

ICS 65.100.30
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 22622—2008

霜霉威盐酸盐水剂

Propamocarb hydrochloride aqueous solution

2008-12-17 发布

2009-06-01 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

本标准的第 3 章、第 5 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准附录 A 为资料性附录。

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:农业部农药检定所。

本标准主要起草人:李友顺、吴进龙、王小丽、陈铁春、单炜力。

霜霉威盐酸盐水剂

该产品有效成分霜霉威盐酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

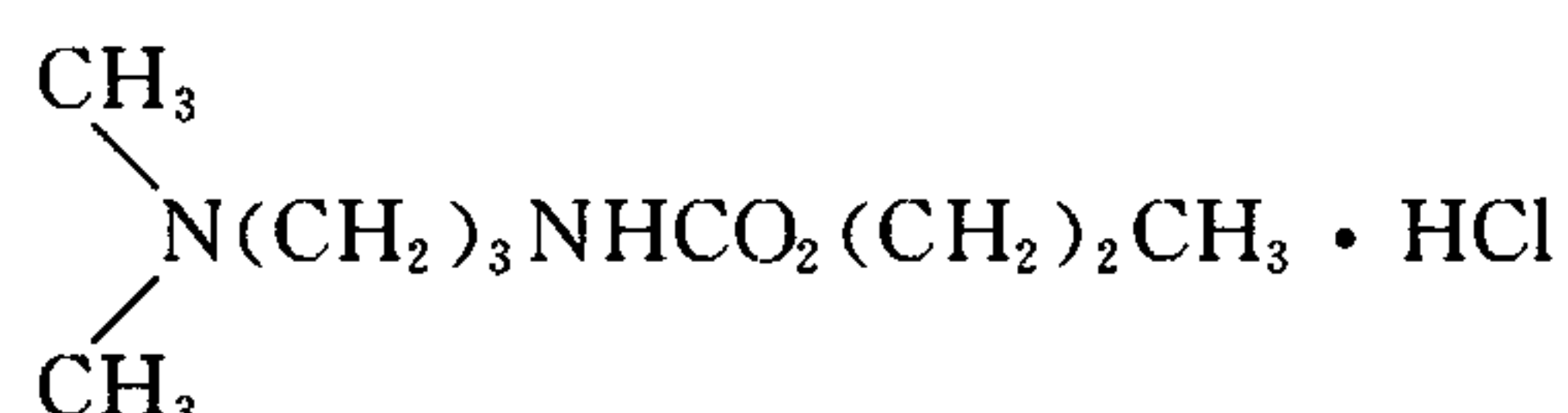
ISO 通用名称：propamocarb hydrochloride

CAS 登录号：25606-41-1

CIPAC 数字代号：399

化学名称：*N*-[3-(二甲基氨基)丙基]氨基甲酸丙酯盐酸盐

结构式：



实验式： $\text{C}_9\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2$

相对分子质量：224.7(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点：64.2 °C

蒸气压： 3.82×10^{-2} MPa(25 °C)

溶解度：水 >500 g/L(pH 7.0, 20 °C)，甲醇 656、二氯甲烷 >626、丙酮 560、乙酸乙酯 4.34、甲苯 0.14、己烷 <0.01(均为 g/L, 20 °C)

稳定性：不易水解和光解，400 °C 以下稳定

1 范围

本标准规定了霜霉威盐酸盐水剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由霜霉威(盐酸盐)原药(或霜霉威盐酸盐母药)和必要的助剂加工成的霜霉威盐酸盐水剂。

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 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 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

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霜霉威(盐酸盐)原药或霜霉威盐酸盐母药制成，外观为均相液体，无明显的悬浮物和沉淀。

3.2 霜霉威盐酸盐水剂应符合表 1 要求。

表 1 霜霉威盐酸盐水剂控制项目指标

项 目	指 标	
	722 g/L	35.0%
霜霉威盐酸盐质量分数 ^a /%	66.5±2.5	35.0±1.8
霜霉威盐酸盐质量浓度(20℃)/(g/L)	722±25	—
水不溶物质量分数/%	≤	0.3
pH 值范围	3.0~7.0	
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格	
低温稳定性 ^b	合格 ^a	
热贮稳定性 ^b	合格 ^a	
^a 当质量发生争议时以霜霉威质量分数为仲裁。 ^b 低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001“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 250 mL。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与霜霉威盐酸盐质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一个色谱峰的保留时间与标样溶液中主色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 霜霉威盐酸盐质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用蒸馏水溶解,以乙腈+1.5%氨水为流动相,使用以杂化硅胶为填料且耐碱性条件的 C₁₈ 不锈钢柱和紫外检测器,以外标法对试样中的霜霉威进行反相高效液相色谱分离和测定。也可采用以 Si 100 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器进行检测,色谱操作条件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

霜霉威(或霜霉威盐酸盐)标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪: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:150 mm×3.9 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 XTerra RP18,5 μm 填充物(或其他同等效果色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;

微量进样器:50 μL;

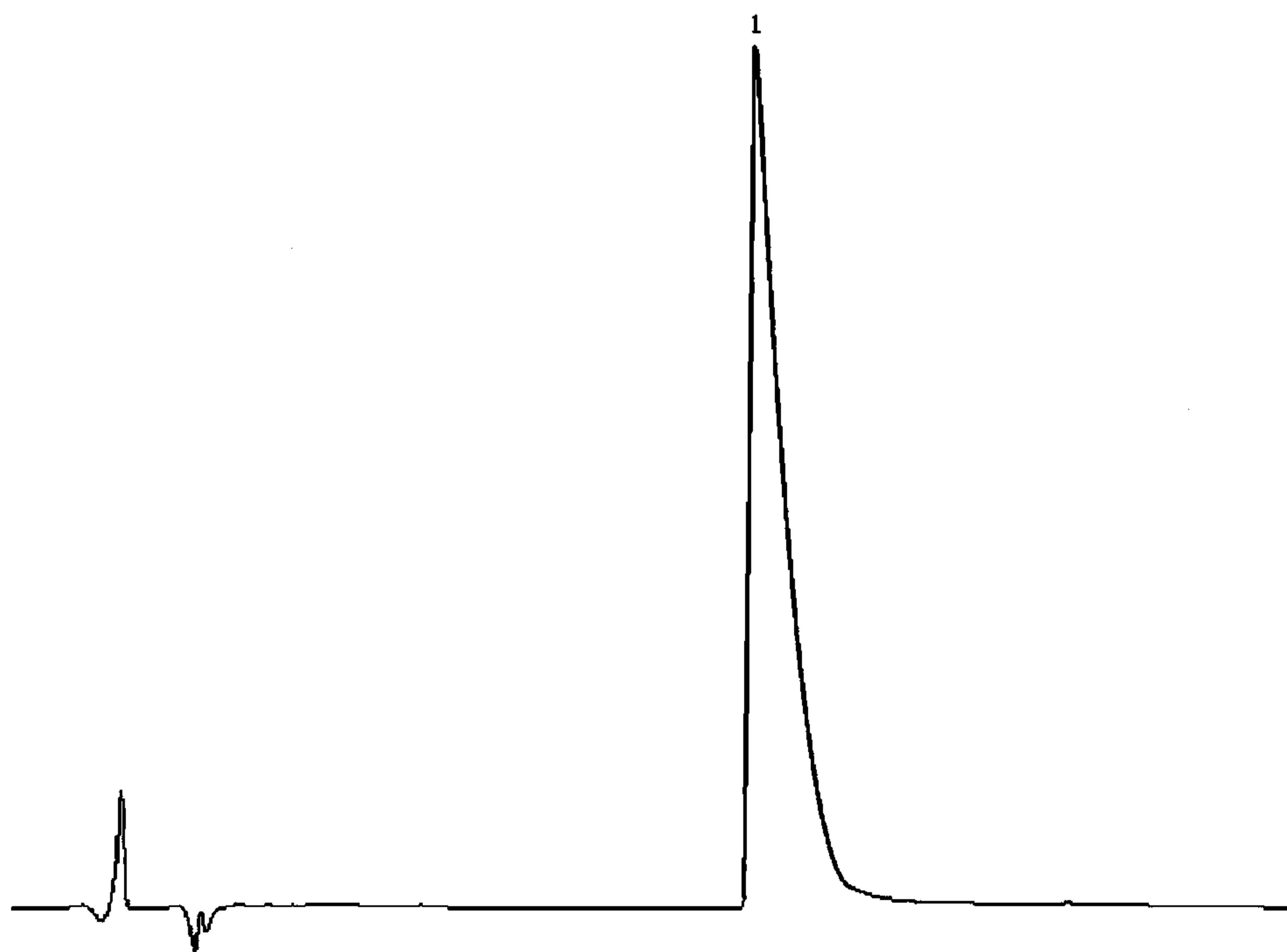
超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\psi(\text{乙腈}:1.5\% \text{氨水})=20:80$;

流动相流量:1.0 mL/min;
柱温:室温(温差变化应不大于 2 ℃);
检测波长:210 nm;
进样体积:20 μL;
保留时间:霜霉威约 5.8 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。典型的霜霉威盐酸盐水剂的高效液相色谱图见图 1。



1——霜霉威。

图 1 霜霉威盐酸盐水剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液配制

称取霜霉威(霜霉威盐酸盐)标样约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液配制

称取含霜霉威约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

4.3.5.3 1.5%氨水的配制

1 000 mL 蒸馏水中,准确加入 15 mL 质量分数约为 25%的氨水,摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

4.3.5.4 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,直至相邻两针霜霉威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。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中霜霉威峰面积分别进行平均。试样中霜霉威盐酸盐的质量分数 w_1 (%)按式(1)(标样为霜霉威盐酸盐时)或式(2)(标样为霜霉威时)进行计算,

霜霉威盐酸盐的质量浓度 ρ (g/L)按式(3)进行计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_3} \dots\dots\dots(1)$$

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_2 \times w \times 224.7}{A_1 \times m_3 \times 188.3} \dots\dots\dots(2)$$

$$\rho = w_1 \times d \times 10 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,霜霉威峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,霜霉威峰面积的平均值;

m_1 ——霜霉威盐酸盐标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——霜霉威标样的质量,单位为克(g);

m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

224.7——霜霉威盐酸盐的分子量;

188.3——霜霉威的分子量;

w ——标样中霜霉威(霜霉威盐酸盐)的质量分数,以%表示;

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

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于±2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水不溶物质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解,将所有不溶物滤出,干燥并称量。

4.4.2 仪器

称量瓶;

玻璃砂芯坩埚:G3;

吸滤瓶:100 mL;

烘箱:105℃±2℃。

4.4.3 测定步骤

于105℃下,将玻璃砂芯坩埚干燥至恒重(精确至0.0002g)。称取试样约20g(精确至0.01g),用200mL水淋洗转移至量筒中,盖上塞子,猛烈振摇,使可溶物全部溶解。将此溶液经玻璃砂芯坩埚过滤,用蒸馏水洗涤坩埚中的残留物,每次用25mL,共洗3次。置玻璃砂芯坩埚及残留物于105℃烘箱中干燥至恒重(精确至0.0002g)。

4.4.4 计算

水不溶物质量分数 w_2 (%),按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_5 ——玻璃砂芯坩埚与不溶物恒重后的质量,单位为克(g);

m_6 ——玻璃砂芯坩埚恒量后的质量,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 稀释稳定性试验

4.6.1 试剂和仪器

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$;

量筒:100 mL;

恒温水浴: $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$;

移液管:5 mL。

4.6.2 试验步骤

用移液管吸取 5 mL 试样,置于 100 mL 量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀。将此量筒放入 $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中,静置 1 h。如稀释液均一、无析出物为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中“乳剂和均相液体制剂”进行,析出固体或油状物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中“液体制剂”进行。热贮后,霜霉威盐酸盐的质量分数应不低于热贮前的 95%;其余各项指标仍应符合 3.2 要求。

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 霜霉威盐酸盐水剂的标签中应标明霜霉威盐酸盐的质量分数。

5.2 霜霉威盐酸盐水剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.3 霜霉威盐酸盐水剂可用带有内塞及外盖的聚酯瓶包装,每瓶净含量为 200 mL、1 000 mL 等;外包装用瓦楞纸箱或铝塑箱,每箱净容量不超过 20 000 mL。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的规定。

5.4 霜霉威盐酸盐水剂包装件应存放在通风、干燥的库房中,堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

5.5 贮运时,严防潮湿和日晒,避免渗入地面;不得与食物、饮料、动物饲料混放;避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

5.6 安全:霜霉威盐酸盐水剂是一种有毒的杀菌剂,对人体有害。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。如药剂接触皮肤,应立即用肥皂和清水冲洗;如溅入眼中,应立即用大量清水冲洗;必要时请医生诊治。如有误服,切勿催吐,请医生诊治,漱口并且饮用大量水,服下活性炭。

5.7 保证期:在规定的贮存、运输条件下,霜霉威盐酸盐水剂的保证期从生产日期算起为两年。

附录 A

(资料性附录)

液相色谱法测定霜霉威盐酸盐质量分数的方法(CIPAC 方法)

A.1 方法提要

试样用甲醇+水溶解,以甲醇+水+氨水为流动相,使用以 Si 100 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的霜霉威盐酸盐进行高效液相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;
水:新蒸二次蒸馏水;
氨水溶液:25%(质量分数);
混合溶液: ψ (甲醇:水)=80:20;
霜霉威盐酸盐(霜霉威)标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

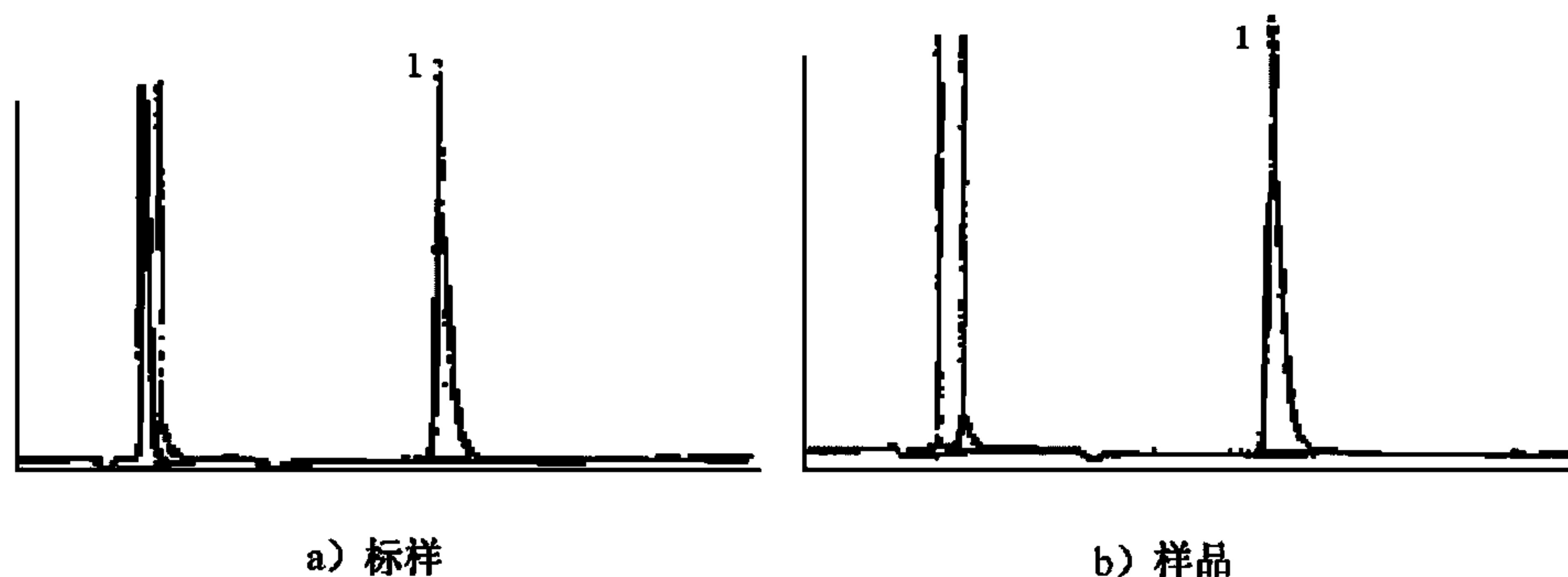
A.3 仪器

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:Lichrosorb Si 100, 250 mm \times 4 mm(i. d.), 5 μ m 不锈钢柱(或其他同等效果色谱柱);
过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;
微量进样器:50 μ L。

A.4 液相色谱操作条件

流动相: ψ (甲醇:水:氨水)=800:192:8;
流动相流量:1.0 mL/min;
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);
检测波长:210 nm;
进样体积:10 μ L;
保留时间:霜霉威约 7.4 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。典型的霜霉威盐酸盐水剂的液相色谱图见图 A.1。



1——霜霉威。

图 A.1 霜霉威盐酸盐水剂的液相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

准确称取约 0.175 g(精确至 0.000 2 g)的霜霉威盐酸盐标样于 100 mL 的容量瓶中,用混合溶液溶解,并定容至刻度,摇匀备用。

A.5.2 试样溶液的配制

准确称取约含霜霉威盐酸盐 0.2 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用混合溶液溶解,并定容至刻度,摇匀备用。经 0.45 μm 滤膜过滤,待用。

A.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,直至相邻两针霜霉威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。

A.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中霜霉威峰面积分别进行平均。试样中霜霉威盐酸盐的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)(标样为霜霉威盐酸盐时)或式(A.2)(标样为霜霉威时)进行计算,霜霉威盐酸盐的质量浓度 ρ (g/L)按式(A.3)进行计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_3} \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_2 \times w \times 224.7}{A_1 \times m_3 \times 188.3} \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

$$\rho = w_1 \times d \times 10 \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,霜霉威峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,霜霉威峰面积的平均值;

m_1 ——霜霉威盐酸盐标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——霜霉威标样的质量,单位为克(g);

m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

224.7——霜霉威盐酸盐的分子量;

188.3——霜霉威的分子量;

w ——标样中霜霉威(霜霉威盐酸盐)的质量分数,以%表示;

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

A.7 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于±2%,取其算术平均值作为测定结果。