

# 中华人民共和国国家标准

GB 22171—2008

## 15%多效唑可湿性粉剂

15% Paclobutrazol wettable powders

2008-07-11 发布

2009-01-01 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:四川省化学工业研究设计院、江苏建农农药化工有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏剑牌农药化工有限公司。

本标准主要起草人:许来威、张雪冰、邢红、段秀洪、许祥生、陈茹娟、周建华、胡春红。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

## 15%多效唑可湿性粉剂

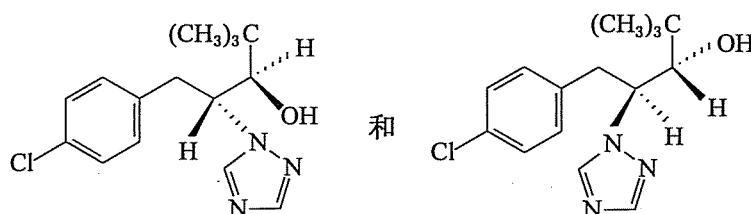
该产品有效成分多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Paclobutrazol

CAS 登录号：[76738-62-0]

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

结构式：



实验式： $C_{15}H_{20}ClN_3O$

相对分子质量：293.8(按 2005 国际相对原子质量计)

生物活性：植物生长调节剂

熔点： $165\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 166\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压： $1\text{ }\mu\text{Pa}(20\text{ }^{\circ}\text{C})$

相对密度( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ )：1.22

溶解度( $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , g/L)：水中  $2.6\times 10^{-2}$ 、丙酮 110、环己酮 180、二氯甲烷 100、正己烷 10、二甲苯 60、甲醇 150、丙二醇 50

稳定性： $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  贮存 2 年以上稳定； $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  贮存 6 个月以上稳定；在 pH4~pH9 水中稳定；在 pH7 条件下紫外光照射 10 d 不降解

### 1 范围

本标准规定了 15%多效唑可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由多效唑原药、填料及适宜的助剂加工而成的 15%多效唑可湿性粉剂。

### 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 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 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136 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多效唑原药与适宜的助剂和填料加工制成,为组成均匀的疏松粉末,不应有团块。

3.2 15%多效唑可湿性粉剂应符合表1要求。

表1 15%多效唑可湿性粉剂控制项目指标

| 项 目                                   | 指 标      |
|---------------------------------------|----------|
| 多效唑质量分数/%                             | 15.0±1.0 |
| 悬浮率/%                                 | 75       |
| 水分/%                                  | ≤2.0     |
| pH 值范围                                | 6.0~10.0 |
| 润湿时间/s                                | ≤90      |
| 细度(通过 44 μm 标准筛)/%                    | ≥98      |
| 热贮稳定性试验 <sup>a</sup>                  | 合格       |
| <sup>a</sup> 正常生产时,热贮稳定性试验每3个月至少进行一次。 |          |

## 4 试验方法

## 4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 300 g。

## 4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与多效唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中多效唑色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与多效唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中多效唑色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

## 4.3 多效唑质量分数的测定

## 4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

## 4.3.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇-乙腈-水为流动相,选用 Nova-pak C<sub>18</sub>, 5 μm 为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器,对试样中的多效唑进行液相色谱分离和测定。

## 4.3.1.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

乙腈:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

多效唑标样:已知质量分数  $w \geq 99.0\%$ 。

## 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:3.9 mm(i. d.)×150 mm 不锈钢柱,内装 Nova-pak C<sub>18</sub>, 5 μm 填充物(或具有相同柱效的

其他反相色谱柱)；

超声波浴槽；

过滤器：滤膜孔径约  $0.45\ \mu\text{m}$ ；

微量进样器：不小于  $50\ \mu\text{L}$ 。

#### 4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相： $\phi(\text{CH}_3\text{OH} : \text{CH}_3\text{CN} : \text{H}_2\text{O}) = 35 : 20 : 45$ ；

流动相流量： $1.0\ \text{mL}/\text{min}$ ；

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

检测波长： $230\ \text{nm}$ ；

进样体积： $10\ \mu\text{L}$ ；

保留时间(min)：4-H多效唑 3.8、多效唑Ⅱ体 6.3、多效唑 7.7、氯唑酮 9.6。

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15%多效唑可湿性粉剂的液相色谱图见图1。



- 1——4-H多效唑；  
2——多效唑Ⅱ体；  
3——多效唑；  
4——氯唑酮。

图1 15%多效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

称取多效唑标样  $0.10\ \text{g}$ (精确至  $0.0002\ \text{g}$ )，置于  $50\ \text{mL}$  容量瓶中，加入  $40\ \text{mL}$  甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解  $5\ \text{min}$ 。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用移液管准确吸取  $5\ \text{mL}$ ，置于另一  $50\ \text{mL}$  容量瓶中，加甲醇定容，摇匀。

##### 4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取试样  $0.07\ \text{g}$ (精确至  $0.0002\ \text{g}$ )，置于  $50\ \text{mL}$  容量瓶中，加入  $40\ \text{mL}$  甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解  $5\ \text{min}$ 。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用滤膜孔径约  $0.45\ \mu\text{m}$  的过滤器过滤。

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,直至相邻两针多效唑峰面积相对变化小于1.0%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多效唑的峰面积分别进行平均。试样中多效唑的质量分数  $w_1$  (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$A_1$ ——标样溶液中多效唑峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中多效唑峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中多效唑的质量分数,以%表示。

4.3.1.7 允许差

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。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三苯甲烷为内标物,使用 HP-5(5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷)涂壁的石英毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的多效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;

三苯甲烷:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 5.8 g 三苯甲烷,于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀;

多效唑标样:已知质量分数  $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细柱,内壁涂 HP-5(5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷),膜厚 0.25  $\mu$ m;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

柱室温度(程序升温):起始 200  $^{\circ}$ C,保持 8 min;再以 20  $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 250  $^{\circ}$ C,保持 7 min;

气化室温度:280  $^{\circ}$ C;

检测器温度:280  $^{\circ}$ C;

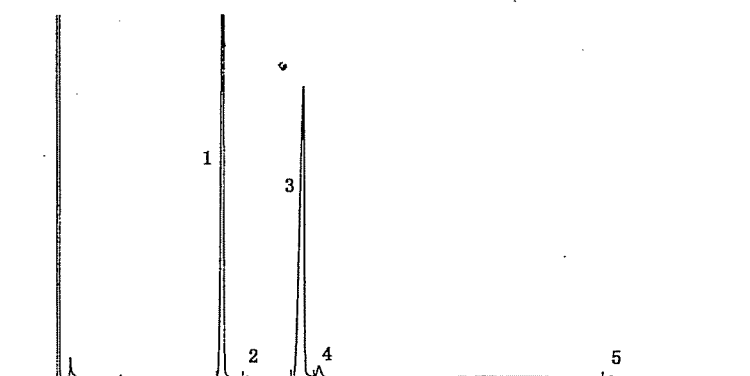
气体流量(mL/min):载气( $N_2$ )2.0、氢气 30、空气 300、补偿气( $N_2$ )25;

分流比:40 : 1;

进样量( $\mu$ L):1.0;

保留时间(min):内标物 5.0、氯唑酮 5.6、多效唑 6.9、多效唑 II 体 7.3、4-H 多效唑 15.1。

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 15%多效唑可湿性粉剂的气相色谱图见图 2。



- 1——内标物；  
2——氯唑啉；  
3——多效唑；  
4——多效唑Ⅱ体；  
5——4-H多效唑。

图2 15%多效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

称取多效唑标样 0.10 g(精确至 0.000 2 g),置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,溶解、摇匀。

##### 4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.67 g(精确至 0.000 2 g),置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.3.2.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,溶解、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,计算各针多效唑与内标物峰面积比的重复性,待相邻两针多效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多效唑与内标物峰面积比分别进行平均。试样中多效唑的质量分数  $w_1$ (%)按式(2)计算:

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

式中:

$\gamma_1$ ——标样溶液中,多效唑与内标物峰面积比的平均值;

$\gamma_2$ ——试样溶液中,多效唑与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——多效唑标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中多效唑的质量分数,以%表示。

##### 4.3.2.7 允许差

多效唑质量分数的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 悬浮率的测定

##### 4.4.1 液相色谱法(仲裁法)

##### 4.4.1.1 测定步骤

按 GB/T 14825 进行。称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)。用 60 mL 甲醇将量筒内剩余的 25 mL

悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,在超声波下振荡 5 min,冷却至室温后,加入甲醇定容,摇匀;用滤膜孔径约 0.45 μm 的过滤器过滤。\*按 4.3.1 测定其中的多效唑质量。

4.4.1.2 计算

悬浮率  $w_2$ (%) 计算见下式:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 111.1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$m_1 = m_s \cdot w_1 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$m_2 = \frac{A_2 \times m_b \times w}{A_1 \times 5} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $A_1$ ——标样溶液中多效唑峰面积的平均值;
- $A_2$ ——由剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物所配制的试样溶液中多效唑峰面积的平均值;
- $m_1$ ——试样中多效唑的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物中多效唑的质量,单位为克(g);
- $m_s$ ——试样的质量,单位为克(g);
- $m_b$ ——标样的质量,单位为克(g);
- $w_1$ ——试样中多效唑的质量分数,以%表示;
- $w$ ——标样中多效唑的质量分数,以%表示。

4.4.1.3 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 气相色谱法

4.4.2.1 测定步骤

按 GB/T 14825 进行。称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)。用 60 mL 水将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 烧杯中。将烧杯在 100 °C ± 2 °C 烘箱或沸水浴上烘干后,用与 4.3.2.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,溶解、摇匀。按 4.3.2 测定其中的多效唑质量。

4.4.2.2 计算

悬浮率  $w_2$ (%) 按下式计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 111.1 \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$m_1 = m_s \cdot w_1 \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$m_2 = \frac{\gamma_2 \times m_b \times w}{\gamma_1} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $\gamma_1$ ——标样溶液中,多效唑与内标物峰面积比的平均值;
- $\gamma_2$ ——由剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物烘干后所配制的试样溶液中,多效唑与内标物峰面积比的平均值;
- $m_1$ ——试样中多效唑的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物中多效唑的质量,单位为克(g);
- $m_s$ ——试样的质量,单位为克(g);
- $m_b$ ——标样的质量,单位为克(g);
- $w_1$ ——试样中多效唑的质量分数,以%表示;
- $w$ ——标样中多效唑的质量分数,以%表示。

4.4.2.3 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 5%,取其算术平均值作为测定结果。



#### 4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

#### 4.6 pH 值测定

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

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

#### 4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后多效唑质量分数、悬浮率仍符合 3.2 的要求为合格。

#### 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 15%多效唑可湿性粉剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 15%多效唑可湿性粉剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量为 25 kg 或 50 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 15%多效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:本品属低毒类农药,吞噬和吸入均有毒。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,15%多效唑可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
15%多效唑可湿性粉剂  
GB 22171—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

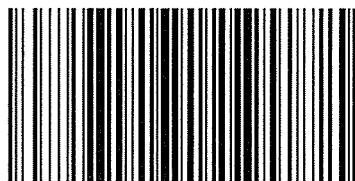
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-34052 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB 22171—2008