



中华人民共和国国家标准

GB 23549—2009

丙环唑乳油

Propiconazole emulsifiable concentrates

2009-04-27 发布

2009-11-01 实施

数码防伪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用FAO规格408/EC/S/F(1993)《丙环唑乳油》(Propiconazole emulsifiable concentrates)。

本标准修改采用国外先进标准的方法为重新起草法。

本标准与FAO规格《丙环唑乳油》的主要技术性差异:

——本标准水分指标为 $\leq 1.0\%$,而FAO规格未做规定;

——本标准pH值范围为4.0~9.0,而FAO规格pH值范围为4~10。

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(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏丰登农药有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、温州绿佳化工有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军、耿荣伟、胡春红、王学驹。

丙 环 唑 乳 油

该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：

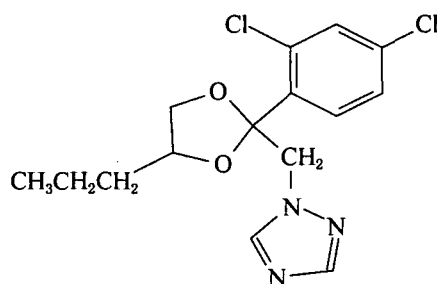
ISO 通用名称：propiconazole

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

丙环唑组成：丙环唑由一对立体异构体丙环唑 A 和丙环唑 B 组成

结构式：



实验式： $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$

相对分子质量：342.2(按 2005 国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

沸点：180 °C/13.3 Pa

蒸气压(20 °C)：0.013 mPa

溶解度(20 °C)：水中 110 mg/L, 己烷 60 g/kg, 与丙酮、甲醇、异丙醇互溶

稳定性：320 °C 以下稳定, 对光较稳定, 水解不明显, 在酸性、碱性介质中较稳定, 不腐蚀金属

1 范围

本标准规定了丙环唑乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由丙环唑原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的丙环唑乳油。

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 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

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丙环唑原药制成,外观为均相液体,无明显的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

丙环唑乳油应符合表 1 要求。

表 1 丙环唑乳油控制项目指标

项 目	指 标
丙环唑质量分数 ^a / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)	25.0 \pm 1.5 _{±0.5} 250 \pm 15 _{±5}
水分/ %	≤ 1.0
pH 值范围	4.0~9.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^b	合格
^a 当发生争议时,以丙环唑质量分数为仲裁。	
^b 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”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 200 mL。

4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与丙环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。

气相色谱法——本鉴别试验可与丙环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。

4.3 丙环唑质量分数的测定

4.3.1 气相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 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和测定,内标法定量。

4.3.1.2 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;应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 4.0 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。

4.3.1.3 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。

4.3.1.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温:210,气化室 250,检测器室 280;

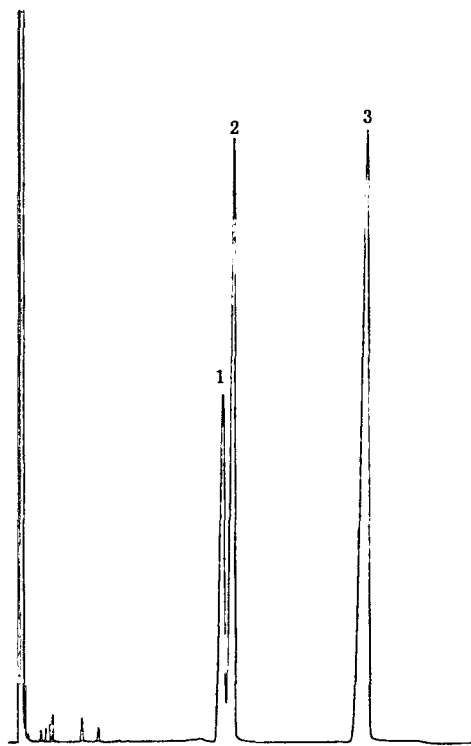
气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 40,空气 400,补偿气 25;

分流比:20:1;

进样量:1.0 μL;

保留时间(min):丙环唑 A 9.1,丙环唑 B 9.4,邻苯二甲酸二环己酯 15.4。

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。
典型的丙环唑乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



- 1——丙环唑 A;
2——丙环唑 B;
3——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 1 丙环唑乳油与内标物的气相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取丙环唑标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标液,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取丙环唑乳油 0.4 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 4.3.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 10 mL 内标液,摇匀。

4.3.1.5.3 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。

4.3.1.6 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 峰面积的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 w_1 (%),按式(1)计算;丙环唑质量浓度 ρ_1 (g/L)按式(2)计算:

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

$$\rho_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot w \times 10}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

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

r_2 ——试样溶液中,丙环唑 A 与丙环唑 B 的峰面积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);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

ρ ——20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);

w ——标样中,丙环唑的质量分数,以%表示。

4.3.1.7 允许差

丙环唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 液相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 Eclipse XDB C8 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm),对试样中的丙环唑进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2.2 试剂和溶液

甲醇;

水:新蒸二次蒸馏水;

丙环唑标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:150 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Eclipse XDB C8、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;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.3.2.4 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;

流量:1.0 mL/min;

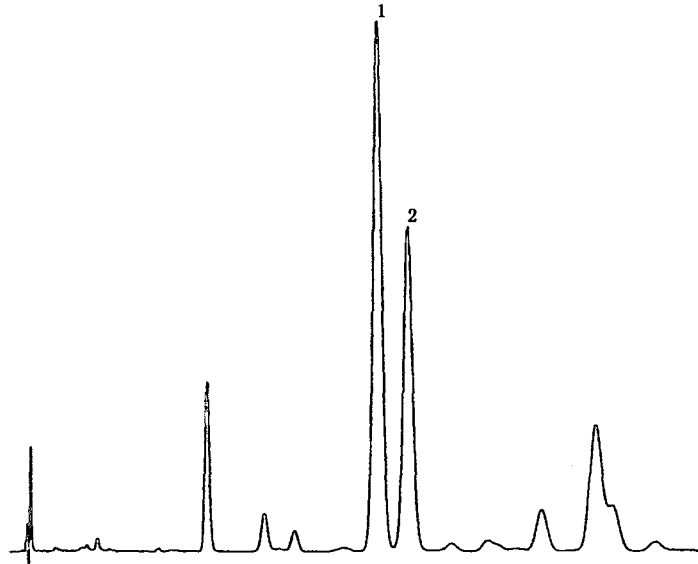
柱温:室温(温差变化应不大于2℃);

检测波长:230 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:丙环唑 A 11.7 min,丙环唑 B 12.6 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。典型的丙环唑乳油高效液相色谱图见图 2。



1——丙环唑 A;
2——丙环唑 B。

图 2 丙环唑乳油的高效液相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取丙环唑标样 0.06 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取丙环唑 0.24 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.5.3 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。

4.3.2.6 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 峰面积的和进行平均。试样中丙环唑的质量分数 w_2 (%),按式(3)计算;丙环唑质量浓度 ρ_2 (g/L)按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(3)$$

$$\rho_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot w \times 10}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,丙环唑 A 与丙环唑 B 峰面积和的平均值;

A_2 ——试样溶液中,丙环唑 A 与丙环唑 B 峰面积和的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

ρ ——20 °C 时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);

w ——标样中丙环唑的质量分数,以%表示。

4.3.2.7 允许差

丙环唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性的试验

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

4.7 低温稳定性

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。于热贮后 24 h 内对丙环唑质量分数、乳液稳定性项目进行检测，贮后丙环唑质量分数不低于热贮前测得质量分数的 97%，乳液稳定性符合标准要求，即为合格。

4.9 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 丙环唑乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

5.2 丙环唑乳油采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装，每瓶净含量为 250 mL、500 mL，外包装为纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱，每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合 GB 4838 的规定。

5.3 丙环唑乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全：丙环唑属低毒杀菌剂。使用本品时应戴防护手套、穿干净的防护服。施药后应立即用肥皂水洗净。如皮肤和眼睛接触药液时，要用大量清水冲洗。如发生中毒现象，应及时去医院治疗。

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
丙 环 唑 乳 油
GB 23549—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

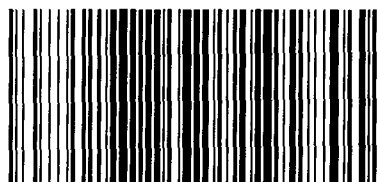
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37948 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 23549—2009