

ICS 65.100.30
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4412—2023

抑霉唑水乳剂

Imazalil emulsion, oil in water

2023-12-22 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：柳州市惠农化工有限公司、创新美兰(合肥)股份有限公司、沈化测试技术(南通)有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：吴进龙、陈银银、武鹏、石凯威、邓明学、张蓉、蓝宏彦、汤召召。



抑霉唑水乳剂

1 范围

本文件规定了抑霉唑水乳剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于抑霉唑水乳剂产品的质量控制。

注：抑霉唑的其他名称、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 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

可流动、易测量体积的均匀液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

抑霉唑水乳剂应符合表 1 的要求。

表 1 抑霉唑水乳剂技术指标

项 目	指 标		
	10%规格	20%规格	22%规格
抑霉唑质量分数，%	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	22.0 ^{+1.3} _{-1.3}
抑霉唑质量浓度 ^a (20℃)，g/L	102 ⁺¹⁰ ₋₁₀	205 ⁺¹² ₋₁₂	225 ⁺¹³ ₋₁₃
pH	6.0~9.0		
乳液稳定性(稀释 200 倍)	量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出		
持久起泡性(1 min 后泡沫量)，mL	≤60		

表 1 (续)

项 目		指 标		
		10%规格	20%规格	22%规格
倾倒性	倾倒后残余物,%	≤5.0		
	洗涤后残余物,%	≤0.5		
低温稳定性 ^b		冷储后,离心管底部析物的体积不大于 0.3 mL		
热储稳定性 ^b		热储后,抑霉唑质量分数不低于储前测得质量分数的 95%,pH、乳液稳定性仍应符合本文件要求		
a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件的要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。				

5 试验方法

警告: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 5.3.2 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 800 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 气相色谱法

本鉴别试验可与抑霉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抑霉唑色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与抑霉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抑霉唑色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 抑霉唑质量分数、质量浓度的测定

5.5.1 气相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正二十三烷为内标物,使用以 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,对试样中的抑霉唑进行气相色谱分离,内标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 丙酮。

5.5.1.2.2 三氯甲烷。

5.5.1.2.3 内标物:正二十三烷,应不含有干扰分析的杂质。

5.5.1.2.4 内标溶液:称取 2.8 g 正二十三烷,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.2.5 抑霉唑标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,内壁涂 5%-苯基-甲基聚硅氧烷固定液,膜厚 0.25 μm(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 气相色谱操作条件

5.5.1.4.1 温度(°C):柱室 220,气化室 230,检测器室 260。

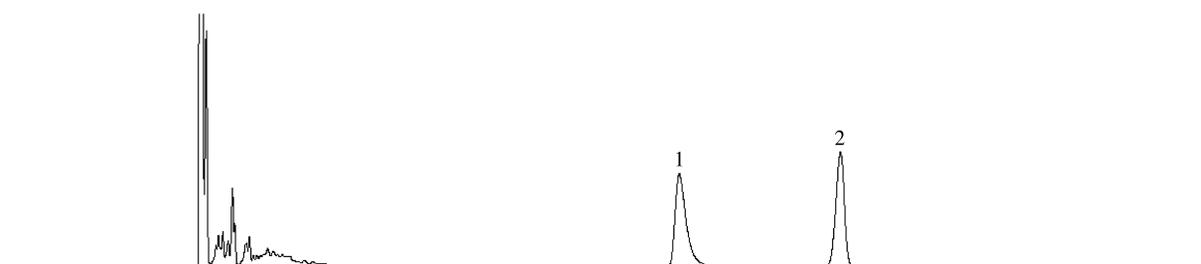
5.5.1.4.2 气体流量(mL/min):载气(N₂)1.0,氢气 30,空气 300。

5.5.1.4.3 分流比:50:1。

5.5.1.4.4 进样体积:1.0 μL。

5.5.1.4.5 保留时间(min):抑霉唑约 6.7,正二十三烷约 8.3。

5.5.1.4.6 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。典型的抑霉唑水乳剂与内标物的气相色谱图见图 1。



标引序号说明:

1——抑霉唑;

2——正二十三烷。

图 1 抑霉唑水乳剂与内标物的气相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)抑霉唑标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管移入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,超声波振荡 5 min,冷却至室温,摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)抑霉唑的试样,置于 25 mL 容量瓶中,用与 5.5.1.5.1 同一支移液管移入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,超声波振荡 5 min,冷却至室温,摇匀,过滤。

5.5.1.5.3 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,直至相邻两针抑霉唑与内标物峰面积比的相对变化小于 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。

5.5.1.6 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抑霉唑与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中抑霉唑的质量分数按公式(1)计算,抑霉唑的质量浓度按公式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_1 —— 试样中抑霉唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_2 —— 试样溶液中抑霉唑与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样质量的数值,单位为克(g);

ω —— 标样中抑霉唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_1 —— 标样溶液中抑霉唑与内标物峰面积比的平均值;

m_2 —— 试样质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 —— 20 °C 时试样中抑霉唑质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

5.5.1.7 允许差

抑霉唑质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 液相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+磷酸二氢钠溶液为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 225 nm 下对试样中的抑霉唑进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 甲醇:色谱级。

5.5.2.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.3 磷酸二氢钠。

5.5.2.2.4 磷酸二氢钠溶液:称取 1.56 g 磷酸二氢钠,置于 1 000 mL 具塞玻璃瓶中,加入 1 000 mL 水超声溶解,用磷酸调 pH 至 3.5,混合均匀。

5.5.2.2.5 抑霉唑标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μ m 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

5.5.2.3.4 定量进样管:5 μ L。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相:采用梯度洗脱方式。详见表 2。

表 2 梯度洗脱条件

时间, min	甲醇, %	磷酸二氢钠溶液, %
0.0	60	40
9.0	60	40
9.1	85	15
30.0	85	15
30.1	60	40
33.0	60	40

5.5.2.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.2.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2℃)。

5.5.2.4.4 检测波长:225 nm。

5.5.2.4.5 进样体积:5 μ L。

5.5.2.4.6 保留时间:抑霉唑约 6.2 min。

5.5.2.4.7 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。典型的抑霉唑水乳剂的高效液相色谱图见图 2。

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)抑霉唑标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 甲醇,超声波振荡

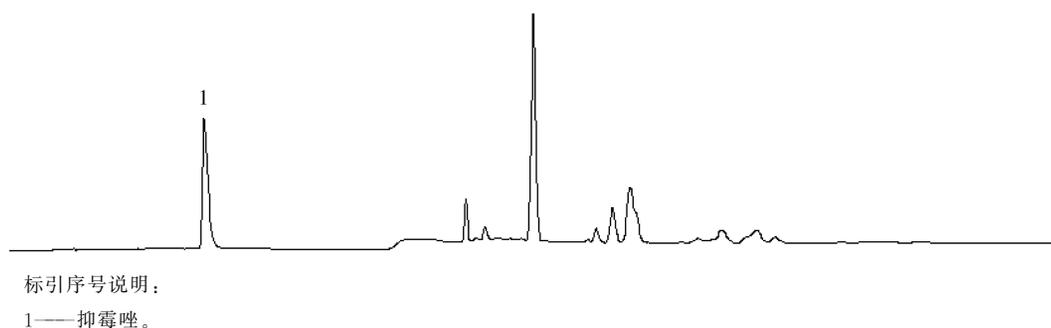


图2 抑霉唑水乳剂的高效液相色谱图

5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.02 g(精确至 0.000 01 g)抑霉唑的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 甲醇,超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.2.5.3 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,直至相邻两针抑霉唑峰面积的相对变化小于 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。

5.5.2.6 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抑霉唑峰面积分别进行平均。试样中抑霉唑的质量分数按公式(3)计算,抑霉唑的质量浓度按公式(4)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times \omega}{A_1 \times m_4} \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times \omega}{A_1 \times m_4} \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ω_1 ——试样中抑霉唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中抑霉唑峰面积的平均值;

m_3 ——标样质量的数值,单位为克(g);

ω ——标样中抑霉唑质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中抑霉唑峰面积的平均值;

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20 °C时试样中抑霉唑质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20 °C时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 的规定进行测定)。

5.5.2.7 允许差

抑霉唑质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 的规定执行。

5.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定执行。

5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储时,样品应密封储存,热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

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 章技术要求中外观、抑霉唑质量分数、抑霉唑质量浓度、pH、乳液稳定性、持久起泡性、倾倒性。

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 1 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的要求。

按第 5 章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,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 的要求。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,抑霉唑水乳剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

抑霉唑水乳剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的要求;抑霉唑水乳剂采用清洁、干燥的玻璃瓶或塑料聚酯瓶包装,每瓶净含量 500 g(mL)或 1 000 g(mL),外包装有钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 12 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 的要求。

8.2 储运

抑霉唑水乳剂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,避免渗入地面;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)

抑霉唑的其他名称、结构式和基本物化参数

抑霉唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

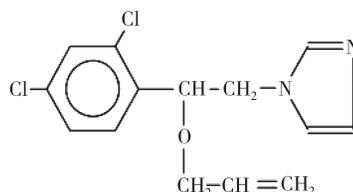
——ISO 通用名称：Imazalil；

——CAS 登录号：[35554-44-0]；

——CIPAC 数字代码：335；

——化学名称：1-[2-(2,4-二氯苯基)-2-(2-丙烯氧基)乙基]-1*H*-咪唑；

——结构式：



——分子式： $C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$ ；

——相对分子质量：297.2；

——生物活性：杀菌；

——沸点：大于 340 °C/760 mmHg；

——蒸气压：0.158 mPa(20 °C)；

——溶解度(20 °C~25 °C)：水中 210 mg/L(pH 8)、290.0 mg/L(pH 5.4)、 2.6×10^4 mg/L(pH 4.6)，丙酮、二氯甲烷、乙醇、苯、正庚烷、异丙醇、甲醇、石油醚、甲苯、二甲苯中大于 500 g/L，正己烷中 19 g/L；

——稳定性：室温避光条件下在稀酸和稀碱中稳定，285 °C 以下稳定，常温储存条件下对光稳定。