

ICS 65.100.30
G 25



中华人民共和国国家标准

GB/T 10501—2016
代替 GB 10501—2000

多菌灵原药

Carbendazim technical material

2016-06-14 发布

2017-01-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 10501—2000《多菌灵原药》，与 GB 10501—2000 相比，主要技术变化如下：

——多菌灵质量分数指标取消分等分级；

——增加 DAP(2,3-二氨基吩嗪)、HAP(2-氨基-3-羟基吩嗪)质量分数指标。

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：江苏蓝丰生物化工股份有限公司、宁夏新安科技有限公司、山东华阳农药化工集团有限公司、安徽华星化工股份有限公司。

本标准主要起草人：马亚光、杨闻翰、谢印刚、夏强军、闫新华、殷宏树、李秀杰、唐震、马林、高文、庆光平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 10501—1989、GB 10501—2000。



多菌灵原药

1 范围

本标准规定了多菌灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由多菌灵及其生产中产生的杂质组成的多菌灵原药。

注：多菌灵、2,3-二氨基吩噻唑、2-氨基-3-羟基吩噻唑的其他名称、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 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

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 30361—2013 农药干燥减量的测定方法

3 要求

3.1 外观

白色或灰白色粉末。

3.2 技术指标

多菌灵原药还应符合表 1 要求。

表 1 多菌灵原药控制项目指标

项 目	指 标
多菌灵质量分数/%	\geq 97.0
干燥减量/%	\leq 0.8
2,3-二氨基吩噻唑(DAP)质量分数 ^a /(mg/kg)	\leq 5
2-氨基-3-羟基吩噻唑(HAP)质量分数 ^a /(mg/kg)	\leq 0.5
^a 正常生产时，2,3-二氨基吩噻唑、2-氨基-3-羟基吩噻唑质量分数每 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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与多菌灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中多菌灵的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与多菌灵标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。多菌灵标样红外光谱图见图 1。

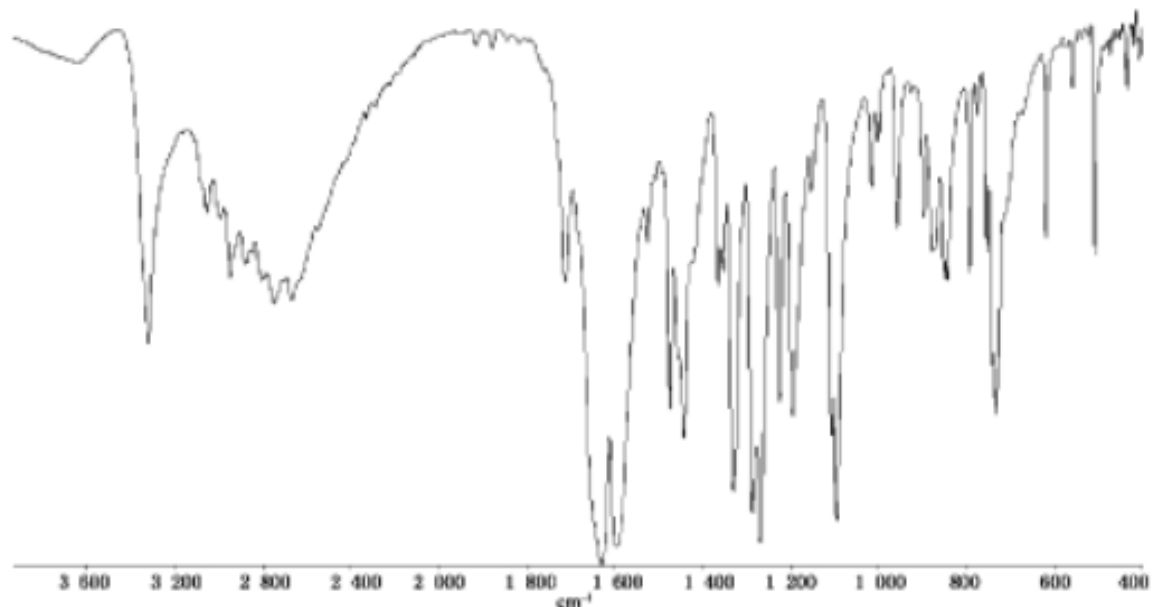


图 1 多菌灵标样的红外光谱图

4.4 多菌灵质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用冰乙酸溶解,以甲醇+水+氨水为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 282 nm 下,对试样中的多菌灵进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;
冰乙酸;
氨水;



水:新蒸二次蒸馏水;
 甲醇溶液: ϕ (甲醇:水)=60:40;
 多菌灵标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

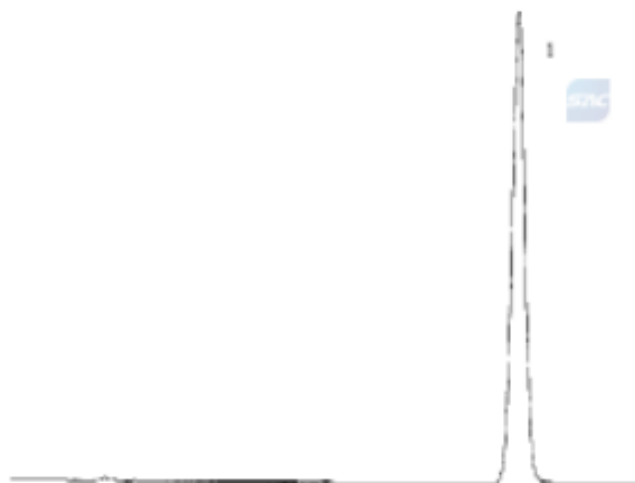
4.4.3 仪器

高效液相色谱仪,具有可变波长紫外检测器;
 色谱数据处理机或色谱工作站;
 色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水:氨水)=60:40:0.13,经滤膜过滤,并进行脱气;
 流速:1.0 mL/min;
 柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);
 检测波长:282 nm;
 进样体积:5 μ L;
 保留时间:多菌灵约 5.6 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。
 典型的多菌灵原药高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——多菌灵。

图 2 多菌灵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 0.1 g(精确至 0.000 1 g)多菌灵标样于 100 mL 容量瓶中,准确加入 10 mL 冰乙酸振摇使标

样溶解,加入 80 mL 甲醇溶液超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇溶液定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 多菌灵的试样于 100 mL 容量瓶中,准确加入 10 mL 冰乙酸振荡使试样溶解,加入 80 mL 甲醇溶液超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇溶液定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,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,直至相邻两针多菌灵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。

4.4.5.4 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多菌灵峰面积分别进行平均。试样中多菌灵的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中多菌灵的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,多菌灵峰面积的平均值;

m_1 ——多菌灵标样的质量,单位为克(g);

w ——多菌灵标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,多菌灵峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

多菌灵质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 干燥减量的测定

按 GB/T 30361—2013 中 2.1 进行。

4.6 2,3-二氨基吩嗪(DAP)和 2-氨基-3-羟基吩嗪(HAP)质量分数测定

4.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以缓冲盐溶液+乙腈为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外-可见检测器,在波长 453 nm 下,对试样中的 2,3-二氨基吩嗪(DAP)和 2-氨基-3-羟基吩嗪(HAP)质量分数进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。(DAP、HAP 的检出限为 0.1 mg/kg)

4.6.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯;

甲醇:色谱纯;

磷酸二氢钾;

磷酸氢二钠;

水:新蒸二次蒸馏水;

DAP 标样:已知质量分数, $w \geq 99.5\%$;

HAP 标样:已知质量分数, $w \geq 94.0\%$;

磷酸二氢钾溶液: $\rho(0.5 \text{ g/L})$;

磷酸氢二钠溶液: $\rho(0.9 \text{ g/L})$;

缓冲盐溶液:磷酸二氢钾溶液+磷酸氢二钠溶液=1+1(体积比)。

4.6.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外-可见检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:100 μL ;

定量进样管:50 μL ;

超声波清洗器。

4.6.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (缓冲盐溶液:乙腈)=80:20,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

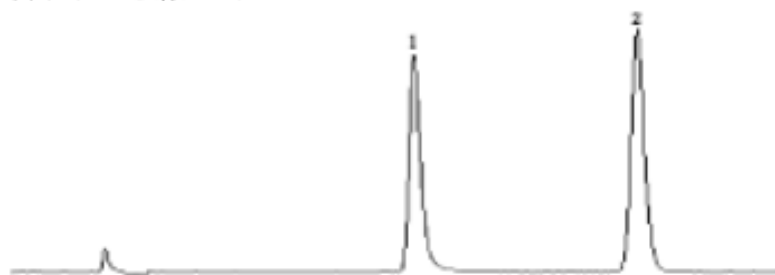
检测波长:453 nm;

进样体积:50 μL ;

保留时间:HAP 约 10.3 min,DAP 约 16.1 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 HAP、DAP 高效液相色谱图见图 3、图 4。



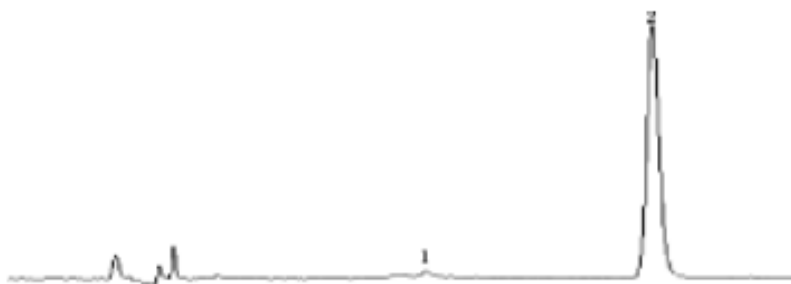
说明:

1—HAP;

2—DAP.

图 3 HAP、DAP 标样的高效液相色谱图





说明:

1—HAP;

2—DAP.

图 4 多菌灵原药中 HAP、DAP 的高效液相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的制备

各称取 0.005 g(精确至 0.000 1 g)DAP、HAP 标样于 50 mL 容量瓶中,加入 45 mL 甲醇超声波振荡 20 min,冷却至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的制备

称取 2 g(精确至 0.000 1 g)多菌灵的试样于 100 mL 容量瓶中,用移液管移取 50 mL 甲醇溶液于容量瓶中,超声波振荡 20 min,冷却至室温,离心。

4.6.5.3 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 DAP(HAP)面积相对变化小于 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。

4.6.5.4 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 DAP(HAP)峰面积分别进行平均。试样中 DAP(HAP)的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{25A_1 \times m_2} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_2 ——试样中 DAP(HAP)的质量分数,以 mg/kg 表示;

A_2 ——试样溶液中,DAP(HAP)峰面积的平均值;

m_1 ——DAP(HAP)标样的质量,单位为克(g);

w ——DAP(HAP)标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,DAP(HAP)峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

25——稀释倍数。

4.6.6 允许差

DAP(HAP)质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于 30%,取其算术平均值作为测定结果。

4.7 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

多菌灵原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

多菌灵原药应用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装,每桶(袋)净重 25 kg、50 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 3796 的规定。

5.2 贮运

多菌灵原药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

多菌灵为低毒杀菌剂,对植物安全。使用本品时应穿戴防护用品,使用后应用肥皂清水洗净。如发生中毒现象应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

多菌灵原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附录 A
(资料性附录)

多菌灵、2,3-二氨基吩嗪、2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分多菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数

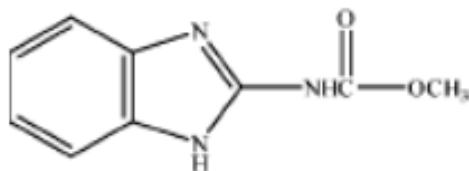
ISO 通用名称: carbendazim

CAS 登录号: 10605-21-7

CIPAC 数字代号 263

化学名称: *N*-(2-苯并咪唑基)氨基甲酸甲酯

结构式:



实验式: $C_9H_9N_2O_2$

相对分子质量: 191.2

生物活性: 杀菌

熔点 ($^{\circ}C$): 306

溶解度 (24 $^{\circ}C$ g/L): 水 0.08, 乙醇 0.3, 二氯甲烷 0.07, 丙酮 0.3, 乙酸乙酯 0.1, 苯 0.04, 正己烷 < 0.01, 环己烷 < 0.01; 溶于有机酸, 如乙酸并形成盐

蒸汽压 (20 $^{\circ}C$): $<4 \times 10^{-6}$ Pa

稳定性: 热稳定性好, 化学性质较稳定, 在碱性溶液中缓慢分解

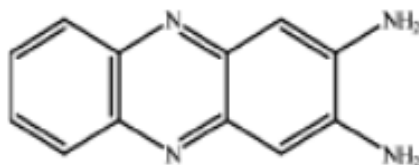
A.2 本产品杂质成分 2,3-二氨基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 2,3-diaminophenazine

CAS 登记号: 655-86-7

化学名称: 2,3-二氨基吩嗪

结构式:



实验式: $C_{12}H_{10}N_4$

相对分子质量: 210.23

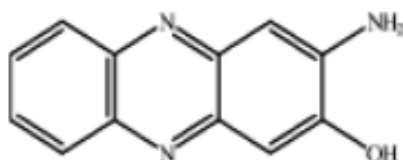
A.3 本产品杂质成分 2-氨基-3-羟基吩嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 2-amino-3-hydroxyphenazine

CAS 登记号: 4569-77-1

化学名称: 2-氨基-3-羟基吩嗪

结构式:



实验式: $C_{12}H_9N_3O$

相对分子质量: 211.22

