



中华人民共和国国家标准

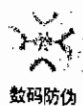
GB 20701—2006

三环唑可湿性粉剂

Tricyclazole wettable powders

2006-08-24 发布

2007-04-01 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章为强制性的,其余为推荐性的。

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(CSBTS/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:东农化工有限公司、常州市丰登农药厂、江苏长青农化股份有限公司、四川省化学工业研究院。

本标准主要起草人:张丕龙、武铁军、楼少巍、徐国新、王银花、于海平、陈茹娟。

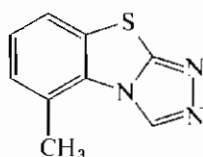
三环唑可湿性粉剂

该产品有效成分三环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：tricyclazole

化学名称：5-甲基-[1,2,4]-三唑并[2,4-b]苯并噻唑。

结构式：



实验式： $C_7H_7N_3S$ 。

相对分子质量：189.24(按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀菌。

熔点： $187^{\circ}\text{C} \sim 188^{\circ}\text{C}$ 。

沸点： 275°C 。

蒸气压(25°C)： $2.7 \times 10^{-2} \text{mPa}$ 。

溶解度(25°C , g/L)：水 1.6, 三氯甲烷 >500 , 甲醇 25, 丙酮 10.4, 二甲苯 2.1。

稳定性：不易被水和光分解, 对紫外光稳定。

1 范围

本标准规定了三环唑可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由三环唑原药、适宜的助剂和填料加工成的三环唑可湿性粉剂。

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 2001 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 14825 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的三环唑原药制成,为均匀的疏松粉末,不应有团块。

3.2 三环唑可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 三环唑可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
三环唑质量分数/% \geq	75.0 20.0
悬浮率/% \geq	70.0
水分/% \leq	2.0
pH 值范围	6.0~8.0
润湿时间/s \leq	60
细度(通过 45 μm 试验筛)/% \geq	98
热贮稳定性 ^a	合格
^a 热贮稳定性试验在正常生产情况下,每半年至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“固体制剂的采样”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 g。

4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与三环唑含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中三环唑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——本鉴别试验可与三环唑含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中三环唑的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 三环唑质量分数的测定

4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用流动相溶解,以乙腈+水为流动相,使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的三环唑进行反相液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯;

水:二次蒸馏水;

三环唑标样:已知质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:200 mm \times 4.6 mm(i. d.) 不锈钢柱,内装 ODS(C18)5 μm 填充物(或具有相同柱效的其他反相色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:50 μL 。

4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相:体积比 ϕ (乙腈:水)=30:70;

流动相流量:0.9 mL/min;

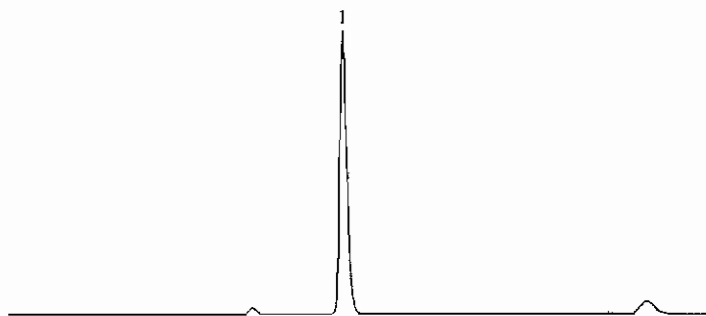
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:250 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:三环唑 8.7 min。

上述液相色谱操作条件,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。典型的三环唑可湿性粉剂的液相色谱图见图 1。



1——三环唑。

图 1 三环唑可湿性粉剂的液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取三环唑标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入乙腈溶解,定容并摇匀。用称液管移取上述溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释并定容。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取含三环唑 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入乙腈溶解,定容并摇匀。用称液管移取上述溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释并定容。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针三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、标样溶液的顺序进样分析。

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三环唑的峰面积分别进行平均。试样中三环唑的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中三环唑峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中三环唑峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——三环唑标样中三环唑的质量分数,%。

4.3.1.7 允许差

两次平行测定结果之差,75%应不大于 1.0%,20%应不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以正二十四烷为内标物,使用 SE-30/Gas chrom Q 填充物的色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的三环唑进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

正二十四烷：不应含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 4.8 g 正二十四烷，于 1 000 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀；

三环唑标样：已知质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：1 m \times 3.2 mm (i. d.) 玻璃柱，内填 7% SE-30/Gas chrom Q (或 chromosorb W-HP)，180 μ m \sim 250 μ m 的填充物；

微量进样器：10 μ L。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

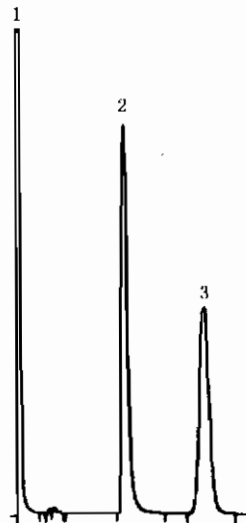
温度：柱温 240 $^{\circ}$ C，气化室 290 $^{\circ}$ C，检测器室 290 $^{\circ}$ C；

气体流量：载气(N₂)30 mL/min、氢气 40 mL/min、空气 400 mL/min；

进样量：2.0 μ L；

保留时间：三环唑 3 min；内标物 6 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。典型三环唑可湿性粉剂的气相色谱图见图 2。



- 1——溶剂；
- 2——三环唑；
- 3——正二十四烷。

图 2 三环唑可湿性粉剂的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取三环唑标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g)，置于一 25 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 25 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取含三环唑 0.1 g 的试样 (精确至 0.000 2 g)，置于一 25 mL 具塞玻璃瓶中，用与 4.3.2.5.1 同一支移液管准确加入 25 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.2.5.3 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,计算各针三环唑与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针三环唑与内标物峰面积比的相对变化小于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。

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三环唑与内标物峰面积比分别进行平均。试样中三环唑的质量分数 w_1 (%)按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot w}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

γ_1 ——标样溶液中,三环唑与内标物峰面积比的平均值;

γ_2 ——试样溶液中,三环唑与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——三环唑标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中三环唑的质量分数, %。

4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,75%应不大于1.0%,20%应不大于0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 悬浮率的测定

4.4.1 测定

称取含0.13 g三环唑的试样(精确至0.000 2 g)。按GB/T 14825进行。然后加入25 mL内标溶液,充分混合,将三环唑萃取出来,离心分离,取有机相,再按4.3进行测定三环唑质量分数,计算其悬浮率。

4.5 水分的测定

按GB/T 1600—2001中的“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.7 润湿时间的测定

按GB/T 5451进行。

4.8 细度测定

按GB/T 16150—1995中“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按GB/T 19136—2003中“粉体制剂”进行,热贮后在24 h内按4.3测定三环唑质量分数、按4.4测定悬浮率。测定结果三环唑质量分数允许降至贮前的95%,悬浮率应符合本标准的规定要求。

4.10 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 三环唑可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合GB 3796的规定。

5.2 三环唑可湿性粉剂采用铝箔袋或塑料袋包装,每袋净含量为100 g、200 g、250 g、500 g;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱,每箱净含量不超过20 kg。

5.3 也可以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。

- 5.4 三环唑可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
 - 5.5 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。
 - 5.6 安全:三环唑为中等毒性杀菌剂,吞噬或吸入均有毒。使用时,应戴好防护手套、口罩、穿干净防护服。使用后应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,应及时去医院检查治疗。
 - 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,从生产日期算起为2年。
-