

团 体 标 准

T/SDNY 034—2022

乙螨唑悬浮剂有效成分含量测定

Determination of Active Content of Ethacazole suspension concentrate

2022 - 03 - 14 发布

2022 - 04 - 01 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂或材料	1
6 仪器设备	1
7 试验步骤	1
7.1 高效液相色谱操作条件	1
7.2 测定步骤	2
8 试验数据处理	2
9 精密度	2
附录 A (资料性) 有效成分乙螨唑的其他名称、结构式和基本物化参数	3

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。

本文件由山东省农药检定所提出。

本文件由山东省农药行业协会归口。

本文件起草单位：山东省农药检定所、山东师范大学生命科学学院、山东省现代农业化学产业技术研究院。

本文件主要起草人：段元红、臧利国、李向阳、马克娥、高艳、迟归兵、韩帅兵、张晓婉、袁敏、张佩佩、张耀中、周力、姜士聚、吴亚玉、杨光鑫。

乙螨唑悬浮剂有效成分含量测定

1 范围

本文件规定了乙螨唑悬浮剂有效成分含量的液相色谱测定方法。

本文件适用于乙螨唑悬浮剂中乙螨唑含量的测定。

注：乙螨唑的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用C₁₈为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器（波长225nm），对试样中的乙螨唑进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5 试剂或材料

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.3 乙螨唑标样，已知质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪，具有可变波长紫外检测器。

6.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

6.3 色谱柱：150mm×4.6mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μ m 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

6.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

6.5 定量进样管：5 μ L。

6.6 超声波清洗器。

7 试验步骤

7.1 高效液相色谱操作条件

7.1.1 流动相 Ψ （甲醇：水）=85：15，经滤膜过滤，并进行脱气。

7.1.2 流速：1.0mL/min。

7.1.3 柱温：35 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C。

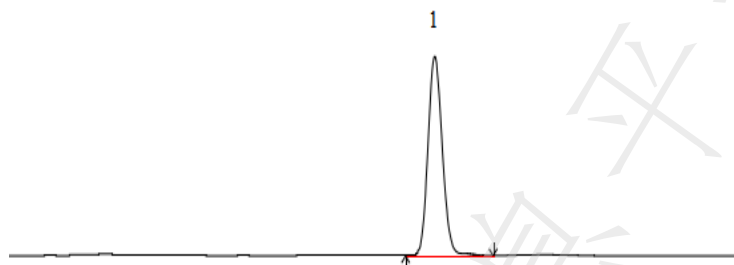
7.1.4 检测波长：225nm。

7.1.5 进样体积：5 μ L。

7.1.6 保留时间：乙螨唑约 6.1min。

7.1.7 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以获得最佳效果。

典型的乙螨唑悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明：
1—乙螨唑。

图1 乙螨唑悬浮剂的高效液相色谱图

7.2 测定步骤

7.2.1 标样溶液的配制

称取乙螨唑标样0.05g（精确至0.0001g），置于100mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

7.2.2 试样溶液的配制

称取约含0.05g（精确至0.0001g）乙螨唑的试样，置于100mL容量瓶中，加入5mL水，振摇使试样分散成均匀的悬浊液，用甲醇定容至刻度，超声振荡10min，冷却至室温，摇匀，过滤。

7.2.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙螨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、标样溶液顺序进行测定。

8 试验数据处理

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中乙螨唑峰面积分别进行平均，试样中乙螨唑的质量分数 ω_1 按式（1）计算：

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

式中：

A_1 —标样溶液中，乙螨唑峰面积的平均值；

A_2 —试样溶液中，乙螨唑峰面积的平均值；

m_1 —乙螨唑标样的质量，单位为克（g）；

m_2 —试样的质量，单位为克（g）；

ω —标样中乙螨唑的质量分数，以百分数（%）表示。

9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测定方法，并在短时间内对乙螨唑含量相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这俩测定值的算术平均值的4%，以大于这两个测定值的算术平均值的4%的情况下不超过5%为前提。

附录 A

(资料性)

有效成分乙螨唑的其他名称、结构式和基本物化参数

有效成分乙螨唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

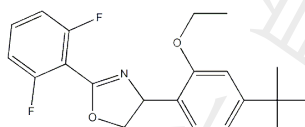
ISO通用名称：Etoxazole。

CAS登录名：153233-91-1。

CIPAC数字代码：623。

化学名称：*(RS)*-5-叔丁基-2-[2-(2,6-二氟苯基)-4,5-二氢-1,3-噁唑-5-基]苯乙醚。

结构式：



分子式： $C_{21}H_{23}F_2NO_2$ 。

相对分子质量：359.4。

生物活性：杀菌。

熔点：101.5℃~102.5℃。

闪点：457℃（自燃）。

蒸气压（25℃）： 7.0×10^{-3} mPa。

密度（20~25℃）：1.24 g/cm³。

溶解度（20~25℃）：水中70.4 μg/L，丙酮309、乙腈80、环乙酮500、1,2-二氯甲烷402、乙醇90、乙酸乙酯249、正庚烷18.7、正己烷13、甲醇104、四氢呋喃750、二甲苯252（g/L）。

稳定性：水解DT₅₀9.6d（pH5，20℃）、150d（pH7，20℃）、190d（pH9，20℃），30d（50℃）后无分解。