫菌唑；

——ISO 通用名称：Prothioconazole-desthio；

——CAS 登录号：120983-64-4；

——化学名称：2-(1-氯环丙基)-1-(2-氯苯基)-3-(1，2，4-三唑-1-基)-2-丙醇；

——结构式：



——分子式：$C_{14}H_{15}Cl_2N_3O$；

——相对分子质量：312.19。