

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4578—2025

烯效唑原药

Uniconazole technical material

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部

发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司、浙江长三角化学品安全评价有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、鹤壁全丰生物科技有限公司。

本文件主要起草人：黎娜、刘月、胡春红、姜东军、周玉红、张廷琴、程宏雪。



烯效唑原药

1 范围

本文件规定了烯效唑原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了烯效唑原药的试验方法。

本文件适用于烯效唑原药产品的质量控制。

注：烯效唑、烯效唑 Z 体和多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 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/T8170—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 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

白色至浅黄色粉末。

4.2 技术指标

烯效唑原药应符合表 1 的要求。

表 1 烯效唑原药技术指标

项 目	指 标
烯效唑质量分数，%	≥90.0
多效唑质量分数，%	≤3.0
水分，%	≤0.5
丙酮不溶物，%	≤0.5
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)，%	≤0.2

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

烯效唑原药与烯效唑标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。烯效唑标样的红外光谱图见图 1。

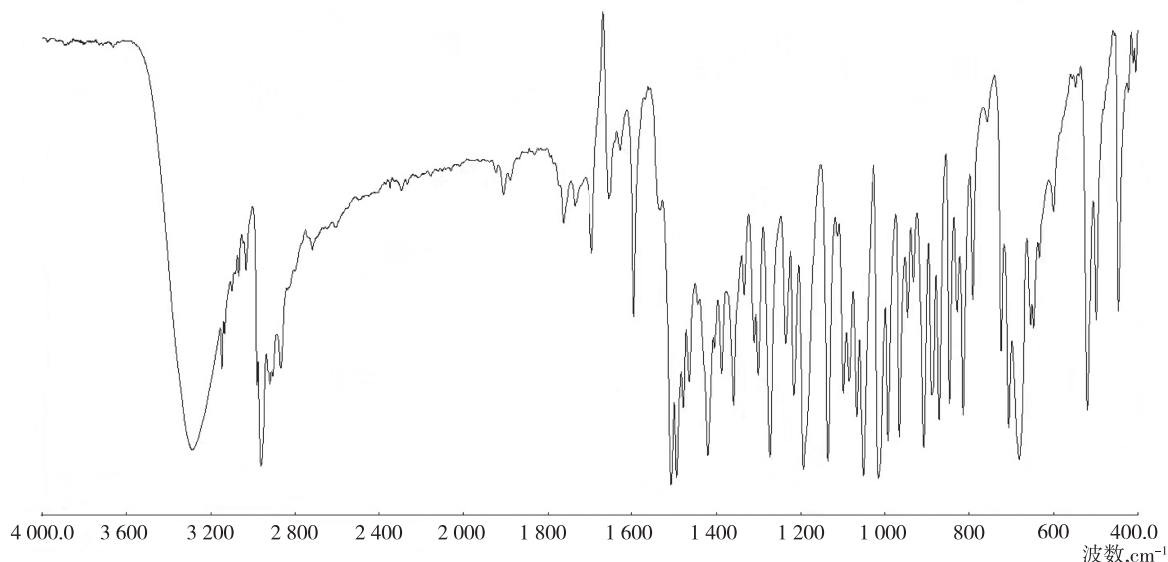


图 1 烯效唑标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与烯效唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中烯效唑色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 烯效唑质量分数

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+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 254 nm 下对试样中的烯效唑进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇:色谱级。

5.5.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 烯效唑标样:已知烯效唑质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱:150 mm×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)。

5.5.3.3 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相: $\phi_{(\text{甲醇}:\text{水})} = 70:30$ 。

5.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2℃)。

5.5.4.4 检测波长:254 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 mL。

5.5.4.6 保留时间:烯效唑约 7.3 min。

5.5.4.7 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。典型的烯效唑原药的高效液相色谱图见图 2。

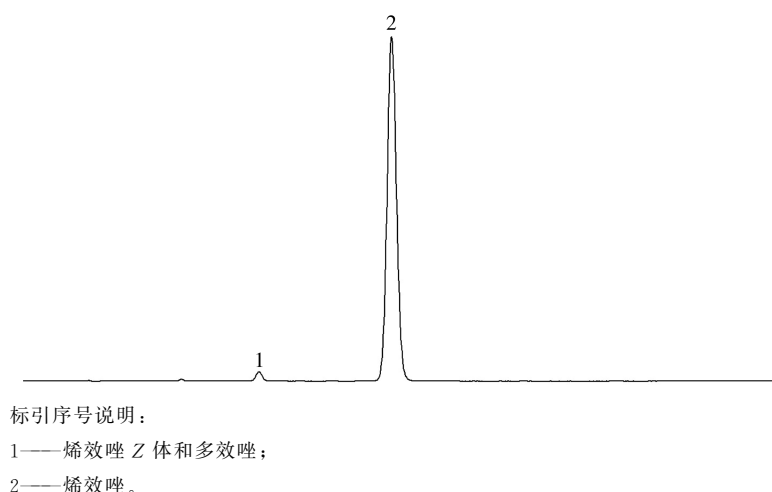


图 2 烯效唑原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)烯效唑标样,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含烯效唑 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的原药试样,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 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,直至相邻两针烯效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、标样溶液的顺序进行测定。

5.5.6 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烯效唑的峰面积分别进行平均。试样中烯效唑的质量分数按公式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中烯效唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中烯效唑峰面积的平均值;

m_1 ——烯效唑标样质量的数值,单位为克(g);

ω_{b1} ——标样中烯效唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中烯效唑峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.7 允许差

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。

5.6 多效唑质量分数

5.6.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解,以三苯甲烷为内标物,使用(5%苯基)甲基聚硅氧烷涂壁的石英毛细管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,内标法定量。方法中多效唑最低定量限的质量浓度为 0.01 mg/mL,样品中多效唑最低定量限的质量分数为 0.2%。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 二氯甲烷:色谱级。

5.6.2.2 内标物:三苯甲烷,应没有干扰分析的杂质。

5.6.2.3 内标溶液:称取三苯甲烷 0.08 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.4 多效唑标样:已知多效唑质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.6.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,内壁涂(5%苯基)甲基聚硅氧烷,膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

5.6.3.3 超声波清洗器。

5.6.4 气相色谱操作条件

5.6.4.1 温度:柱温 180 $^{\circ}\text{C}$ 保持 10 min,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 200 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 260 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min;气化室:280 $^{\circ}\text{C}$;检测器室:300 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.2 气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 40,空气 300。

5.6.4.3 分流比:30:1。

5.6.4.4 进样体积:1.0 mL。

5.6.4.5 保留时间:内标物约 10.6 min;多效唑约 13.2 min;烯效唑约 15.2 min。

5.6.4.6 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。典型的烯效唑原药与内标物的气相色谱图(测定多效唑)见图 3。

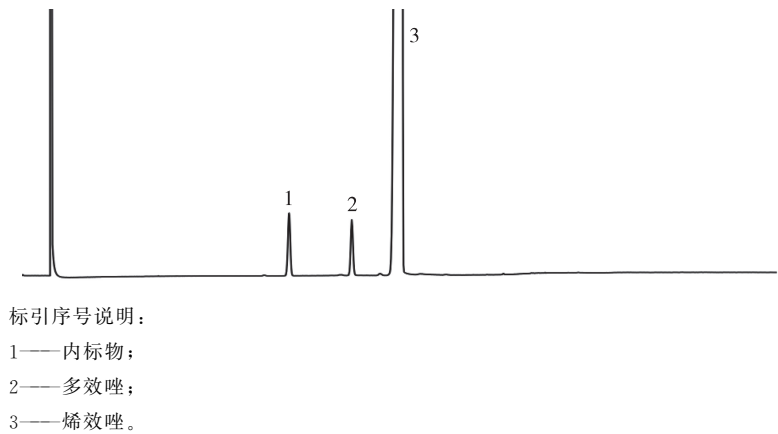


图3 烯效唑原药与内标物的气相色谱图(测定多效唑)

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)多效唑标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 二氯甲烷,超声 3 min,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液于一具塞玻璃瓶中,加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)烯效唑原药试样,置于一具塞玻璃瓶中,加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

5.6.5.3 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,直至相邻两针多效唑与内标物峰面积比的相对变化小于 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。

5.6.6 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的峰面积比分别进行平均。试样中多效唑的质量分数按公式(2)计算。

$$\omega_2 = \frac{r_2 \times m_3 \times \omega_{b2}}{r_1 \times m_4 \times n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_2 ——多效唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_2 ——试样溶液中多效唑峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_3 ——多效唑标样质量的数值,单位为克(g);

ω_{b2} ——标样中多效唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_1 ——标样溶液中多效唑峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g);

n ——标样的稀释因子, $n=100$ 。

5.6.7 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 5%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定执行。

5.8 丙酮不溶物

按 GB/T 19138 的规定执行。

5.9 酸度

按 GB/T 28135 的规定执行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为第 4 章中外观、烯效唑质量分数、水分和酸度。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中,任一项目不符合第 4 章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,烯效唑原药的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

烯效唑原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

烯效唑原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋或内衬保护层的铁桶包装,每袋(桶)净含量一般为 50 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

烯效唑原药包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,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。

附 录 A

(资料性)

烯效唑、烯效唑 Z 体和多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 烯效唑

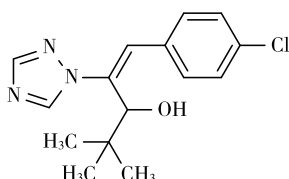
烯效唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称:Uniconazole;

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

——CAS 登录号:83657-22-1;

——结构式:



——分子式: $C_{15}H_{18}ClN_3O$;

——相对分子质量:291.8;

——生物活性:植物生长调节;

——熔点: $147\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 164\text{ }^{\circ}\text{C}$;

——蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$):8.9 mPa;

——溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$):水中 8.41 mg/L,溶于丙酮、三氯甲烷、*N,N*-二甲基甲酰胺和乙酸乙酯,正己烷中 0.2 g/L,甲醇中 70 g/L,二甲苯中 6 g/L;

——稳定性:常温条件下具有良好的稳定性。

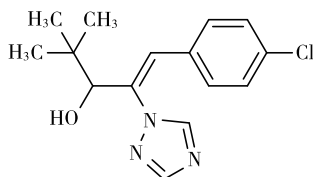
A.2 烯效唑 Z 体

烯效唑 Z 体的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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

——CAS 登录号:76713-90-1;

——结构式:



——分子式: $C_{15}H_{18}ClN_3O$;

——相对分子质量:291.8。

A.3 多效唑

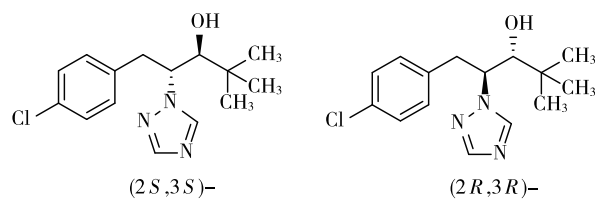
多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称:Paclobutrazol;

——CAS 登录号:76738-62-0;

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

——结构式:



——分子式: $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{ClN}_3\text{O}$;

——相对分子质量:293.8。