

ICS 65. 100. 30

G 25

备案号: 60542~60544—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3293~3295—2017

代替 HG/T 3293~3295—2001

三唑酮原药、可湿性粉剂 和 20 %三唑酮乳油 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

| | | |
|----------------|-----------------|-------|
| HG/T 3293—2017 | 三唑酮原药 | (1) |
| HG/T 3294—2017 | 20 %三唑酮乳油 | (17) |
| HG/T 3295—2017 | 三唑酮可湿性粉剂 | (33) |

ICS 65. 100. 30
G 25
备案号: 60542—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3293—2017

代替 HG/T 3293—2001

三唑酮原药

Triadimefon technical material

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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 HG/T 3293—2001 《三唑酮原药》。与 HG/T 3293—2001 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 三唑酮质量分数指标由不小于 95.0 % 提高至不小于 96.0 %；
- 对氯苯酚质量分数指标改为抽检项目；
- 丙酮不溶物指标由不大于 0.5 % 修改为不大于 0.3 %。

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/TC133）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：江苏剑牌农化股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、山西绿海农药科技有限公司。

本标准主要起草人：李东、邢红、刘志勇、乔雪梅、王改霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 3293—1989；HG 3293—2001；HG/T 3293—2001。

三唑酮原药

1 范围

本标准规定了三唑酮原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由三唑酮及其生产中产生的杂质组成的三唑酮原药。

注：三唑酮及对氯苯酚的其他名称、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 1600—2001 农药水分测定方法

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

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB/T 28135—2011 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

白色至微黄色粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

三唑酮原药还应符合表 1 的要求。

表 1 三唑酮原药控制项目指标

| 项 目 | 指 标 |
|--|--------|
| 三唑酮质量分数/% | ≥ 96.0 |
| 对氯苯酚质量分数 ^a /% | ≤ 0.5 |
| 水分/% | ≤ 0.4 |
| 丙酮不溶物 ^a /% | ≤ 0.3 |
| 酸度（以 H ₂ SO ₄ 计）/% | ≤ 0.3 |
| ^a 正常生产时，对氯苯酚质量分数、丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。 | |

4 试验方法

4.1 警示

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。

4.2 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。检测结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

4.4 鉴别试验

红外光谱法——试样与三唑酮标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应无明显差异。三唑酮标样的红外光谱图见图 1。

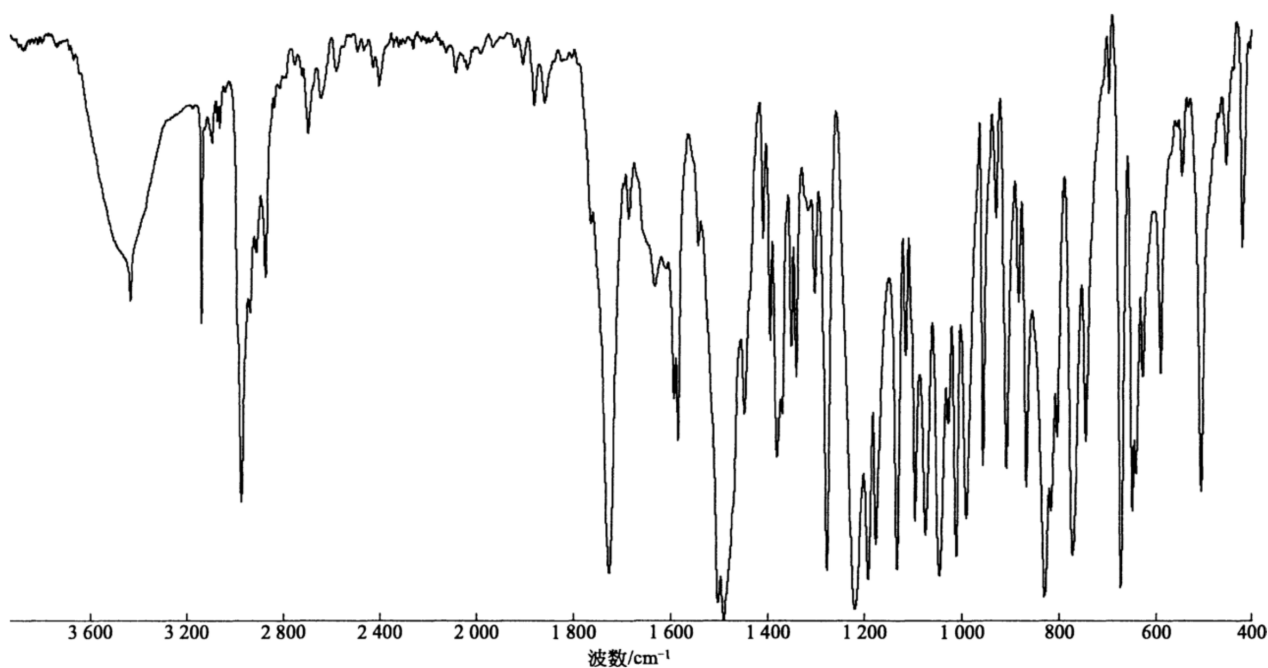


图 1 三唑酮标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与三唑酮质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中三唑酮的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与三唑酮质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中三唑酮的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 三唑酮质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解。以邻苯二甲酸二丁酯为内标，使用内涂 DB-5 的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的三唑酮进行气相色谱分离，以内标法定量。也可采用液相色谱法测定，色谱操作条件参见附录 B。

4.5.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

三唑酮标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取 5.0 g 邻苯二甲酸二丁酯，置于 500 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 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.) 毛细管柱，键合 DB-5，膜厚 0.25 μm （或具同等效果的色谱柱）。

微量进样器：10 μL 。

4.5.4 气相色谱操作条件

温度：色谱柱 195 $^{\circ}\text{C}$ ，气化室 270 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器室 280 $^{\circ}\text{C}$ ；

气体流量：载气 (N_2) 2.0 mL/min，分流比 30 : 1，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min；

进样量：1.0 μL ；

保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约 5.7 min，三唑酮约 6.6 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的三唑酮原药与内标物的气相色谱图见图 2。

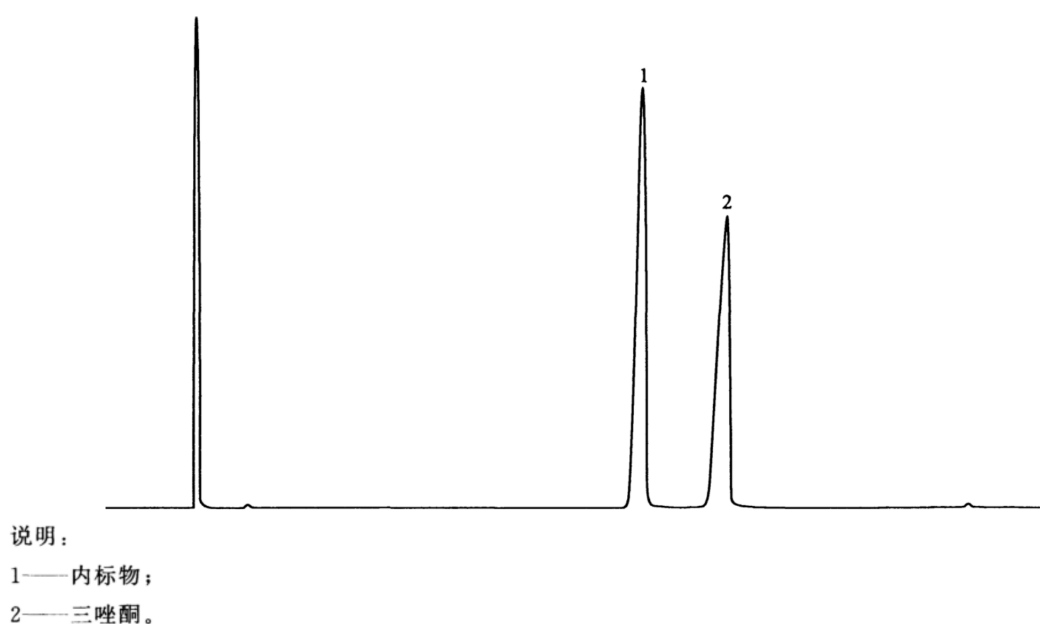


图 2 三唑酮原药与内标物的气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 三唑酮标样（精确至 0.000 1 g），置于一具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 三唑酮的原药试样（精确至 0.000 1 g），置于一具塞玻璃瓶中，用与 4.5.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.5.5.3 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，计算各针三唑酮与内标物峰面积之比的重复性，直至相邻两针三唑酮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。

4.5.5.4 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三唑酮与内标物的峰面积之比分别进行平均。试样中三唑酮质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_1 ——试样中三唑酮质量分数，以 % 表示；
- r_2 ——试样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值；
- m_1 ——三唑酮标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中三唑酮质量分数，以 % 表示；
- r_1 ——标样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.5.6 允许差

三唑酮质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 对氯苯酚质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用乙腈溶解。以乙腈+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 276 nm 下对试样中的对氯苯酚进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

4.6.2 试剂和溶液

乙腈：色谱级。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

对氯苯酚标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.6.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C₁₈ 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。

超声波清洗器。

4.6.4 液相色谱操作条件

流动相： ϕ (乙腈：水)=40：60，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：35 $^{\circ}$ C；

检测波长：276 nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间：对氯苯酚约 4.5 min，三唑酮约 17.5 min。

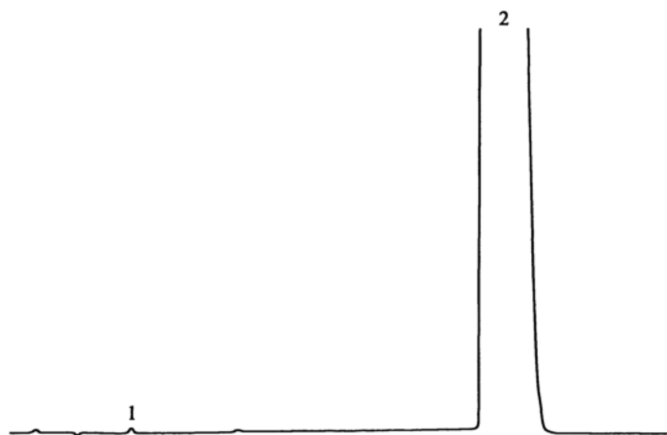
上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的对氯苯酚标样和三唑酮原药中对氯苯酚的高效液相色谱图分别见图 3 和图 4。



说明：

1——对氯苯酚。

图 3 对氯苯酚标样中对氯苯酚的高效液相色谱图



说明：

1——对氯苯酚；

2——三唑酮。

图 4 三唑酮原药中对氯苯酚的高效液相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 对氯苯酚标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，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 2 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的制备

称取约 2 g 原药试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用 0.45 μm 孔径滤膜过滤。

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，直至相邻两针对氯苯酚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。

4.6.5.4 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对氯苯酚峰面积分别进行平均。试样中对氯苯酚质量分数按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{25 A_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_1 ——试样中对氯苯酚质量分数，以 % 表示；
- A_2 ——两针试样溶液中对氯苯酚峰面积的平均值；
- m_1 ——对氯苯酚标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中对氯苯酚质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——两针标样溶液中对氯苯酚峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- 25——标样稀释倍数。

4.6.6 允许差

对氯苯酚质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.9 酸度的测定

按 GB/T 28135—2011 中 3.4.1 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。三唑酮原药的验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

三唑酮原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。三唑酮原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净含量一般为 20 kg、25 kg 或 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。

6.2 贮运

三唑酮原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

附录 A

(资料性附录)

三唑酮及对氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分三唑酮的其他名称、结构式和基本物化参数

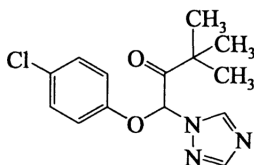
ISO 通用名称: Triadimefon

CAS 登录号: 43121-43-3

IUPAC 名称: 1-(4-氯苯氧基)-3,3-二甲基-1-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基)丁基-2-酮

化学名称: 1-(4-氯苯氧基)-3,3-二甲基-1-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基)-2-丁酮

结构式:



实验式: $C_{14}H_{16}ClN_3O_2$

相对分子质量: 293.8

生物活性: 杀菌

熔点: 82.3 °C

溶解度 (g/L, 20 °C): 水中 0.064; 可溶于大多数有机溶剂 (脂肪烃除外): 正己烷 6.3, 二氯甲烷、甲苯 > 200, 异丙醇 99

A.2 对氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

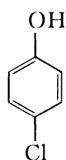
ISO 通用名称: *p*-Chlorophenol

CAS 登录号: 106-48-9

化学名称: 4-氯-1-羟基苯

中文别名: 4-羟基氯苯; 对氯(苯)酚; 对羟基氯苯; 4-氯苯酚; 4-氯酚

结构式:



实验式: C_6H_5ClO

相对分子质量: 128.56

熔点: 41 °C ~ 45 °C

溶解度: 水 2.74 g/100 mL (20 °C), 易溶于乙醇、醚、氯仿、苯

附 录 B

(资料性附录)

三唑酮质量分数液相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以乙腈+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 223 nm 下对试样中的三唑酮进行反相高效液相色谱分离,以外标法定量。

B.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

乙腈:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

三唑酮标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱柱:150 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱,内装 5 μ m C_{18} 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。

超声波清洗器。

B.4 液相色谱操作条件

流动相: ϕ (乙腈:水)=50:50,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

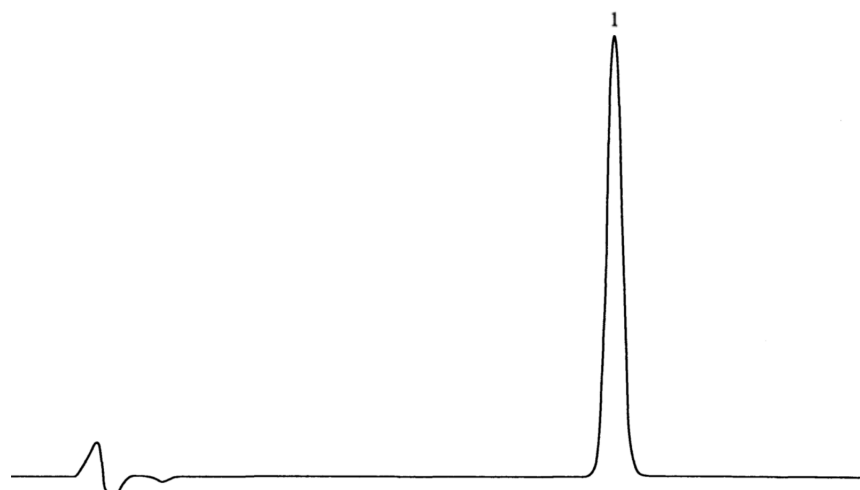
柱温:35 $^{\circ}$ C;

检测波长:223 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:三唑酮约 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做适当调整,以期获得最佳效果。典型的三唑酮原药的高效液相色谱图见图 B.1。



说明:

1——三唑酮。

图 B.1 三唑酮原药的高效液相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 三唑酮标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，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 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 三唑酮的原药试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，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 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

B.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，直至相邻两针三唑酮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、标样溶液的顺序进行测定。

B.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三唑酮峰面积分别进行平均。试样中三唑酮质量分数按公式（B.1）计算：

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

式中：

w_1 ——试样中三唑酮质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中三唑酮峰面积的平均值；

m_1 ——三唑酮标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中三唑酮质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中三唑酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

B.5.5 允许差

三唑酮质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

中华人民共和国
化工行业标准
三唑酮原药、可湿性粉剂
和 20 %三唑酮乳油
(2017)

HG/T 3293~3295—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3½ 字数 79.4 千字

2018 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2406

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2018年8月22日

