

团 体 标 准

T/CCPIA 192—2022

三环唑原药

Tricyclazole technical material

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 实施

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这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：浙江南郊化学有限公司、山西瑞赛科环保科技有限公司、浙江省农业科学院。

本文件主要起草人：赵学平、尹凯、俞建忠、柴华强、贺友兰、张桂婷、赵胜。



三环唑原药

1 范围

本文件规定了三环唑原药的技术要求、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。

本文件适用于三环唑原药产品的质量控制。

注：三环唑的其他名称、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—2001 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

灰白色或棕红色粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

三环唑原药应符合表1要求。

表 1 三环唑原药控制项目指标

项 目	指 标
三环唑质量分数/%	≥97
水分/%	≤0.5
pH值	4.0~7.0
三氯甲烷不溶物 ^a /%	≤0.3
^a 正常生产时，三氯甲烷不溶物每 3 个月至少测定一次。	

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 进行。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

三环唑原药与三环唑标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收无明显差异，三环唑标样红外光谱图见图 1。

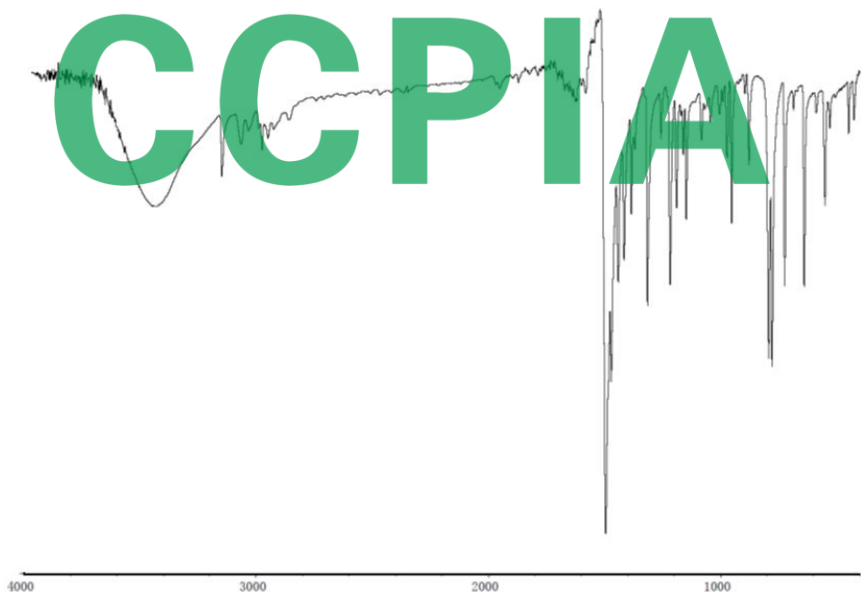


图 1 三环唑的标样红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与三环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三环唑的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.3.3 气相色谱法

本鉴别试验可与三环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三环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 三环唑质量分数的测定

5.5.1 液相色谱法（仲裁法）

5.5.1.1 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224 nm下对试样中的三环唑进行高效液相色谱分离，外标法定量。也可采用气相色谱法测定，色谱条件见气相色谱法。当发生质量争议时，以液相色谱法为仲裁方法。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.1.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 三环唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.1.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相： ψ (乙腈：水)=25：75。

5.5.1.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

5.5.1.4.4 检测波长：224 nm。

5.5.1.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.1.4.6 保留时间：三环唑约 5.1 min。

5.5.1.4.7 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。典型的三环唑原药高效液相色谱图见图2。

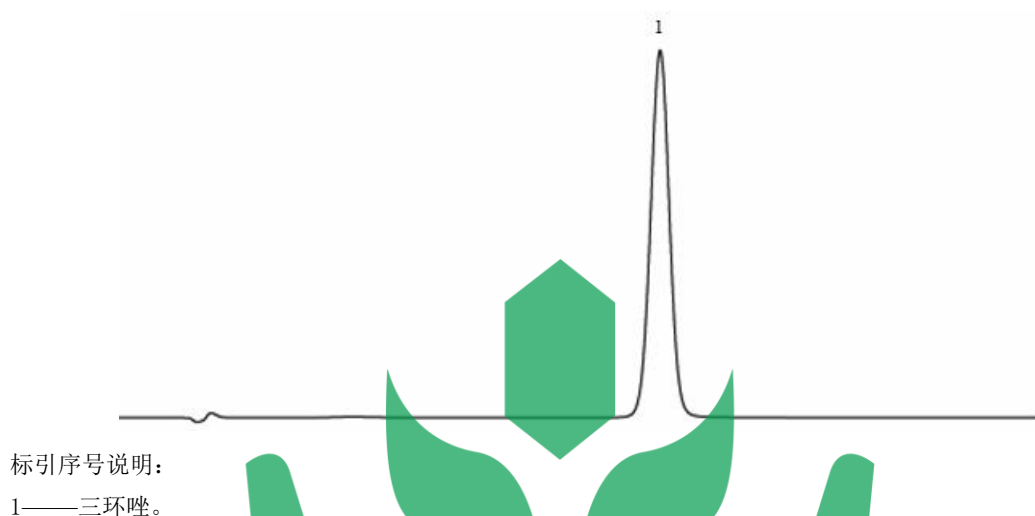


图2 三环唑原药高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g（精确至0.000 01 g）三环唑标样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 01 g）三环唑的试样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.1.5.3 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，直至相邻两针三环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。

5.5.1.6 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的三环唑峰面积分别进行平均，试样中三环唑的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中三环唑的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中三环唑峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中三环唑的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中三环唑峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.1.7 允许差

三环唑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。

5.5.2 气相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以磷酸三苯酯为内标物，使用内壁键合 5% 苯基 95% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的三环唑进行气相色谱分离，内标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 三氯甲烷。

5.5.2.2.2 内标物：磷酸三苯酯，应没有干扰分析的杂质。

5.5.2.2.3 内标溶液：称取磷酸三苯酯约 3.0 g，置于 500 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.2.4 三环唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

5.5.2.3.2 30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，内壁键合 5% 苯基 95% 二甲基聚硅氧烷，膜厚 0.25 μm （或具同等效果的色谱柱）。

5.5.2.4 气相色谱操作条件

5.5.2.4.1 温度（℃）：柱室 230，气化室 260，检测器室 300。

5.5.2.4.2 气体流量（mL/min）：载气（ N_2 ）2.0，氢气 30，空气 400。

5.5.2.4.3 分流比：30:1。

5.5.2.4.4 进样体积：1 μL 。

5.5.2.4.5 保留时间（min）：三环唑约 4.2，磷酸三苯酯约 6.4。

5.5.2.4.6 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。典型的三环唑原药和内标物的气相色谱图见图 3。

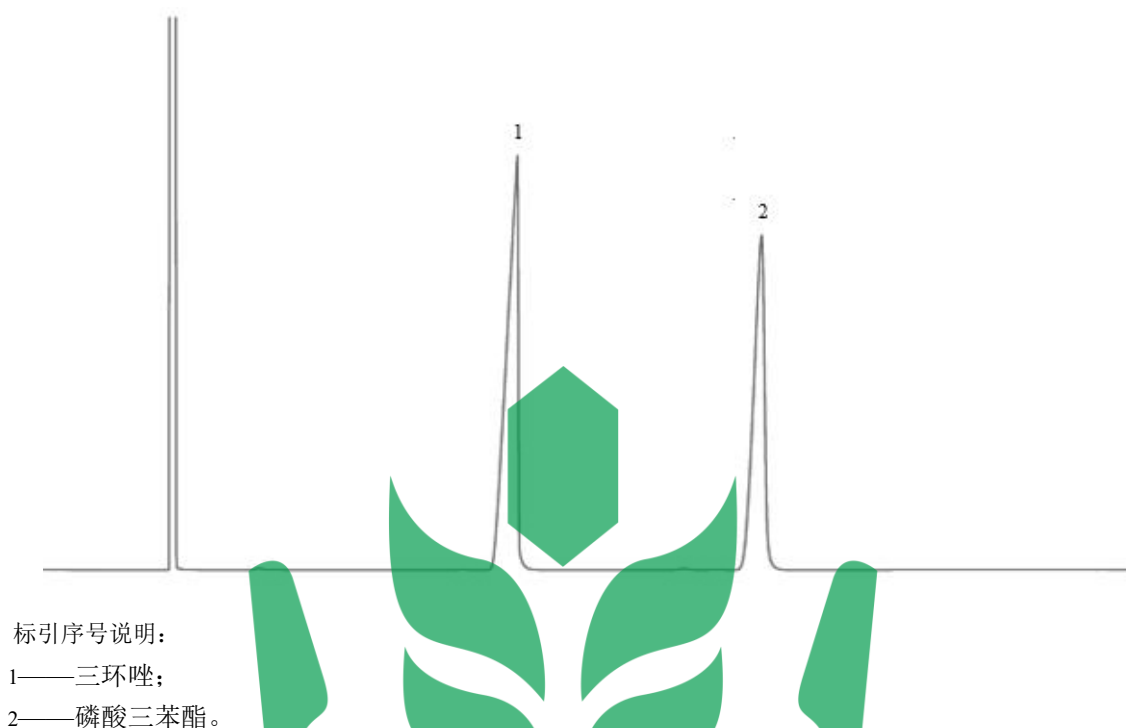


图3 三环唑原药与内标物的气相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）三环唑标样，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g（精确至0.000 1 g）三环唑的原药，置于一具塞玻璃瓶中，用与5.5.2.5.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，摇匀。

5.5.2.5.3 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，直至相邻两针三环唑与内标物峰面积的比的相对变化小于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。

5.5.2.6 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三环唑与内标物的峰面积比分别进行平均，试样中三环唑的质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_2 ——试样中三环唑的质量分数，以%表示；

r_2 ——试样溶液中三环唑与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 ω ——标样中三环唑的质量分数，以%表示；
 r_1 ——标样溶液中三环唑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）。

5.5.2.7 允许差

三环唑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。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 三氯甲烷不溶物的测定

5.8.1 试剂与仪器

5.8.1.1 三氯甲烷。

5.8.1.2 标准具塞磨口锥形烧瓶：250 mL。

5.8.1.3 回流冷凝管。

5.8.1.4 玻璃砂芯坩埚漏斗 G₃ 型。

5.8.1.5 锥形抽滤瓶：500 mL。

5.8.1.6 烘箱。

5.8.1.7 玻璃干燥器。

5.8.1.8 加热套。

5.8.2 测定步骤

将玻璃砂芯坩埚漏斗烘干（110℃ ± 2℃ 约 1 h）至恒重（精确至 0.000 1 g），放入干燥器中冷却。称取 10 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于锥形烧瓶中，加入 150 mL 三氯甲烷振摇，尽量使样品溶解。装上回流冷凝器，在加热套中加热至沸腾，回流 10 min 后停止加热。装配砂芯坩埚漏斗抽滤装置，在减压条件下尽快使热溶液快速通过漏斗。用 60 mL 热三氯甲烷分 3 次洗涤，抽干后取下玻璃砂芯坩埚漏斗，将其放入 110℃ ± 2℃ 烘箱中干燥 30 min（使达到恒重），取出放入干燥器中，冷却后称重（精确至 0.000 1 g）。

5.8.3 计算

三氯甲烷不溶物按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω_3 ——三氯甲烷不溶物，以%表示；

m_1 ——不溶物与玻璃砂芯坩埚漏斗的质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——玻璃砂芯坩埚漏斗的质量，单位为克(g)；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

5.8.4 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 20%，取其算术平均值作为测定结果。

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章技术指标中除三氯甲烷不溶物以外的所有项目。

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) 国家法定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。

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 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，三环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、标签和包装

三环唑原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

三环唑原药应采用清洁、干燥、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量25 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

三环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)

三环唑的其它名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分三环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Tricyclazole；

——CAS登录号：[41814-78-2]；

——化学名称：5-甲基-1,2,4-三唑并[3,4-b][1,3]苯并噻唑；

——结构式：



——分子式：C₉H₇N₃S；

——相对分子质量：189.2；

——生物活性：杀菌；

——熔点（℃）：184.6~187.2；

——蒸气压（20℃）：5.86×10⁻⁴ mPa；

——溶解度（20℃~25℃）：水 596.0 mg/L, 丙酮 13.8 g/L、甲醇 26.5 g/L、二甲苯 4.9 g/L；

——稳定性：52℃下稳定（试验的最高储存温度），对紫外光相对稳定。

CCPIA

中 华 人 民 共 和 国
团 体 标 准
三 环 唑 原 药
T/CCPIA 192—2022

*

中 国 农 药 工 业 协 会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183