



中华人民共和国国家标准

GB/T 24749—2020
代替 GB/T 24749—2009

丙 环 唑 原 药

Propiconazole technical material

2020-03-06 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 24749—2009《丙环唑原药》，与 GB/T 24749—2009 相比，主要技术变化如下：

——水分由不大于 0.8% 修订为不大于 0.5% (见 3.2, 2009 年版的 3.2)；

——将验收期修改为质量保证期 (见 5.2, 2009 年版的 4.7)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC 133) 归口。

本标准起草单位：安徽丰乐农化有限责任公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本标准主要起草人：张宏军、石凯威、张帮林、胡春红、史卫莲、闫兴亚、姜宜飞、吴厚斌、黄伟、郭海霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 24749—2009。

丙 环 唑 原 药

1 范围

本标准规定了丙环唑原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本标准适用于由丙环唑及其生产中产生的杂质组成的丙环唑原药。
注：丙环唑的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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—2001 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
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
GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

黄色至浅棕色均匀黏稠液体,无可见的悬浮物和沉淀,有时可能会出现结晶。

3.2 技术指标

丙环唑原药还应符合表 1 的要求。

表 1 丙环唑原药控制项目指标

项 目	指 标
丙环唑质量分数/%	≥ 95.0
水分/%	≤ 0.5
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.2
^a 正常生产时,丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

警示——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.2 抽样

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;最终抽样量应不少于 100 g。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与丙环唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中丙环唑 A 和丙环唑 B 色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与丙环唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中丙环唑 A 和丙环唑 B 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 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异,丙环唑标样的红外光谱图见图 1。

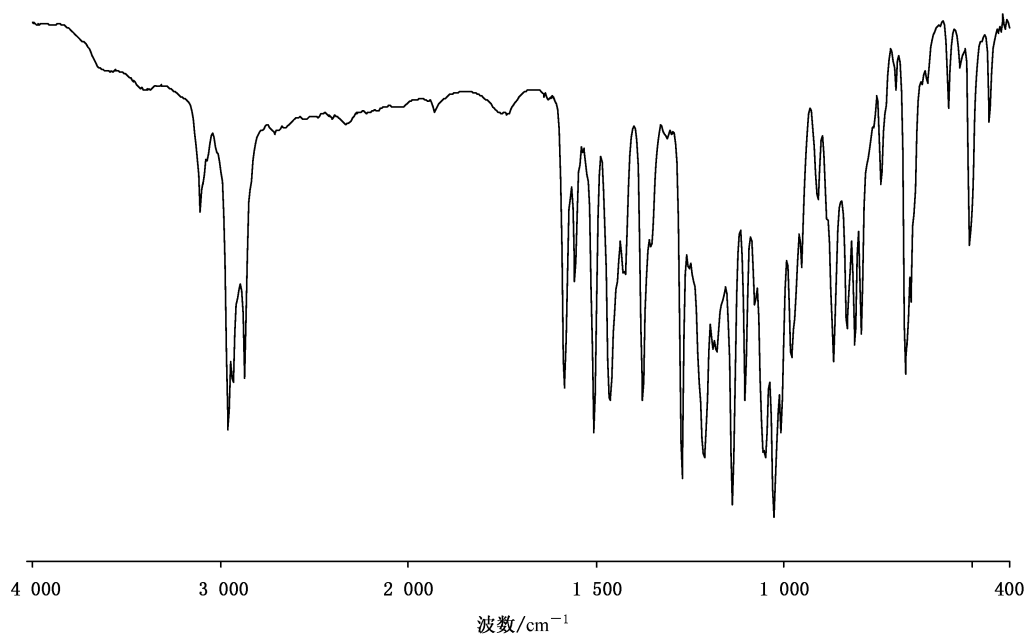


图 1 丙环唑标样红外光谱图

4.4 丙环唑质量分数的测定

4.4.1 气相色谱法(仲裁法)

4.4.1.1 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 为涂壁的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丙环唑进行气相色谱分离,内标法定量。

4.4.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

丙环唑标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应不含有干扰分析的杂质。

内标溶液:称取 1.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.1.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,键合 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

4.4.1.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 210,气化室 250,检测器 280。

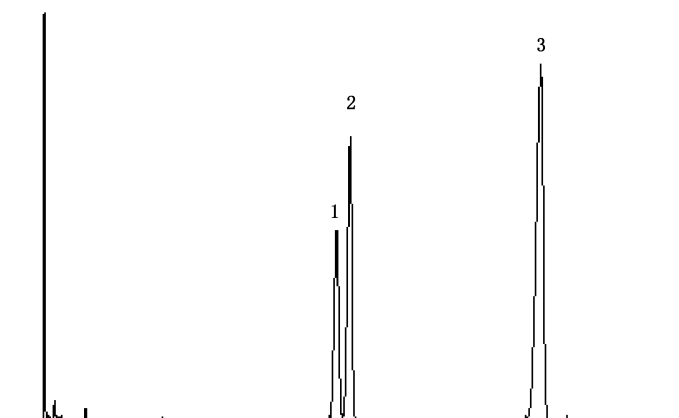
气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 40,空气 400。

分流比:20:1。

进样量:1.0 μL 。

保留时间(min):丙环唑 A 约 9.7,丙环唑 B 约 10.0,邻苯二甲酸二环己酯约 15.5。

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。典型的丙环唑原药与内标物的气相色谱图见图 2。



说明:

1——丙环唑 A;

2——丙环唑 B;

3——邻苯二甲酸二环己酯。

图 2 丙环唑原药与内标物气相色谱图

4.4.1.5 测定步骤

4.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)丙环唑标样于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.02 g(精确至 0.000 01 g)丙环唑的试样于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 4.4.1.5.1 中使用的同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.1.5.3 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,直至相邻两针丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和与内标物峰面积比的变化小于 1.2%时,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。

4.4.1.6 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环唑 A 与丙环唑 B 峰面积之和与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中丙环唑的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中丙环唑的质量分数,%;

r_2 ——试样溶液中,丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中丙环唑的质量分数,%;

r_1 ——标样溶液中,丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.1.7 允许差

丙环唑质量分数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。

4.4.2 液相色谱法

4.4.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C_8 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在 230 nm 下对试样中的丙环唑进行高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2.2 试剂

甲醇:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

丙环唑标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.4.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱:150 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C_8 、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 。

定量进样管:5 μL 。

超声波清洗器。

4.4.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水)=65:35,经滤膜过滤,并进行脱气。

流速:1.0 mL/min。

柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}C$)。

检测波长:230 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:丙环唑 A 约 12.6 min,丙环唑 B 约 13.5 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。
典型的丙环唑原药高效液相色谱图见图 3。

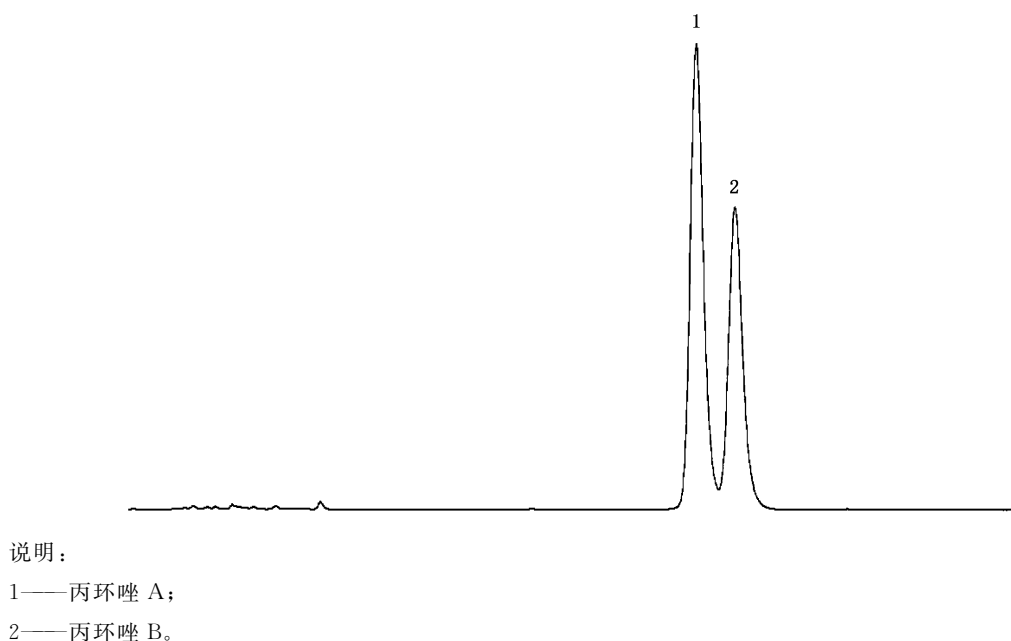


图 3 丙环唑原药的高效液相色谱图

4.4.2.5 测定步骤

4.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.06 g(精确至 0.000 1 g)丙环唑标样于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.06 g(精确至 0.000 1 g)丙环唑的试样于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.5.3 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,直至相邻两针丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和相对变化小于 1.2%时,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。

4.4.2.6 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环唑 A 与丙环唑 B 峰面积之和分别进行平均。试样中丙环唑的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样中丙环唑的质量分数,%;

A_2 ——试样溶液中丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中丙环唑的质量分数,%;

A_1 ——标样溶液中丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积之和的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.2.7 允许差

丙环唑质量分数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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.6 酸度的测定

称取 2 g(精确至 0.000 1 g)试样,按 GB/T 28135—2011 中 3.4.1 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,丙环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,各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

丙环唑原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。丙环唑原药应用聚乙烯塑料桶或铁桶包

装,每桶净含量应不大于 200 kg。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。

6.2 储运

丙环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。

附 录 A
(资料性附录)

丙环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分丙环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

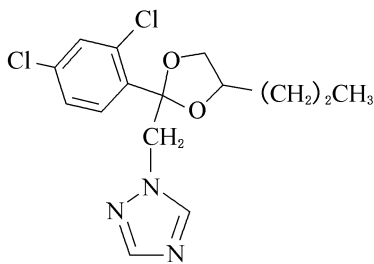
ISO 通用名称: Propiconazole

CAS 登记号: 60207-90-1

CIPAC 数字代码: 408

化学名称: (±)-1-[2-(2,4-二氯苯基)-4-丙基-1,3-二氧戊环-2-基甲基]-1H-1,2,4-三唑

结构式:



实验式: $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$

相对分子质量: 342.2

生物活性: 杀菌

熔点: $-23\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 0.056 mPa

溶解度: 水 100 mg/L($20\text{ }^{\circ}\text{C}$), 正己烷 47 g/L, 与乙醇、丙酮、甲苯、正辛醇互溶($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)

稳定性: $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下稳定, 水解不明显
