

中华人民共和国国家标准

GB/T 32341—2015

嘧菌酯原药

Azoxystrobin technical material

2015-12-31 发布

2016-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：泰州百力化学股份有限公司、上虞颖泰精细化工有限公司、浙江博仕达作物科技有限公司、河北威远生物化工股份有限公司、江苏耘农化工有限公司、上海禾本药业有限公司、江苏长青农化股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、利民化工股份有限公司、江苏维尤纳特精细化工有限公司、河北昊阳化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、邢红、汪静莉、孙久社、郭利丰、杨锦荣、于康平、汪青松、吉瑞香、胡春红、王信然、袁欣、刘士峰、徐黎婷、潘志孝。

嘧菌酯原药

1 范围

本标准规定了嘧菌酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由嘧菌酯及其生产中产生的杂质组成的嘧菌酯原药。

注：嘧菌酯的其他名称、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 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

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 要求

3.1 外观

浅棕色至白色固体。

3.2 技术指标

嘧菌酯原药还应符合表 1 要求。

表 1 嘧菌酯原药控制项目指标

项 目	指 标
嘧菌酯质量分数/% $\geq$	97.0
水分/% $\leq$	0.5
pH 值	5.0~8.0
丙酮不溶物 ^a /% $\leq$	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

警告——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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 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。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与噻菌酯标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。噻菌酯标样红外光谱图见图 1。

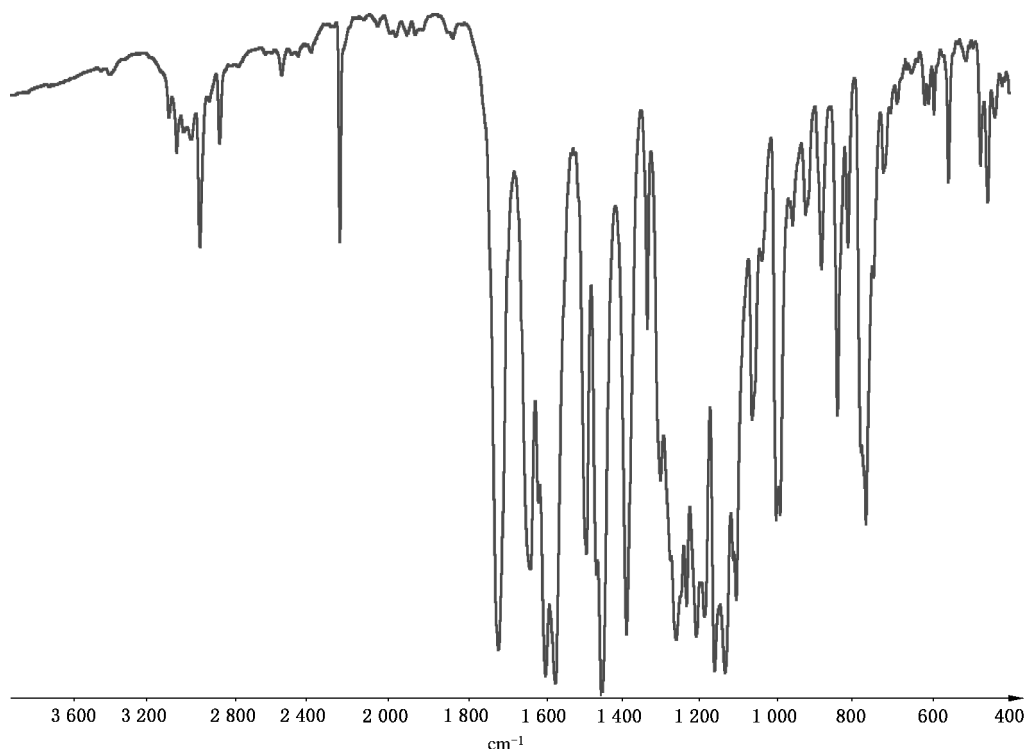


图 1 噻菌酯标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与噻菌酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中噻菌酯的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与噻菌酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中噻菌酯的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 噻菌酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二癸酯为内标物,使用 HP-1701 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻菌酯进行气相色谱分离和测定。噻菌酯质量分数的测定也可采用液相色谱法,色谱操作条件参见附录 B。当发生质量争议时,以气相色谱法为仲裁法。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

噻菌酯标准品:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二癸酯,应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二癸酯 4 g(精确至 0.1 g)于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解定容,摇匀备用。

4.4.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱:HP-1701, 30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,液膜厚 0.25 μm 。

微量进样器:10 μL 。

4.4.4 色谱操作条件

温度:柱温 270 $^{\circ}\text{C}$,汽化室 280 $^{\circ}\text{C}$,检测器 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

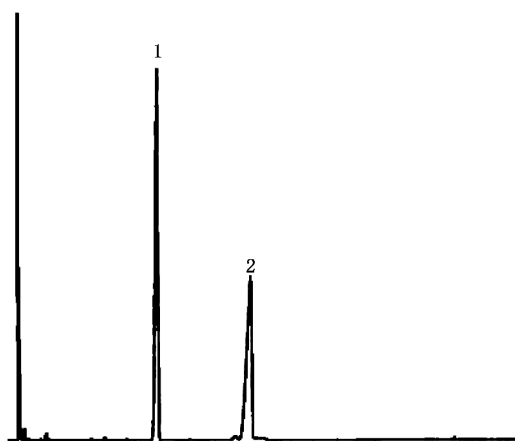
气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 30,空气 300。

分流比:30 : 1。

进样量:1.0 μL 。

保留时间:噻菌酯约 18.4 min,邻苯二甲酸二癸酯约 11.6 min。

上述操作条件系典型操作系数,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当的调整,以期获得最佳效果,典型的噻菌酯原药与内标物的气相色谱图见图 2。



说明:

1——邻苯二甲酸二癸酯;

2——噻菌酯。

图 2 噻菌酯原药与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取噻菌酯标样 0.05 g(精确至 0.000 1 g)于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含噻菌酯 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.5.3 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。待相邻两针相对响应值变化小于 1.5% 时,按照下列顺序进行气相色谱分析:标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液。

4.4.6 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的噻菌酯与内标物峰面积之比,分别进行平均。噻菌酯的质量分数按式(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 ——试样中噻菌酯的质量分数,以%表示;
- r_2 ——两针试样溶液中噻菌酯与内标物峰面积之比的平均值;
- m_1 ——噻菌酯标样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中噻菌酯的质量分数,以%表示;
- r_1 ——两针标样溶液中噻菌酯与内标物峰面积之比的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

噻菌酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.8 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。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

噻菌酯原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

噻菌酯原药可用清洁、干燥、衬塑钢桶或纸板桶包装,每桶净含量一般为 25 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。

5.2 贮运

包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

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。

5.3 安全

本品属低毒杀菌剂。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。

5.4 验收期

噻菌酯原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
(资料性附录)

嘧菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数

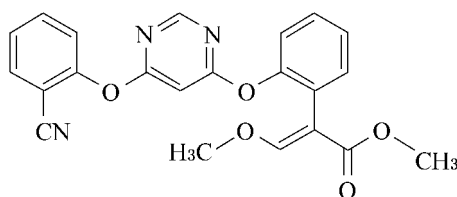
本产品有效成分嘧菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称:azoxystrobin;

CAS 登录号:131860-33-8;

化学名称:(*E*)-[2-[6-(2-氰基苯氧基)嘧啶-4-基氧]苯基]-3-甲氧基丙烯酸甲酯;

结构式:



实验式: $C_{22}H_{17}N_3O_5$;

相对分子质量:403.4;

生物活性:杀菌;

熔点:114 °C~116 °C;

溶解度(20 °C):水中 6 g/L;微溶于己烷、正辛醇,溶于甲醇、甲苯、丙酮,易溶于乙酸乙酯、乙腈、二氯甲烷;

稳定性:水溶液中光解半衰期为 11 d~17 d。

附录 B

(资料性附录)

噻菌酯的液相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+水+磷酸为流动相,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,对试样中的噻菌酯进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

B.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

乙腈:色谱级。

磷酸。

水:新蒸二次蒸馏水。

噻菌酯标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

B.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:250 mm $\times$ 4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 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。

微量进样器:50 μ L。

定量进样管:5 μ L。

超声波清洗器。

B.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ [乙腈:水(磷酸调 pH=2.5)]=45:55,经滤膜过滤,并进行脱气。

流速:1.0 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)。

检测波长:254 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间:噻菌酯约 23.4 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,典型的噻菌酯原药高效液相色谱图见图 B.1。

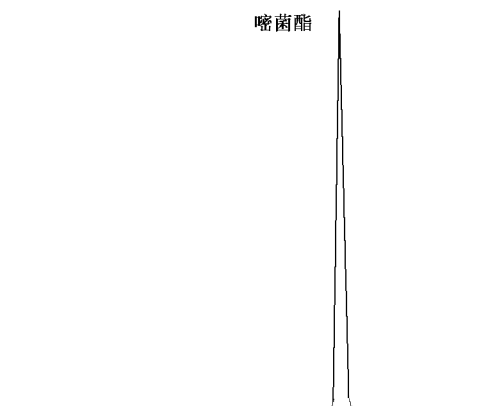


图 B.1 氯菌酯原药的高效液相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)氯菌酯标样于 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。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含氯菌酯 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 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。

B.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,直至相邻两针氯菌酯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。

B.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氯菌酯峰面积分别进行平均。试样中氯菌酯的质量分数按式(B.1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_1 ——试样中氯菌酯的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,氯菌酯峰面积的平均值;

m_1 ——氯菌酯标样的质量,单位为克(g);

w ——氯菌酯标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中, 噻菌酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g)。

B.7 允许差

噻菌酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%, 取其算术平均值作为测定结果。
