

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2020

吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂

Pyraclostrobin and epoxiconazole suspension concentrate

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

中国农药工业协会

发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《文件化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》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。

本文件由中国农药工业协会提出。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂

1 范围

本文件规定了吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运。

本文件适用于符合文件的吡唑醚菌酯原药、氟环唑原药、助剂和填料加工而成的吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂。

注：吡唑醚菌酯、氟环唑的其他名称、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 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 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 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

应为可流动、易测量体积的悬浮液体。存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

4.2 技术指标

吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂还应符合表1要求。

表1 吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标	
			38%	40%
吡唑醚菌酯质量分数/%			23.7 ^{+1.4} _{-1.4}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
氟环唑质量分数/%			14.3 ^{+0.8} _{-0.8}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
pH范围			6.0～9.0	
吡唑醚菌酯悬浮率/%			≥	90
氟环唑悬浮率/%			≥	90
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0	
	洗涤后残余物/%	≤	0.5	
湿筛试验（通过75 μm试验筛）/%			≥	98
持久起泡性（1 min后的泡沫量）/mL			≤	25
低温稳定性 ^a			合格	
热储稳定性 ^a			合格	
^a 正常生产时低温稳定性、热储稳定性每 3 个月至少测定一次。				

5 试验方法

安全提示：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，并保证符合国家有关法规的规定。

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。

5.2 抽样

按照GB/T 1605—2001中5.3.2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1000 mL。

5.3 鉴别试验

吡唑醚菌酯高效液相色谱法——本鉴别试验可与吡唑醚菌酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中吡唑醚菌酯的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

氟环唑高效液相色谱法——本鉴别试验可与氟环唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中氟环唑的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 吡唑醚菌酯和氟环唑质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在检测波长220 nm下，对试样中的吡唑醚菌酯、氟环唑进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

吡唑醚菌酯标样：已知吡唑醚菌酯质量分数 $\omega \geq 98.0\%$ 。

氟环唑标样：已知氟环唑质量分数 $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

5.4.4 液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=75:25，经滤膜过滤，并超声脱气。

流量：1.0 mL/min。

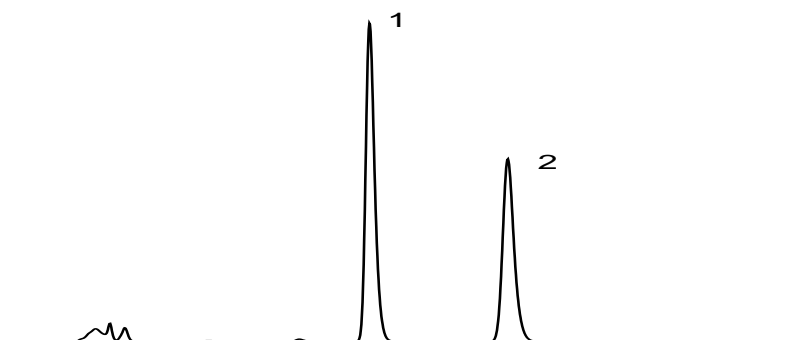
柱温：室温（温差变化应不大于2℃）。

检测波长：220 nm。

进样量：5 μL 。

保留时间：氟环唑约6.6 min；吡唑醚菌酯约9.2 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38%吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂高效液相色谱图（见图1）。



说明：

1——氟环唑；

2——吡唑醚菌酯。

图1 吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂中吡唑醚菌酯和氟环唑的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 氟环唑标样（精确至 0.000 1 g）和 0.05 g 吡唑醚菌酯标样（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，加入甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取 0.25 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 水，振摇使之分散，再加入甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤后备用。

5.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针吡唑醚菌酯与氟环唑峰面积相对变化小于 1.5% 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。

5.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及前后两针标样溶液中吡唑醚菌酯与氟环唑峰面积分别进行平均。试样中吡唑醚菌酯（氟环唑）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 ——试样中吡唑醚菌酯（氟环唑）质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中吡唑醚菌酯（氟环唑）峰面积的平均值；
- m_1 ——吡唑醚菌酯（氟环唑）标样的质量，单位为克（g）；
- ω ——标样中吡唑醚菌酯（氟环唑）的质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中吡唑醚菌酯（氟环唑）峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.4.6 允许差

吡唑醚菌酯和氟环唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.6 悬浮率的测定

称取 0.2 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。用 20 mL 甲醇将留在量筒底部 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，过滤。按 5.4 测定留在量筒底部 25 mL 悬浮液中吡唑醚菌酯和氟环唑的质量，计算其悬浮率。

5.7 倾倒性试验

按 GB/T 31737 进行。

5.8 湿筛试验

按GB/T 16150—1995中2.2进行。

5.9 持久起泡性的测定

按GB/T 28137进行。

5.10 低温稳定性试验

按GB/T 19137—2003中2.2进行。悬浮率和湿筛试验仍符合文件要求为合格。

5.11 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2003中2.1进行。热储后，吡唑醚菌酯质量分数、氟环唑质量分数不低于储前的95%，pH值、悬浮率、倾倒性和湿筛试验符合文件要求为合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合GB/T 1604的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂的质量保证期，从生产日期起为2年，质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装和储运

7.1 标志、标签和包装

吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮剂应用玻璃瓶、聚酯瓶或铝箔袋包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每瓶（袋）净含量为100 g、400 g、450 g等，每箱净含量不超过10 kg。也可根据用户要求或定货协议，采用其他形式的包装，但应符合GB 3796的规定。

7.2 储运

吡唑醚菌酯·氟环唑悬浮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)

吡唑醚菌酯和氟环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

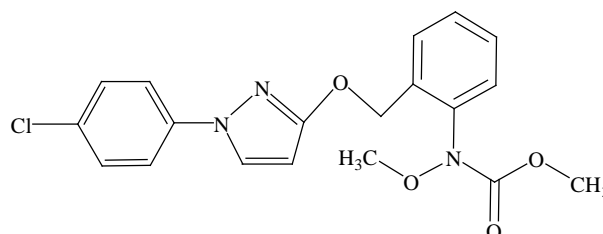
A.1 本产品有效成分吡唑醚菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Pyraclostrobin

CAS登录号：175013-18-0

化学名称：N-[2-[[1-(4-氯苯基)吡唑-3-基]氧甲基]苯基]-N-甲氧基氨基甲酸甲酯

结构式：



实验式： $C_{19}H_{18}ClN_3O_4$

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌

熔点： $63.7^{\circ}\text{C} \sim 65.2^{\circ}\text{C}$

密度（ 25°C ）： 1.367 g/cm^3

蒸气压（ 20°C ）： $2.6 \times 10^{-5}\text{ mPa}$

溶解度（ 20°C ）：水中 1.9 mg/L，丙酮 >500 g/L，乙腈 >500 g/L，乙酸乙酯 >500 g/L，二氯甲烷 >500 g/L，正庚烷 3.7 g/L，异丙醇 30.0 g/L，甲醇 100.8 g/L，辛醇 24.2 g/L，橄榄油 28.0 g/L，甲苯 >500 g/L

稳定性：大于30 d（pH 5~7， 25°C ）；水中光解 DT_{50} 1.7 d

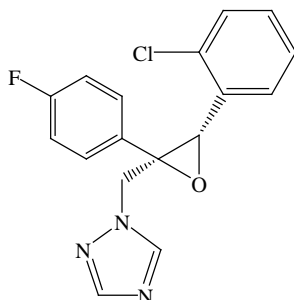
A.2 本产品有效成分氟环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Epoxiconazole

CAS登录号：106325-08-0

化学名称：(2RS,3SR)-1-[3-(2-氯苯基)-2,3-氧桥-2-(4-氟苯基)丙基]-1H-1,2,4-三唑

结构式：



实验式: $C_{17}H_{13}ClFN_3O$

相对分子质量: 329.8

生物活性: 杀菌

熔点: $136.2^{\circ}\text{C} \sim 137^{\circ}\text{C}$

密度(室温): 1.384 g/cm^3

蒸气压(20°C): $<0.01\text{ mPa}$

溶解度: 水 6.63 mg/L (20°C); 丙酮 144 g/L , 乙腈 70 g/L , 二氯甲烷 290 g/L , 乙酸乙酯 100 g/L , 庚烷 0.5 g/L , 甲醇 30 g/L , 正辛醇 10 g/L , 甲苯 40 g/L

稳定性: 在pH 5和pH 7条件下12 d内不水解
