

# 团 体 标 准

T/CCPIA 047—2020

---

## 75% 肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂

75% Trifloxystrobin and tebuconazole water dispersible granule

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

---

中国农药工业协会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

**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。**

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：拜耳作物科学（中国）有限公司、湖南新长山农业发展股份有限公司、青岛恒丰作物科学有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、湖南化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：胡礼、张萍、傅黎、鲁忠华、韩瑜、陈高、张建华、路波、杨华春。



# CCPIA

# 75%肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂

## 1 范围

本标准规定了75%肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的肟菌酯原药、戊唑醇原药与适宜的助剂和填料加工而成的75%肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂。

注：肟菌酯和戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T 32775 农药分散性测定方法

GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

## 3 要求

### 3.1 外观

应为均匀干燥的、能自由流动的颗粒，基本无粉尘、无可见的外来杂质和硬团块。

### 3.2 技术指标

75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂还应符合表1要求。

表1 75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
脲菌酯质量分数/%	25.0 <sup>+1.5</sup> <sub>-1.5</sub>
戊唑醇质量分数/%	50.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub>
水分/%	≤ 3.0
pH 范围	7.0~10.0
润湿时间/s	≤ 60
湿筛试验(通过75 μm 试验筛)/%	≥ 98
脲菌酯悬浮率/%	≥ 75
戊唑醇悬浮率/%	≥ 75
分散性/%	≥ 75
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤ 25
耐磨性/%	≥ 95
粉尘	合格
热储稳定性 <sup>a</sup>	合格
<sup>a</sup> 正常生产时,热储稳定性试验,每6个月至少进行一次。	

#### 4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规的规定。

##### 4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

##### 4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 600 g。

##### 4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与脲菌酯和戊唑醇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脲菌酯和戊唑醇色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

高效液相色谱法——本鉴别试验可与肟菌酯和戊唑醇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肟菌酯和戊唑醇色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

#### 4.4 肟菌酯和戊唑醇质量分数的测定

##### 4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用键合 HP-1 毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的肟菌酯和戊唑醇进行气相色谱分离，以内标法定量。也可采用高效液相色谱法测定肟菌酯和戊唑醇质量分数，色谱操作条件参见附录 B。

##### 4.4.2 试剂和溶液

丙酮。

肟菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

戊唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取 2 g 的邻苯二甲酸二丁酯，置于 500 mL 的容量瓶中，用丙酮溶解、定容、摇匀。

##### 4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：30 m × 0.32 mm (i.d.) 石英毛细管柱，内壁键合 HP-1 (100% 聚二甲基硅氧烷)，膜厚 0.25 μm (或同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：10 μL。

超声波清洗器。

##### 4.4.4 气相色谱操作条件

温度 (°C)：柱室起始温度 200，升温速率 10 °C/min，最终温度 280，保持 2 min、气化室 260、检测室 300。

气体流量 (mL/min)：载气 (N<sub>2</sub>) 2.0、氢气 30、空气 400。

分流比：50:1。

进样体积：1 μL。

保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约 3.1 min，肟菌酯约 5.1 min，戊唑醇约 5.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，典型的 75% 肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂与内标物的气相色谱图见图 1。

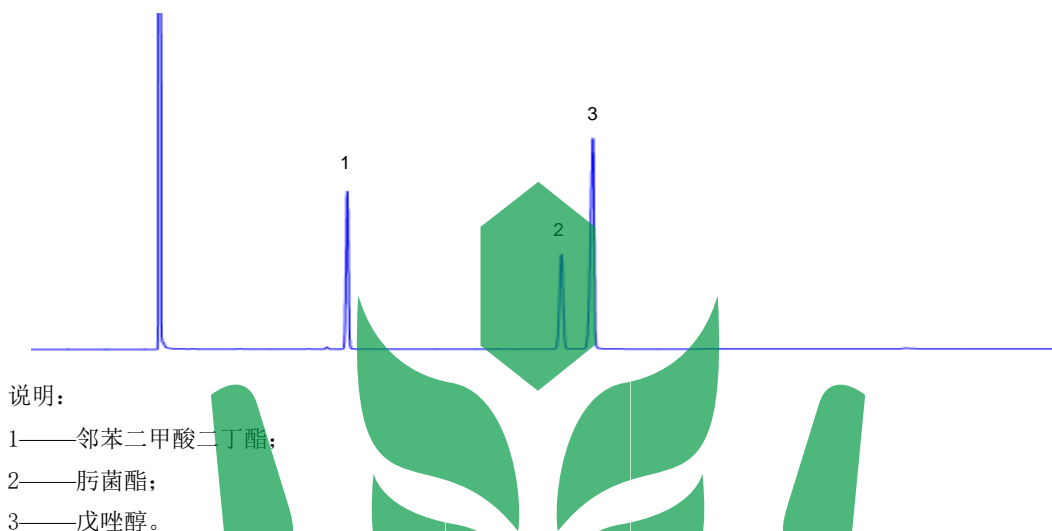


图1 75%肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂与内标物的气相色谱图

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g（精确至 0.000 01 g）肟菌酯标样和 0.04 g（精确至 0.000 01 g）戊唑醇标样于 10 mL 容量瓶中，用移液管准确加入 5 mL 内标溶液，用丙酮稀释至刻度，超声波振荡 10 min，冷却至室温，摇匀。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取 0.08 g（精确至 0.000 1 g）试样于 10 mL 容量瓶中，用 4.4.5.1 中同一移液管准确加入 5 mL 内标溶液，用丙酮稀释至刻度，超声波振荡 10 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

##### 4.4.5.3 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，直至相邻两针肟菌酯（戊唑醇）与内标物峰面积之比相对变化小于 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。

##### 4.4.5.4 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肟菌酯（戊唑醇）与内标物峰面积之比分别进行平均，试样中肟菌酯（戊唑醇）质量分数按式（1）计算：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中肟菌酯（戊唑醇）的质量分数，以 % 表示；

$r_2$ ——试样溶液中肟菌酯（戊唑醇）与内标物峰面积之比的平均值；

- $m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；  
 $\omega$ ——标样中脲菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；  
 $r_1$ ——标样溶液中脲菌酯（戊唑醇）与内标物峰面积之比的平均值；  
 $m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

#### 4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，脲菌酯应不大于 0.3%，戊唑醇应不大于 0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

#### 4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

#### 4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

#### 4.9 悬浮率的测定

称取 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 烧杯中，用 30 mL 水分三次洗涤量筒，洗涤液并入烧杯中，蒸干，冷却至室温，用 4.4.5.1 中同一移液管准确加入 5 mL 内标溶液，补加 5 mL 丙酮，超声波振荡 10 min，取出，冷却至室温，摇匀，过滤。按 4.4.1 测定脲菌酯和戊唑醇的质量，并计算悬浮率。

#### 4.10 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

#### 4.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 4.12 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

#### 4.13 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。



CCPIA

#### 4.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行,热储条件为(40 °C±2 °C, 56 d)。热储后,脲菌酯和戊唑醇的质量分数不低于储前的 95%, pH 值、湿筛试验、悬浮率、分散性、耐磨性和粉尘符合标准要求为合格。

### 5 验收和质量保证期

#### 5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

#### 5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合标准要求。

### 6 标志、标签、包装、储运

#### 6.1 标志、标签和包装

75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂采用铝箔袋、塑料复合袋、PE 塑料瓶包装,外包装用瓦楞纸板箱,每袋净含量 1 g、5 g、20 g、100 g,每瓶净含量 100 g、200、400 g,每箱净含量不超过 20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式包装,但需符合 GB 3796 的规定。

#### 6.2 储运

75%脲菌酯·戊唑醇水分散粒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,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  
(资料性附录)

杀菌酯、戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分杀菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

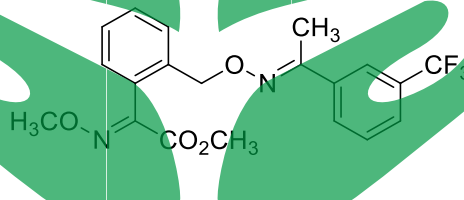
ISO 通用名称：Trifloxystrobin

CAS 登录号：141517-21-7

CIPAC 数字代码：617

化学名称：甲基 (E)-甲氧基亚胺基-[(E)- $\alpha$ -[1-( $\alpha,\alpha,\alpha$ -三氟-m-甲苯基)-亚乙基氨基氧基]-邻甲  
苯基]乙酸甲酯

结构式：



实验式： $C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$

相对分子质量：408.4

生物活性：杀菌

熔点：72.9 °C

蒸气压 (25 °C)： $3.4 \times 10^{-3}$  mPa

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C)：水 $6.1 \times 10^{-4}$ ，正己烷11，甲醇76，正辛醇18，丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲苯>500

稳定性：20 °C 时水解  $DT_{50}$  27.1 h (pH 9)，11.4 w (pH 7)；pH 5 时不水解。25 °C 时水中光解  $DT_{50}$  1.7 d (pH 7)，1.1 d (pH 5)

A.2 本产品有效成分戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

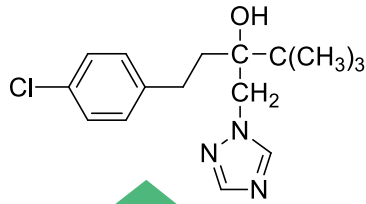
ISO 通用名称：Tebuconazole

CAS 登录号：107534-96-3

CIPAC 数字代码：494

化学名称：1-(4-氯苯基)-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)-4,4-二甲基戊-3-醇

结构式：



实验式:  $C_{16}H_{22}ClN_3O$

相对分子质量: 307.8

生物活性: 杀菌

熔点: 105 °C

蒸气压:  $1.3 \times 10^{-3}$  mPa (20 °C) ;  $3.1 \times 10^{-3}$  mPa (25 °C)

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C): 水0.036 (pH 5~pH 9), 乙腈89, 正己烷0.08, 异丙醇99, 正辛醇96, 甲苯57, 丙酮、二氯甲烷、N,N-二甲基甲酰胺、二甲亚砜>200

稳定性: 在高温下稳定, 在无菌的纯水中不产生水解和光解, 水解  $DT_{50} > 1$  y (pH 4~9, 22 °C)



# CCPIA

## 附录 B (资料性附录)

### 脲菌酯和戊唑醇质量分数高效液相色谱测定方法

#### B.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 220 nm 下对试样中的脲菌酯和戊唑醇进行反相高效液相色谱分离,以外标法定量。

#### B.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱纯。

水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

脲菌酯标样: 已知质量分数,  $\omega \geq 99.0\%$ 。

戊唑醇标样: 已知质量分数,  $\omega \geq 99.0\%$ 。

#### B.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外可见检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱: 150 mm  $\times$  4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装  $C_{18}$ 、5  $\mu$ m 填充物 (或具等效效果的色谱柱)。

过滤器: 滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m。

微量进样器: 50  $\mu$ L。

定量进样管: 5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

#### B.4 高效液相色谱操作条件

流动相:  $\psi$  (甲醇 : 水) = 75 : 25, 经滤膜过滤, 并进行脱气。

流量: 1.0 mL/min。

柱温: 室温 (温差变化应不大于 2  $^{\circ}$ C)。

检测波长: 220 nm。

进样体积: 5  $\mu$ L。

保留时间: 脲菌酯约 5.8 min, 戊唑醇约 8.4 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 75% 脲菌酯·戊唑醇水分散粒剂高效液相色谱图见图 B.1。

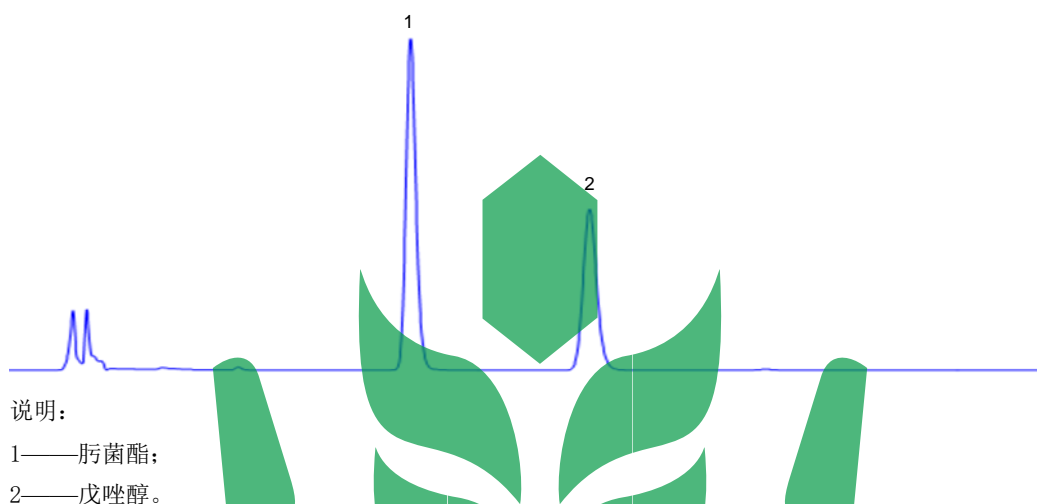


图 B.1 75%肟菌酯·戊唑醇水分散粒剂的高效液相色谱图

## B.5 测定步骤

### B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.025 g（精确至 0.000 01 g）肟菌酯标样和 0.05 g（精确至 0.000 1 g）戊唑醇标样于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

### B.5.2 试样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）试样于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

### B.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，直至相邻两针肟菌酯（戊唑醇）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。

### B.5.4 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肟菌酯（戊唑醇）峰面积分别进行平均，试样中肟菌酯（戊唑醇）质量分数按式（B.1）计算：

$$\omega_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中肱菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；

$A_2$ ——试样溶液中肱菌酯（戊唑醇）峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中肱菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中肱菌酯（戊唑醇）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

## B.6 允许差

两次平行测定结果之差，肱菌酯应不大于0.3%，戊唑醇应不大于0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

