

The People's Republic of China

EDICT OF GOVERNMENT

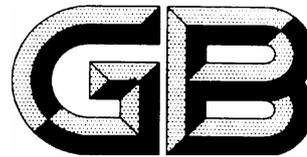
In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.

GB WTO 3302 (2011) (Chinese): Pyrimethanil
technical material



BLANK PAGE





中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

嘧霉胺原药

Pyrimethanil technical material

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

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章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

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。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：利民化工股份有限公司、江苏丰登农药有限公司、江苏快达农化股份有限公司、江苏耕耘化学有限公司。

本标准主要起草人：高晓晖、王海霞、张瑞芳、耿荣伟、沈建、刘慕兰、陈杰。

嘧霉胺原药

1 范围

本标准规定了嘧霉胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、验收期。

本标准适用于由嘧霉胺及其生产中产生的杂质组成的嘧霉胺原药。

注：嘧霉胺的其他名称、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，仅所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/T1600 农药水分测定方法（CIPAC MT 30，MOD）

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（CIPAC MT 27，MOD）

3 要求

3.1 外观

类白色粉末状固体，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

嘧霉胺原药还应符合表1要求。

表1 嘧霉胺原药控制项目指标

项 目	指 标
嘧霉胺质量分数/%	\geq 97.0
丙酮不溶物 ^a /%	\leq 0.2
水分/%	\leq 0.5
pH值范围	6.0~10.0
^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

安全提示：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——试样与噻霉胺标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。噻霉胺标样红外光谱图见图1。

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噻霉胺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噻霉胺的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

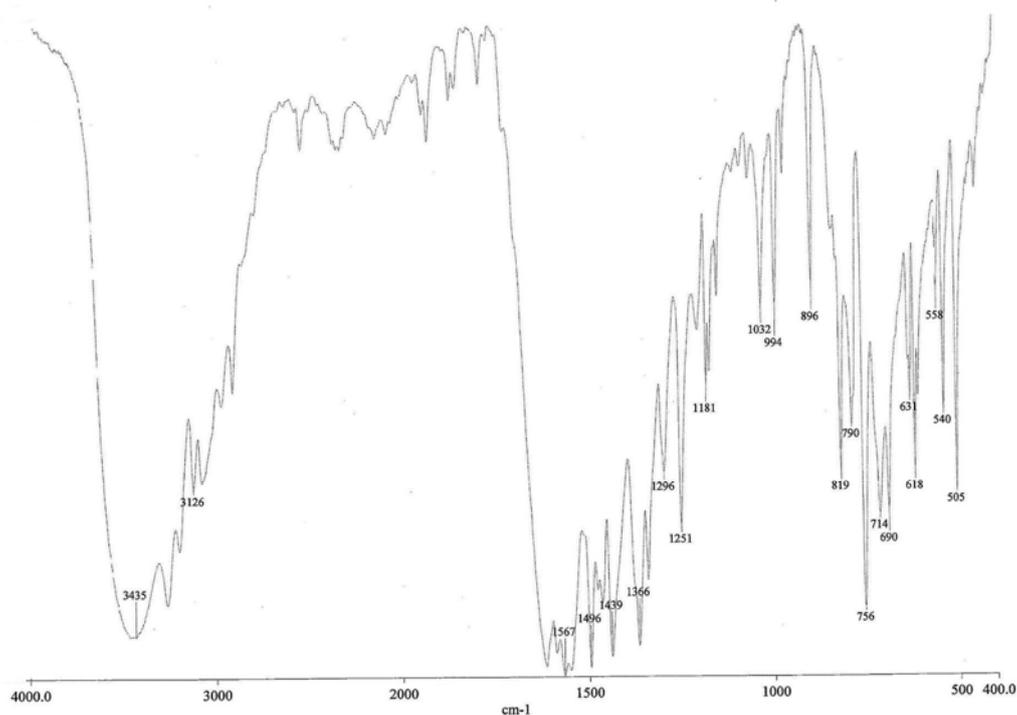


图1 噻霉胺标样的红外光谱图

4.4 噻霉胺质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+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 (300 nm)，对试样中的噻霉胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。也可使用气相色谱法测定，色谱操作条件见附录B。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；
 水：新蒸二次蒸馏水；
 磷酸；
 嘧霉胺标样：已知嘧霉胺质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

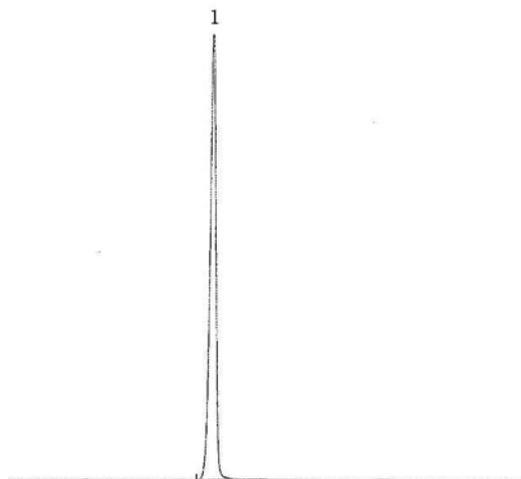
4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；
 色谱数据处理机或工作站；
 色谱柱：250 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物；
 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm ；
 微量进样器：50 μL ；
 定量进样管：5 μL ；
 超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ [甲醇:水 (用磷酸调pH=3)] =75:25，经滤膜过滤，并进行脱气；
 流速：1.0 mL/min；
 柱温：室温；
 检测波长：300 nm；
 进样体积：5 μL ；
 保留时间：嘧霉胺约5.5 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。
 典型的嘧霉胺原药高效液相色谱图见图2。



1—嘧霉胺。

图2 嘧霉胺原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取噻霉胺标样0.1 g(精确至0.000 1 g)，置于50 mL容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取5 mL上述试液于另一50 mL容量瓶中用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含噻霉胺0.1 g的试样(精确至0.000 1 g)，置于50 mL容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取5 mL上述试液于另一50 mL容量瓶中用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针噻霉胺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。

4.4.5.4 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噻霉胺峰面积分别进行平均。试样中噻霉胺的质量分数，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- ω_1 —试样中噻霉胺的质量分数，以%表示；
- A_2 —试样溶液中，噻霉胺峰面积的平均值；
- m_1 —标样的质量，单位为克(g)；
- ω —标样中噻霉胺的质量分数，以%表示；
- A_1 —标样溶液中，噻霉胺峰面积的平均值；
- m_2 —试样的质量，单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

噻霉胺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 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138 进行。

4.6 水分的测定

按GB/T 1600中 “卡尔·费休法” 进行。

4.7 pH值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.8 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、验收期

5.1 标志、标签、包装

噻霉胺原药的标志、标签、包装应符合GB 3796 的规定。

噻霉胺原药包装采用内衬塑料袋的编织袋或纸桶包装，每桶（袋）净重25 kg。也可根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

噻霉胺原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。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

噻霉胺为低毒杀菌剂，吞噬和吸入均有毒，对眼睛有刺激性，使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净，一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

噻霉胺原药验收期为1个月。从交货之日起一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附录 A

(资料性附录)

嘧霉胺的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分嘧霉胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

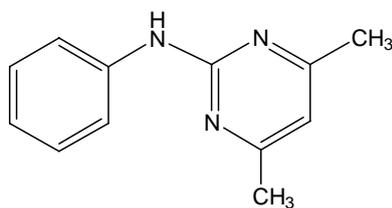
ISO通用名称：Pyrimethanil

CAS登记号：53112-28-0

CIPAC数字代码：714

化学名称：*N*-(4, 6-二甲基嘧啶-2-基)苯胺

结构式：



实验式：C₁₂H₁₃N₃

相对分子质量：199.25

生物活性：杀菌

熔点：96.3℃

蒸汽压(25℃)：2.2×10⁻³ Pa

溶解度(20℃, g/L)：水 0.121 (pH=6.1, 25℃)，丙酮 389，乙酸乙酯 617，二氯甲烷 1000，正己烷 23.7，甲苯 412，甲醇 176

稳定性：水中的稳定性与pH值有关，54℃保存14 d稳定

附 录 B
(资料性附录)
噻霉胺质量分数气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷(或二甲基甲酰胺)溶解,以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物,使用HP-5为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻霉胺进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷(或二甲基甲酰胺);

噻霉胺标样: 已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 应没有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二正丁酯3.5 g, 置于250 mL 容量瓶中, 用三氯甲烷(或二甲基甲酰胺)溶解并稀释至刻度, 摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

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 。

B.4 气相色谱操作条件

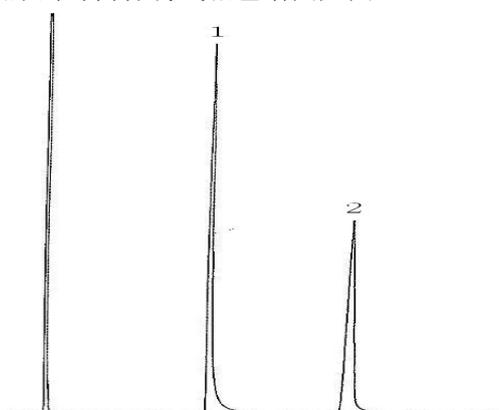
温度($^{\circ}\text{C}$): 柱温 180, 气化室 250, 检测器室 260;

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

进样量: 1.0 μL ;

保留时间(min): 噻霉胺 3.9, 内标物 6.3。

上述气相色谱操作条件系典型操作参数。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。典型的噻霉胺原药与内标物气相色谱图见图B.1。



1—噻霉胺;

2—内标物。

图B.1 噻霉胺原药与内标物气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取咪霉胺标样0.05 g(精确至0.000 1 g)，置于具塞玻璃瓶中，用移液管加入5 mL内标溶液，摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含咪霉胺0.05 g(精确至0.000 1 g)的试样，置于具塞玻璃瓶中，用移液管加入5 mL内标溶液，摇匀。

B.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，计算各针咪霉胺与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针咪霉胺与内标物峰面积的比的相对变化小于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。

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咪霉胺和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中咪霉胺的质量分数，按式(B.1)计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- ω_1 ——试样中咪霉胺的质量分数，以%表示；
- r_2 ——试样溶液中，咪霉胺与内标物峰面积比的平均值；
- m_1 ——标样的质量，单位为克(g)；
- ω ——标样中咪霉胺的质量分数，以%表示；
- r_1 ——标样溶液中，咪霉胺与内标物峰面积比的平均值；
- m_2 ——试样的质量，单位为克(g)。

B.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。