

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 3320 (2012) (Chinese): Tebuconazole
suspension concentrates



BLANK PAGE





中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

戊唑醇悬浮剂

Tebuconazole suspension concentrates

(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。

本标准使用重新起草法修改采用FAO规格494/SC/S/F(2000)《戊唑醇悬浮剂》(Tebuconazole suspension concentrates)。

本标准与FAO规格《戊唑醇悬浮剂》(Tebuconazole suspension concentrates)的主要技术差异及原因：

——本标准规定湿筛试验 $\geq 98\%$ ，FAO规格规定 $\geq 99\%$ ；持久起泡性（1min后泡沫量） ≤ 20 mL，FAO规格规定 ≤ 40 mL，均根据国内产品的实际水平而定；

——本标准规定pH值范围5.0~8.0，FAO规格规定pH值范围8.0~10.0，戊唑醇在pH值4~9范围内相对稳定。

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：江苏龙灯化学有限公司、江苏丰登农药有限公司、山东华阳科技股份有限公司、青岛奥迪斯生物科技有限公司。

本标准主要起草人：姜敏怡、李秀杰、冯秀珍、耿荣伟、王丙文、刘桂娟。

戊唑醇悬浮剂

1 范围

本标准规定了戊唑醇悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于戊唑醇原药、适宜的助剂和填料加工而成的戊唑醇悬浮剂。

注：戊唑醇的其他名称、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/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 14825-2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、悬浮剂细度测定方法

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戊唑醇原药与适宜的助剂和填料加工制成，应是可流动、易测量体积的悬浮液体，在存放过程中，可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

戊唑醇悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 戊唑醇悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标	
			430 g/L	250 g/L
戊唑醇质量分数 ^a /%			38. 0 ^{+2. 0} _{-2. 0}	23. 5 ^{+1. 2} _{-1. 2}
或质量浓度 (20℃) / （g/L）			430 ⁺²⁰ ₋₂₀	250 ⁺¹⁵ ₋₁₅
悬浮率/%			≥ 90	
pH值范围			5. 0～8. 0	
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5. 0	
	洗涤后残余物/%	≤	0. 5	
湿筛试验 (通过75 μ m试验筛) /%			≥ 98	
持久起泡性（1min后泡沫量）/mL			≤ 20	
低温稳定性 ^b			合格	
热贮稳定性 ^b			合格	
^a 当质量发生争议时，以质量分数为仲裁				
^b 正常生产时低温稳定性，热贮稳定性每 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“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1000 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与戊唑醇质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中戊唑醇的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与戊唑醇质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中戊唑醇的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

4.4 戊唑醇质量分数的测定

4.4.1 高效液相色谱法（仲裁法）

4.4.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以Nova-Pak C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器(220 nm),对试样中的戊唑醇进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.1.2 试剂和溶液

甲醇;

水:新蒸二次蒸馏水;

戊唑醇标样:已知戊唑醇质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。

4.4.1.3 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;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Nova-Pak C₁₈ 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 ;

微量进样器:50 μL ;

定量进样管:5 μL ;

超声波清洗器。

4.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ψ (CH₃OH:H₂O)=65:35;

流速:1.0 mL/min;

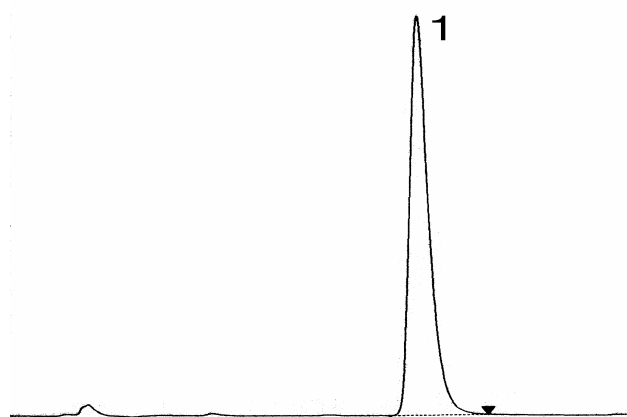
柱温:室温(温差变化应不大于2℃);

检测波长:220 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:戊唑醇约7.0 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。典型的戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图1。



1—戊唑醇。

图1 戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.1.5 测定步骤

4.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g戊唑醇标样（精确至0.0002 g），置于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。

4.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含戊唑醇0.1 g的试样（精确至0.0002 g），置于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，过滤。

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，直至相邻两针戊唑醇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。

4.4.1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及前后两针标样溶液中戊唑醇峰面积分别进行平均。试样中戊唑醇的质量分数 ω_1 （%），按式(1)计算，质量浓度 ρ_1 按式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega \cdot \rho}{A_1 \cdot m_2} \times 10 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中戊唑醇质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中，戊唑醇峰面积的平均值；

m_1 ——戊唑醇标样的质量，单位为克(g)；

ω ——戊唑醇标样的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中，戊唑醇峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；

ρ_1 ——20℃时试样中戊唑醇质量浓度，以g/L表示；

ρ ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按附录B进行测定）。

4.4.1.7 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差，应不大于0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 毛细管气相色谱法

4.4.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸双环己酯为内标物，使用HP-5 (5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱，和氢火焰离子化检测器，对试样中的戊唑醇进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.4.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

戊唑醇标样: 已知质量分数, $\omega \geq 99.0\%$;

邻苯二甲酸双环己酯: 不含有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取2.0 g的邻苯二甲酸双环己酯, 于500 mL的容量瓶中, 用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.4.2.3 仪器

气相色谱仪: 具氢火焰离子化检测器;

色谱柱: 30 m×0.32 mm (i.d.) 石英毛细柱, 内壁涂HP-5(5%苯甲基硅酮), 膜厚0.25 μ m;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C): 柱室220, 气化室260, 检测室280;

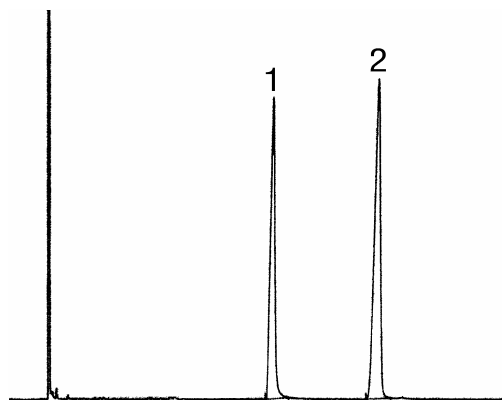
气体流量(mL/min): 载气 (N_2) 1.8, 氢气40, 空气400, 补偿气25;

分流比: 40:1;

进样体积: 1.0 μ L;

保留时间: 戊唑醇约7.5 min, 内标物约10.4 min。

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。典型的戊唑醇悬浮剂与内标物的气相色谱图见图2。



1—戊唑醇

2—内标物

图2 戊唑醇悬浮剂与内标物的气相色谱图

4.4.2.5 测定步骤

4.4.2.5.1 标样溶液的配制

称取戊唑醇标样0.05 g(精确至0.000 2 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管准确加入10 mL内标溶液, 摇匀。

4.4.2.5.2 试样溶液的配制

称取含戊唑醇0.05 g的试样(精确至0.000 2 g), 置于一具塞的玻璃瓶中, 用与 4.4.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入10 mL内标溶液, 摇匀, 过滤。

4.4.2.5.3 测定

在上述色谱操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针戊唑醇与内标物的峰面积比的相对变化小于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分析测定。

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戊唑醇与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中戊唑醇的质量分数 ω_1' (%), 按式(1')计算, 质量浓度 ρ_1' 按式(2')计算:

$$\omega_1' = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1')$$

$$\rho_1' = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega \cdot \rho}{A_1 \cdot m_2} \times 10 \dots\dots\dots(2')$$

式中:

ω_1' ——试样中戊唑醇质量分数, 以%表示;

r_2 ——试样溶液中戊唑醇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 ——戊唑醇标样的质量分数, 以%表示;

r_1 ——标样溶液中戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中戊唑醇质量浓度, 以g/L表示;

ρ ——20℃时试样的密度, 单位为克每毫升(g/mL)(按附录B进行测定)。

4.4.2.7 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差, 应不大于0.5%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

4.6.1 液相色谱法

按GB/T 14825-2006中4.2进行。称取含戊唑醇0.2 g的试样(精确至0.000 2 g), 将量筒底部25 mL悬浮液全部转移至100 mL容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 在超声波下振荡3 min, 静置, 过滤后, 按4.4.1测定戊唑醇的质量, 计算其悬浮率。

4.6.2 气相色谱法

按GB/T 14825-2006中4.2进行。称取含戊唑醇0.2 g的试样(精确至0.000 2 g), 将量筒底部25 mL悬浮液全部转移至100 mL烧杯中, 用与4.4.2.5.1中使用的同一支移液管准确加入10 mL内标溶液, 在超声波下振荡3 min, 静置, 分离水层与氯仿层, 再加入10 mL氯仿分二次萃取水相, 合并氯仿层, 按4.4.2测定戊唑醇的质量, 计算其悬浮率。

4.7 湿筛试验

按GB/T 16150中的“湿筛法”进行。

4.8 倾倒性的测定

4.8.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后,按照规定程序进行倾倒,测定滞留在容器内试样的量;将容器用水洗涤后,再测定容器内的量。

4.8.2 仪器

具磨口塞量筒: 500 ml $\pm$ 2 ml; 量筒高度39 cm, 上、下刻度间距离25 ml (或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

4.8.3 试验步骤

将足量试样充分摇匀,及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子),装到量筒的8/10处,塞紧磨口塞,放置24 h。打开塞子,将量筒由直立位置旋转135度角倾倒60 s,再倒置60 s,重新称量量筒和塞子。

将相当于80%量筒体积的水(20℃)倒入量筒中,塞紧磨口塞,将量筒颠倒10次后,按上述操作倾倒内容物,第三次称量量筒和塞子。

4.8.4 计算

试样倾倒后的残余物 ω_3 (%) 和洗涤后的残余物 ω_4 (%) 分别按式(3)和式(4)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

$$\omega_4 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ω_3 ——试样倾倒后的残余物,以%表示;

m_2 ——倾倒后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);

m_1 ——量筒、磨口塞和试样的质量,单位为克(g);

m_0 ——量筒、磨口塞恒重后的质量,单位为克(g);

ω_4 ——试样洗涤后的残余物,以%表示;

m_3 ——洗涤后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g)。

4.9 持久起泡性的测定

4.9.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.9.2 试剂

标准硬水: ρ ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) = 342 mg/L, pH=6.0~7.0, 按GB/T 14825-2006配制。

4.9.3 仪器和器具

具塞量筒：250 mL（分度值2 mL，0～250 mL刻度线，20 cm～21.5 cm，250 mL刻度线到塞子底部；4 cm～6 cm）；

工业天平：感量0.1 g。

4.9.4 测定步骤

在量筒中加入180 mL标准硬水，在量筒中称入试样1.0 g（精确至0.1 g），加标准硬水至距离量筒塞底部9 cm的刻度线处，盖上塞子，以量筒底部为中心，上下颠倒30次（每次2 s）。放在试验台上静置1 min，记录泡沫体积。

4.10 低温稳定性试验

按GB/T19137中“悬浮制剂”进行，贮存后悬浮率、湿筛试验应符合标准要求。

4.11 热贮稳定性试验

按GB/T 19136中“液体制剂”进行。热贮后戊唑醇质量分数应不低于贮前戊唑醇质量分数的97%，悬浮率应符合标准要求。

4.12 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、安全和保证期

5.1 戊唑醇悬浮剂的标志、标签、包装

戊唑醇悬浮剂的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。

戊唑醇悬浮剂应用玻璃瓶、聚酯瓶或铝箔袋包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每瓶（袋）净含量为100g、250g、250mL、1L，每箱净含量一般不超过15kg。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 3796的规定。

5.2 戊唑醇悬浮剂的贮运

戊唑醇悬浮剂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。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。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 保证期

在规定的贮运条件下，戊唑醇悬浮剂的保证期，从生产日期起为二年。

附 录 A

(资料性附录)

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

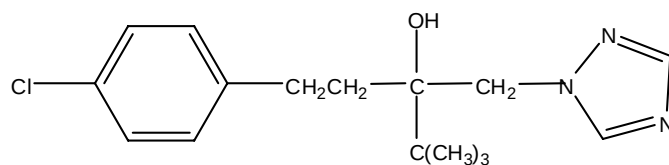
ISO 通用名称：Tebuconazole

CAS 登录号：107534-96-3

CIPAC 数字代码：494

化学名称：(RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊-3-醇

结构式：



实验式：C₁₆H₂₂ClN₃O

相对分子质量：307.8

生物活性：杀菌

熔点：约 102.4℃

蒸气压(20℃)：0.013 mPa

溶解度(20℃)：水中 32 mg/L；二氯甲烷大于 200 g/L；己烷小于 0.1 g/L；异丙醇、甲苯中 50~100 g/L

稳定性：在pH 4~9，22℃水解DT₅₀大于1年

附 录 B
(规范性附录)
悬浮剂的密度测定

A.1 方法提要

将悬浮剂用水稀释成1:1的水稀释液,在20℃时用比重计测定稀释液的密度,然后通过计算得到悬浮剂的实际密度。

A.2 仪器

比重计:范围 (1.000~1.100)g/mL

A.3 操作步骤

称取约100 g (精确至0.1g) 蒸馏水置于250 mL烧杯中。小心加入等量的悬浮剂,使产生最小气泡。缓慢地将液体倒入另一烧杯中使其混合。重复此操作,直至获得均匀的悬浮液。将该稀释液转移到250 mL量筒中,使其静置10 min~15 min。用移液管从液体表面除去残留的空气泡。此时悬浮液应是均匀的,调节温度至20℃±0.5℃。

轻轻地将比重计放入悬浮液中,使其靠自身重量下沉(如果比重计被按到其自然水平面以下,杆上的刻度是模糊不清的)。约5分钟后达到平衡状态,记录密度值。

在环境温度过高过低的情况下,必须用水浴保持稀释悬浮液于20℃。

A.4 计算

悬浮液的密度 ρ (g/mL, 20℃) 按式 (A1) 计算

$$\rho = \frac{m_1 \cdot \rho_1}{m_1 + m_2 - \rho_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (A1)$$

式中:

ρ_1 —稀释悬浮液的密度 (20℃时), 单位为克每毫升 (g/mL);

m_1 —水的质量, g;

m_2 —悬浮剂的质量, g。
