

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

戊唑醇种子处理悬浮剂

Tebuconazole suspension concentrate for seed treatment

(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《标准化工作导则 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

戊唑醇种子处理悬浮剂

1 范围

本文件规定了戊唑醇种子处理悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由戊唑醇原药、适宜的助剂和填料加工制成的戊唑醇种子悬浮剂。

注：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 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，久置后允许有少量沉淀或分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

戊唑醇种子处理悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 60g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
戊唑醇质量分数，%		5.6 ^{+0.5} _{0.5}
戊唑醇质量浓度，g/L		60 ⁺⁶ ₆
pH 范围		4.0~8.0
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)，%		≥ 98
悬浮率，%		≥ 90
附着性，%		≥ 90
倾倒性	倾倒后残余物，%	≤ 5.0
	洗涤后残余物，%	≤ 0.5
持久起泡性（1 min 后泡沫量），mL		≤ 60
低温稳定性 ^a		合格
热储稳定性 ^a		合格
正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。		

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 中的 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 800 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与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戊唑醇的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与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戊唑醇的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 戊唑醇质量分数的测定

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 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 220 nm 下对试样中的戊唑醇进行反相高效液相色谱分离,以外标法定量。

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。

戊唑醇标样: 已知质量分数, $\omega \geq 99.3\%$ 。

5.4.3 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: 250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 C_{18} 、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 高效液相色谱操作条件

流动相: 检测过程中对甲醇 (A溶液) 与水 (B溶液) 比例进行梯度设定 (具体设定见表2)。

表2 流动相设定条件

时间 (min)	%A	%B
0	75	25
10	75	25
10.1	95	5
13	95	5
13.1	75	25
18	75	25

流量: 1.0 mL/min。

柱温: 30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长: 220 nm。

进样体积: 5 μL 。

保留时间: 戊唑醇约 9.8 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,典型的戊唑醇种子处理悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

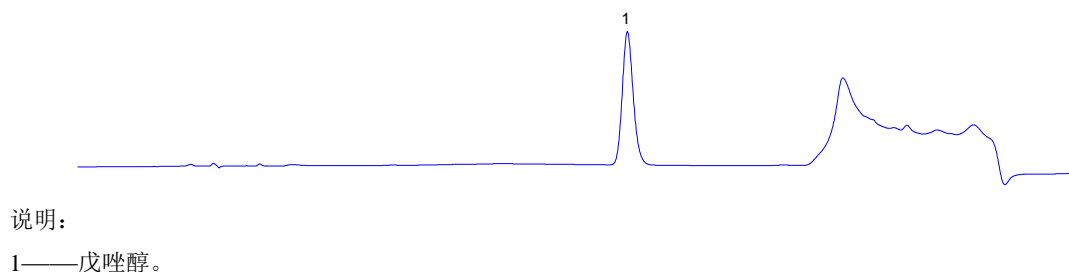


图1 60g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 01 g）戊唑醇标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。准确移取 10 mL 上述戊唑醇标样溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀。

5.4.5.2 戊唑醇试样溶液的制备

称取含戊唑醇 0.01 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 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。

5.4.5.3 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，直至相邻两针戊唑醇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戊唑醇峰面积分别进行平均，试样中戊唑醇质量分数和质量浓度分别按式（1）和式（2）计算：

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

$$\omega_2 = \omega_1 \times \rho \times 10 \quad (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中戊唑醇的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中戊唑醇峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中戊唑醇的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中戊唑醇峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——稀释因子，测定戊唑醇的质量分数时， $n=5$ ；

ω_2 ——试样中戊唑醇的质量浓度，以g/L表示；

ρ ——试样密度，以g/mL表示(20℃时，按GB/T 32776进行测定)。

5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，戊唑醇应不大于 0.1%，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 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 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 50 mL 容量瓶中，用 20 mL 甲醇分三次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶中，超声波振荡 10 min，取出冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.4 测定戊唑醇的质量，并计算悬浮率。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.9 附着性的测定

5.9.1 方法提要

经过包衣的种子通过上端玻璃漏斗倒落在导槽隔门上，打开隔门，种子在固定高度上跌落在筛子上，从种子上脱落的药剂粉未经筛子实现分离。上述过程重复进行 5 次，测定种子上残留的药剂含量，并与未进行跌落试验的种子上药剂含量进行比较，计算药剂的附着性。

5.9.2 试剂和溶液

四氢呋喃：色谱纯。

5.9.3 仪器

玻璃圆柱形导槽：长410~470 mm，内径（i.d.）80~85 mm。

下端密封连接玻璃漏斗：高100 mm，内径（i.d.）80~85 mm，下口径（i.d.）15~30 mm，长15~30 mm。

上端玻璃漏斗：上口径（i.d.）145~175 mm，下口径（i.d.）15~30 mm，长15~30 mm，处理后的种子最小通过全长400 mm距离。

滑盖门：安装在漏斗底部。

支架：保证导槽处于垂直状态。

试验筛：网眼尺寸小于被测种子，以防被测种子通过试验筛。

具塞锥形烧瓶：500 mL。

紫外分光光度计：UV-2600。

超声波清洗器。

5.9.4 试验步骤

5.9.4.1 种子包衣过程

称取至少 330 g 玉米种子（精确至 0.01 g），按照产品推荐使用剂量与种子充分混匀，并晾干，在温度 23 ± 5 °C、空气相对湿度 40%~60% 的环境条件下储存至少 24 小时。

5.9.4.2 未进行跌落试验的种子测定

称取三份 20g（精确至 0.01 g）处理好的种子样品，置于 500 mL 锥形瓶中，加入 500 mL 四氢呋喃，加塞置于超声波清洗器中振荡 10 min，取出静置 10 min 后，取上述溶液置于比色皿中。以四氢呋喃做参比，在 498 nm 波长下，测得测试溶液的吸光度，重复测定 3 次，并计算掉落前样品溶液的平均吸光度 A_u 。

5.9.4.3 进行跌落试验的种子测定

称取三份 90 g（精确至 0.01 g）处理好的种子样品，将其经过上端漏斗缓慢倒入圆柱导槽中，当所有种子均达到导槽底部时，打开隔门，使种子跌落在筛子上，关闭隔门。将筛子上的种子再按上述过程重复四次，称取 20 g（精确至 0.01 g）跌落后种子样品，用于种子附着药剂量测试。在进行下一批次样本试验前，将导槽、筛子和装置上的残留粉末清理干净。

重复跌落试验 3 次。

跌落试验完成后，将取出的 3 份样品按 5.9.4.2 处理后，测得测试溶液的吸光度。并计算掉落后样品溶液的平均吸光度 A_s 。

附着性装置图见图 2。

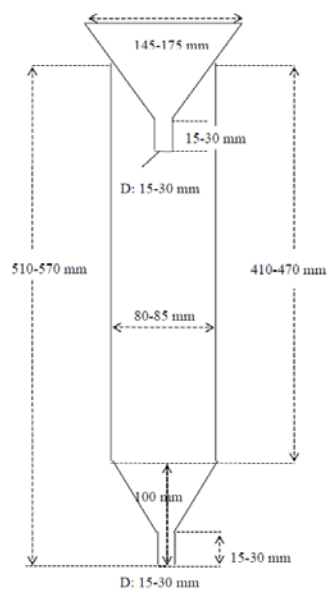


图2 附着性装置图

5.9.5 计算

附着性按式 (3) 计算:

$$\omega_3 = \frac{A_s}{A_u} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

 ω_3 ——附着性，以%表示；

A_s ——进行过跌落实验操作后三份样本的平均吸光度的数值;

Au——未进行过跌落实验操作三份样本的平均吸光度的数值。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中 2.2 “悬浮制剂”进行。对样品的湿筛指标进行测试。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行。热储后, 戊唑醇质量分数不低于储前的 95%, pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和附着性仍应符合标准要求为合格。

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，戊唑醇种子处理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，各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

戊唑醇种子处理悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

戊唑醇种子处理悬浮剂包装，采用塑料瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量 50 mL、100 mL 或 500 mL，外包装可用瓦楞纸板箱、纸箱或铝塑箱；也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

7.2 储运

戊唑醇种子处理悬浮剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥的仓库中。

附 录 A
(资料性附录)

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

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。

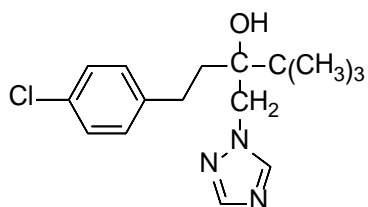
ISO通用名称: Tebuconazole

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:



分子式: $C_{16}H_{22}ClN_3O$

相对分子质量: 307.8

生物活性: 杀菌

熔点: 105 °C

蒸气压: 1.3×10^{-3} mPa (20 °C) ; 3.1×10^{-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)

附 录 B（资料性附录）
戊唑醇质量分数气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标，使用以HP-5为填料的毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的戊唑醇进行气相色谱分离，内标法定量。

B.2 试剂和溶液

丙酮。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

戊唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.3\%$ 。

内标溶液：称取1 g的邻苯二甲酸二丁酯，置于100 mL的容量瓶中，用丙酮溶解、定容、摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪：具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-5，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。

B.4 气相色谱操作条件

温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）：柱室起始温度190，升温速率10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，最终温度280，保持3 min、气化室260、检测室300。

气体流量（ mL/min ）：载气（ N_2 ）2.0、氢气30、空气300。

分流比：50:1。

进样体积：1 μL 。

保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约3.6 min，戊唑醇约6.5 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。典型的戊唑醇种子处理悬浮剂与内标物气相色谱图见图B.1。

ω_4 ——试样中戊唑醇的质量分数，以%表示；
 r_2 ——试样溶液中戊唑醇与内标物峰面积之比的平均值；
 m_3 ——标样的质量，单位为克（g）；
 ω ——标样中戊唑醇的质量分数，以%表示；
 r_1 ——标样溶液中戊唑醇与内标物峰面积之比的平均值；
 m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；
 ω_5 ——试样中戊唑醇的质量浓度，以g/L表示；
 ρ ——试样密度，以g/mL表示(20℃时，按GB/T 32776进行测定)。

B.6 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。
