

前 言

本标准的第3章为强制性条文,其余为推荐性条文。

本标准是对GB 10501—1989《多菌灵原药》国家标准的修订,本标准的修订参照采用FAO农药规格263/TC/S(1991)。

本标准与原标准的主要差异如下:

- 1 多菌灵含量的分析采用了高效液相色谱法,删去了原标准中的薄层紫外法和电位滴定法;
- 2 取消原国标中的一级品规格;
- 3 合格品中多菌灵含量指标由 $\geq 92.0\%$ 提高至 $\geq 95.0\%$;
- 4 合格品中干燥减量指标由 $\leq 3.0\%$ 降低为 $\leq 1.5\%$;
- 5 删去了邻苯二胺控制项目;
- 6 删去了酸度控制项目;
- 7 增加了保证期。

本标准自实施之日起,代替GB 10501—1989。

本标准于1989年3月22日首次发布。

本标准为第一次修订。

本标准由原中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由沈阳化工研究院归口。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

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:山东华阳农药化工集团公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、李秀杰、朱凤霞、董鹏。

中华人民共和国国家标准

GB 10501—2000

多菌灵原药

代替 GB 10501—1989

Carbendazim technical

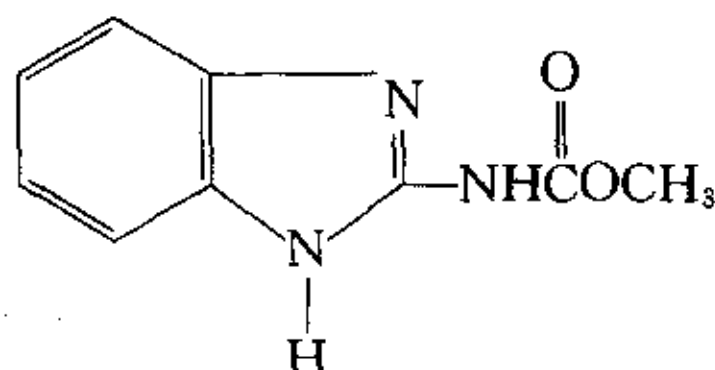
本产品有效成分多菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: Carbendazim

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: $C_9H_8N_2O_2$

相对分子质量: 191.2 (按 1995 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀菌

熔点: 306°C (分解)

蒸气压 (20°C): 0.09 MPa

溶解度 (g/L, 24°C): 水 0.008、乙醇 0.3、丙酮 0.3、三氯甲烷 0.1、乙酸乙酯 0.1、二氯甲烷 0.07、苯 0.04、环己烷 < 0.01、正己烷 0.0005; 溶于有机酸, 如乙酸并形成盐。

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。

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、包装和贮运。

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。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

3 要求

3.1 外观: 白色至浅褐色粉末, 无可见外来杂质。

3.2 多菌灵原药应符合表 1 要求。

国家质量技术监督局 2000-10-27 批准

2001-05-01 实施

表 1 多菌灵原药控制项目指标

%

项 目	指 标	
	优等品	合格品
多菌灵含量 $\geq$	98.0	95.0
干燥减量 $\leq$	1.0	1.5

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—1979(1989)中“原粉采样”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 250 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与多菌灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中多菌灵色谱峰的保留时间其相对差值应在 1.5% 以内。

薄层色谱法——试样溶液经展开得到的主斑点与同时展开的标样溶液的斑点其 R_f 值应一致。展开条件：流动相， ϕ (苯：丙酮：冰乙酸)=70：30：5；固定相，硅胶 GF 254(薄层层析用)。

4.3 多菌灵含量的测定

4.3.1 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 Nova-PakC₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(282 nm)，对试样中的多菌灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

冰乙酸；

氨水；

甲醇溶液： ϕ (甲醇：水)=60：40；

多菌灵标样：已知含量， $\geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250 mm×3.9 mm(id) 不锈钢柱，内装 Nova-PakC₁₈、5 μ m 填充物；

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。

4.3.4 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；

流量：0.8 mL/min；

柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：282 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：多菌灵 5.0 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 1。

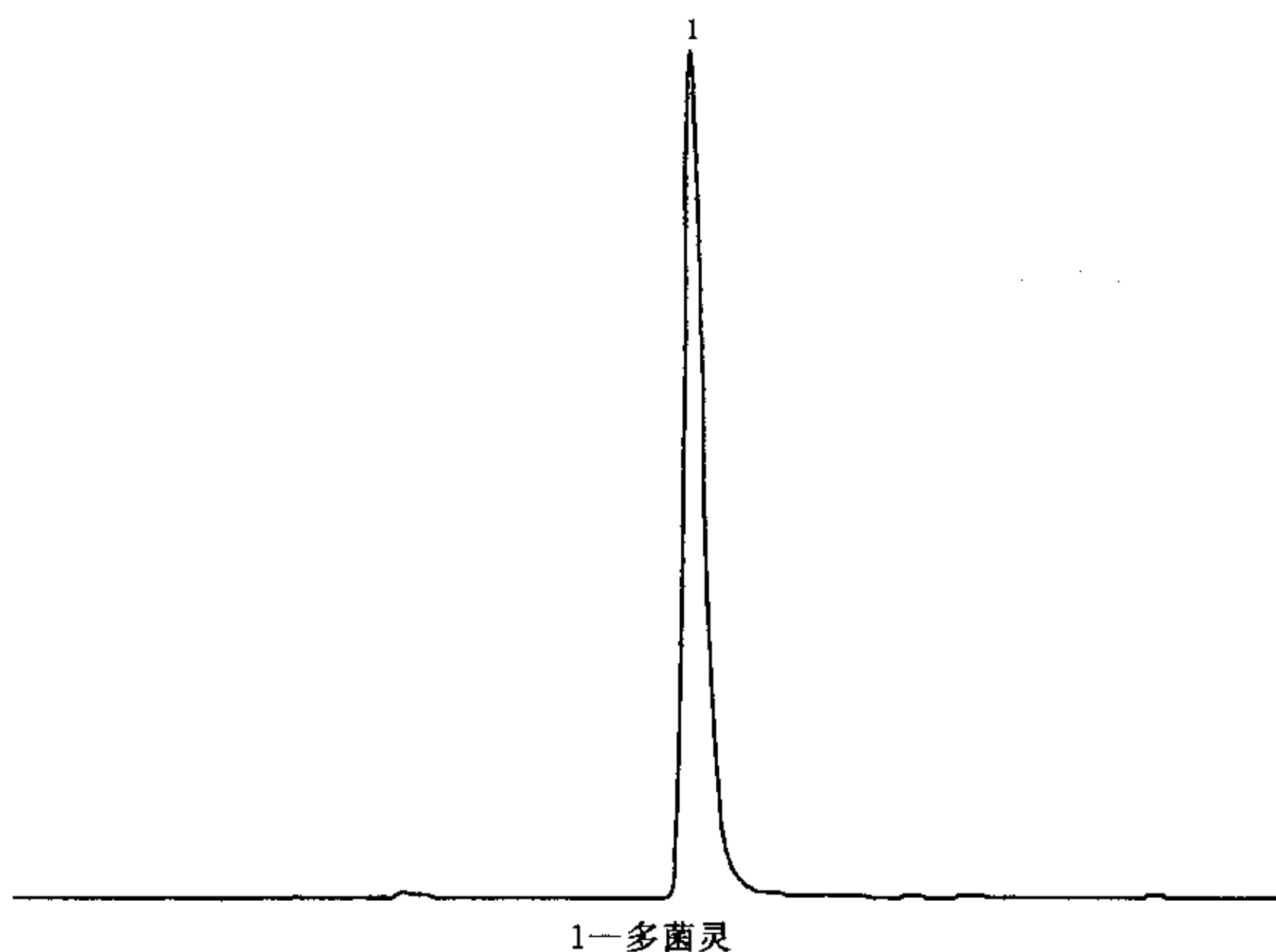


图 1 多菌灵原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取多菌灵标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 冰乙酸, 振摇使之溶解, 用甲醇溶液稀释至刻度, 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。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含多菌灵 0.1 g 的试样 (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加 10 mL 冰乙酸, 振摇, 用甲醇溶液稀释至刻度, 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。

4.3.5.3 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 1.0% 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。

4.3.6 计算

试样中多菌灵的质量分数 X_1 (%) 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_1 ——标样溶液中, 多菌灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中, 多菌灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

P ——标样中多菌灵的质量分数, %。

4.3.7 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。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

烘箱: $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;

称量瓶:内径 50 mm,高 20 mm;

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置 10 g 试样,铺平,称量(精确至 0.000 2 g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘 1 h 后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量。

4.4.3 计算

试样中干燥减量的质量分数 $X_2(\%)$,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: m ——试样的质量, g;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量, g;

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量, g。

4.4.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于 $\pm 15\%$;取其算术平均值作为测定结果。

4.5 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、包装和贮运

5.1 多菌灵原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 多菌灵原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的麻袋或编织袋包装,每袋净含量 25 kg、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 多菌灵原药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:多菌灵对人、畜、鱼类毒性很低,对植物安全。一般不易发生中毒事故。如发生中毒,可用阿托品解毒,在医生指导下使用,口服或肌肉注射,用量 0.5 mg~1 mg。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,多菌灵原药的保证期,从生产日期算起为 2 年。