

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

30% 苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂

40% Difenoconazole and pyraclostrobin 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

30% 苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂

1 范围

本文件规定了苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由符合文件的苯醚甲环唑原药、吡唑醚菌酯原药与适宜的助剂和填料加工而成的苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂。

注：苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯的其他名称、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 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

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

4.2 技术指标

苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂还应符合表1要求。

表1 苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
苯醚甲环唑质量分数/%			15.0 ^{+0.9} _{-0.9}
吡唑醚菌酯质量分数/%			15.0 ^{+0.9} _{-0.9}
pH范围			6.0~9.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
苯醚甲环唑悬浮率/%			≥ 90
吡唑醚菌酯悬浮率/%			≥ 90
湿筛试验（通过75 μm试验筛）/%			≥ 98
持久起泡性（1 min后泡沫量）/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、热储稳定性试验每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 GB/T 1605—2001 中5.3.2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800 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯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苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯质量分数的测定

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Eclipse XDB-C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

- 甲醇：色谱纯。
- 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

苯醚甲环唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse XDB-C₁₈、5 μm 填充物（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：50 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=70：30，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C ± 2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：吡唑醚菌酯约13.1 min；苯醚甲环唑（顺式+反式）约15.8 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，典型的图30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂的高效液相色谱图见图1。

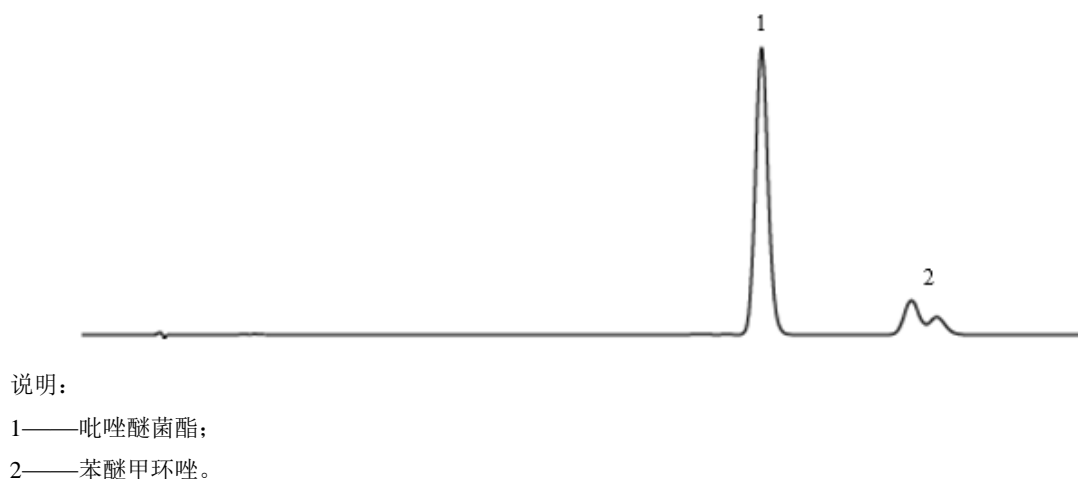


图1 30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.03 g（精确至0.000 01 g）苯醚甲环唑标样、0.05 g（精确至 0.000 01 g）吡唑醚菌酯标样于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.03 g（精确至0.000 01 g）苯醚甲环唑的试样于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，过滤。

5.4.5.3 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，直至相邻两针苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯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试样前后两针标样溶液中的苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯峰面积分别进行平均，试样中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）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 ——试样中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样溶液中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，苯醚甲环唑质量分数应不大于0.3%，吡唑醚菌酯质量分数应不大于0.6%，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 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.7 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4.2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容量瓶中，甲醇洗涤量筒，洗涤液并入容量瓶，超声振荡5 min，用甲醇稀释至刻度，取出冷却至室温，摇匀，过滤。按4.4测定苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯的质量，并计算悬浮率。

5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

5.9 持久起泡性试验

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、湿筛试验符合文件要求为合格。

5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.3进行。热储后，苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯质量分数应不低于储前的95%，pH值、倾倒性、悬浮率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，苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂采用聚酯瓶或玻璃瓶包装，每桶净重5 kg、20 kg、50 kg或200 kg，每瓶净含量一般为50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。外包装为钙塑箱或纸板箱，每箱2.5 kg、5 kg或10 kg；根据用户要求或定货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

7.2 储运

苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯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)

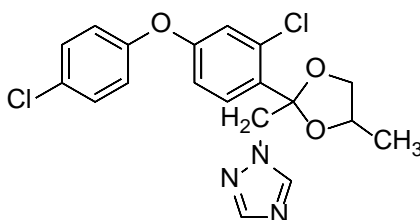
苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯的其它名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分苯醚甲环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

中文通用名：苯醚甲环唑

ISO通用名称：Difenoconazole

CAS登录号：119446-68-3

化学名称：顺,反-3-氯-4-[4-甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)-1,3-二恶戊烷-2-基]苯基-4-氯苯基醚
结构式：实验式：C₁₉H₁₇Cl₂N₃O₃

相对分子质量：406.3

生物活性：杀菌剂

熔点 (°C)：82.0~83.0

沸点 (°C)：100.8 (3.7 mPa)

蒸汽压 (25 °C)：3.3×10⁻⁵ mPa

溶解度 (g/L, 25 °C)：水 15 mg/L，丙酮、二氯甲烷、甲苯、甲醇、乙酸乙酯>500，正己烷 3，辛醇 110

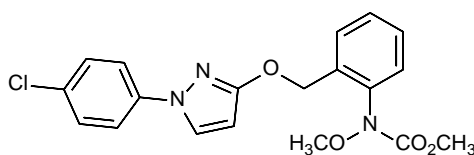
稳定性：在 150 °C 以下稳定，水解稳定

A.2 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

中文通用名：吡唑醚菌酯

ISO通用名称：Pyraclostrobin

CAS登录号：175013-18-0

化学名称：甲基 (N)-[[[1-(4-氯苯)吡唑-3-基]-氧]-O-甲氧基]-N-甲氧氨基甲酸酯
结构式：实验式：C₁₉H₁₈ClN₃O₄

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌剂

熔点 (°C): 63.7~65.2

蒸汽压 (20 °C): 2.6×10^{-5} mPa

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

稳定性: 在 25 °C 下的 pH5~7 的水溶液中稳定期大于 30 d
