

团体标准

T/CCPIA —XXXX

肟菌酯·戊唑醇悬浮剂

Trifloxystrobin and tebuconazole suspension concentrate

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

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》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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：XXX。

本文件主要起草人：XXX

肟菌酯·戊唑醇悬浮剂

1 范围

本文件规定了肟菌酯·戊唑醇悬浮剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于肟菌酯·戊唑醇悬浮剂产品生产的质量控制。

注：肟菌酯、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 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 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136-2021 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 28137-2011 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

GB/T 32776-2016 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

白色至米色的可流动，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

肟菌酯·戊唑醇悬浮剂应符合表1要求。

表1 肟菌酯·戊唑醇悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标	
	30%规格	40%规格
肟菌酯质量分数 ^a /%	$10.0^{+0.7}_{-0.7}$	$10.0^{+1.0}_{-1.0}$
肟菌酯质量浓度/g/L	110^{+7}_{-7}	110^{+10}_{-10}

表2 肟菌酯·戊唑醇悬浮剂控制项目指标（续）

项 目		指 标	
		30%规格	40%规格
戊唑醇质量分数 ^a /%		20.0 ^{+ 1.4} _{- 1.4}	30.0 ^{+ 1.5} _{- 1.5}
戊唑醇质量浓度/g/L		220 ^{+ 13} _{- 13}	330 ^{+ 15} _{- 15}
pH 范围		6.5 ~ 9.5	5.0 ~8.0
肟菌酯悬浮率/%		≥90	
戊唑醇悬浮率/%		≥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 分钟后）/mL		≤60	≤40
低温稳定性 ^b		冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。	
热储稳定性 ^b		热储后，肟菌酯和戊唑醇质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%，pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。	
^a 当质量发生争议时，以质量分数为仲裁依据。			
^b 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

警示：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。

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，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定抽样的包装件数，最终抽样量应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与肟菌酯（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，试样溶液某色谱峰的保留时间与标样溶液中肟菌酯（戊唑醇）色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与肟菌酯（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，试样溶液某色谱峰的保留时间与标样溶液中肟菌酯（戊唑醇）色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 肟菌酯（戊唑醇）质量分数的测定（气相色谱法）

5.5.1 方法提要

试样用邻苯二甲酸二丁酯内标溶液溶解，使用TR-5（5 %苯甲基硅酮）涂壁的石英毛细管柱，分流进样装置和氢火焰离子化检测器，对试样中的肱菌酯（戊唑醇）进行毛细管气相色谱分离和测定。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 丙酮：分析纯。

5.5.2.2 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

5.5.2.3 内标溶液的配制：称取邻苯二甲酸二丁酯 1.0 g（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.4 肱菌酯标样：已知准确质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.5 戊唑醇标样：已知准确质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5.5.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm（i. d.）石英毛细管柱，内壁涂 TR-5（5 %苯甲基硅酮），膜厚 0.25 μm。（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 定量进样管：10 μL。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 气相色谱操作条件

5.5.4.1 气体流量（mL/min）：载气（N₂）2.0、补偿气（N₂）25、氢气 30、空气 400。

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

5.5.4.3 分流比：5：1。

5.5.4.4 进样体积：0.5 μL。

5.5.4.5 保留时间（min）：内标物约 2.9，肱菌酯约 5.2，戊唑醇约 5.9。

5.5.4.6 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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。典型的肱菌酯·戊唑醇悬浮剂气相色谱图见图 1。

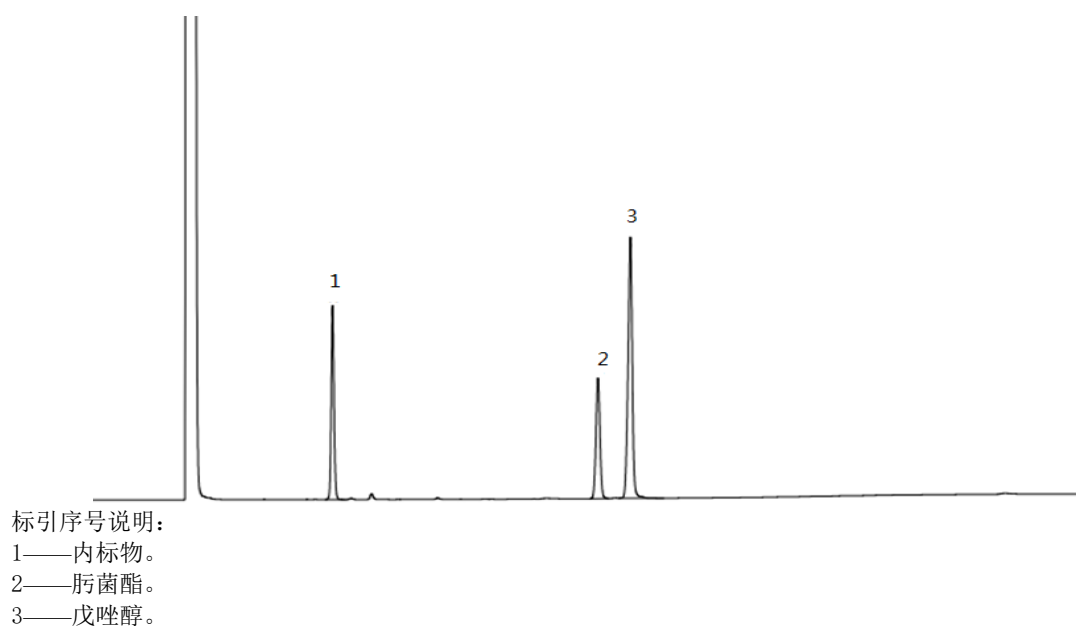


图1 肱菌酯·戊唑醇悬浮剂气相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取肱菌酯标样0.02 g（精确至0.0000 2 g），戊唑醇标样0.06 g（精确至0.0000 2 g）置于100 mL容量瓶中，加入5 mL邻苯二甲酸二丁酯内标溶液，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 1 g）肱菌酯的试样于100 mL容量瓶中，加入5 mL邻苯二甲酸二丁酯内标溶液，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 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，直至相邻两针肱菌酯（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。

5.5.5.6 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肱菌酯（戊唑醇）峰面积分别进行平均。试样中肱菌酯（戊唑醇）质量分数 ω_1 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 ——肱菌酯（戊唑醇）质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中肱菌酯（戊唑醇）峰面积和的平均值；

m_1 ——肱菌酯（戊唑醇）标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样肱菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中肱菌酯（戊唑醇）峰面积和的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

脲菌酯（戊唑醇）质量分数两次平行测定的结果之差值脲菌酯应不大于0.6%，戊唑醇应不大于0.5%。取其算术平均值作为测定结果。

5.6 脲菌酯（戊唑醇）质量分数的测定（高效液相色谱法）

5.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填充物的液相色谱柱和可变波长紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的脲菌酯（戊唑醇）进行反相高效液相色谱分离和测定。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 甲醇：色谱级。

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.3 脲菌酯标样：已知准确质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.2.4 戊唑醇标样：已知准确质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.6.3.2 色谱柱：150 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）。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相： ψ （甲醇：水）=75：25。

5.6.4.2 流量：1.0 mL/min。

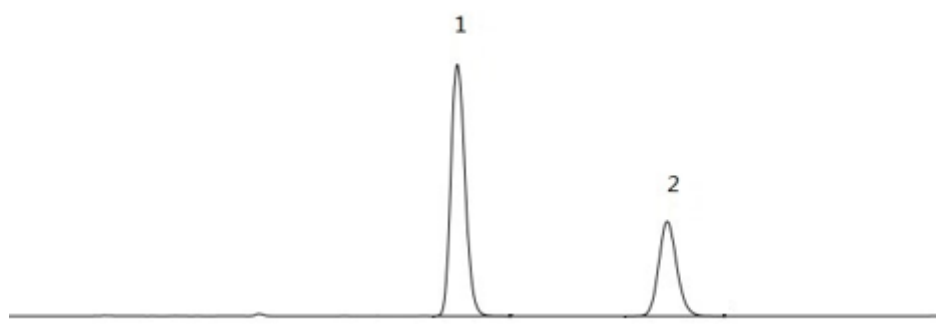
5.6.4.3 柱温：30 $^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ 。

5.6.4.4 检测波长：220 nm。

5.6.4.5 进样体积：5 μL 。

5.6.4.6 保留时间（min）：戊唑醇约 5.8，脲菌酯约 8.4。

5.6.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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。典型的脲菌酯·戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：

1——戊唑醇。

2——肟菌酯。

图2 肟菌酯·戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的配制

称取0.02 g（精确至0.0000 2 g）肟菌酯标样和0.06 g（精确至0.0000 2 g）戊唑醇标样于50 mL容量瓶中，加入20 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的配制

称取含0.02 g（精确至0.000 1 g）肟菌酯的试样于50 mL容量瓶中，加入20 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.6.5.3 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，得相邻两针肟菌酯（戊唑醇）响应值变化小于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。

5.6.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液肟菌酯（戊唑醇）峰面积分别进行平均，肟菌酯（戊唑醇）质量分数 ω_2 (%)，按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega'}{A_3 \times m_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_2 ——标样中噻唑磷的质量分数，以%表示；

A_4 ——试样溶液中噻唑磷峰面积的平均值；

m_3 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω' ——标样中噻唑磷的质量分数，以%表示；

A_3 ——标样溶液中噻唑磷峰面积的平均值；

m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.6.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于1.5%，取其算术平均值做为测定结果。

5.7 pH 的测定

按 GB/T 1601规定执行。

5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150中2.2规定执行。

5.9 悬浮率的测定

5.9.1 测定

称取5.0 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3次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡3 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按5.5/5.6测定肟菌酯（戊唑醇）的质量，并计算悬浮率。

5.9.2 计算

悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_5 \times \omega_1 - A_5 \times m_6 \times \omega \div A_6}{m_5 \times \omega_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

ω_3 ——悬浮率，以%表示；

m_5 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中肟菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；

A_5 ——试样溶液中肟菌酯（戊唑醇）峰面积的平均值；

m_6 ——肟菌酯（戊唑醇）标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中肟菌酯（戊唑醇）的质量分数，以%表示；

A_6 ——标样溶液中肟菌酯（戊唑醇）峰面积的平均值。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 规定执行。

5.11 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 规定执行。

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2规定执行。

5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 规定执行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标中的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170-2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，肟菌酯·戊唑醇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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

肟菌酯·戊唑醇悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定；肟菌酯·戊唑醇悬浮剂采用塑料瓶包装，每瓶净含量100 mL、200 mL。也可以根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

肟菌酯·戊唑醇悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的仓库中。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)

肟菌酯、戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

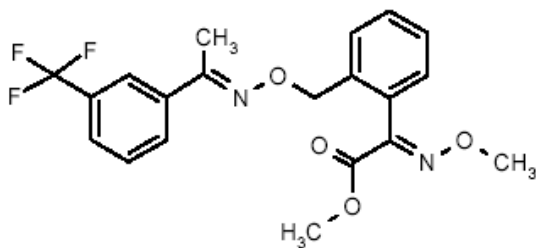
A.1 本品有效成份肟菌酯的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Trifloxystrobin；

——CAS 登录号：[141517-21-7]；

——化学名称：(E)-甲氧基亚胺基-{(E)- α -[1-(α,α,α -三氟间甲基)-亚乙基氨基氧]邻甲基}乙酸甲酯；

——结构式：

——分子式：C₂₀H₁₉F₃N₂O₄；

——相对分子质量：408.4；

——生物活性：杀菌剂；

——熔点：72.9 ℃；

——蒸气压(25℃)：3.4×10⁻³ mPa；

——溶解度(25℃)：水 610 μg/L；丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯>500 g/L，己烷 11 g/L，甲醇 76 g/L，辛醇 18 g/L，甲苯 500 g/L；

——稳定性：原药大于 285 ℃时分解。水解 DT₅₀(20 ℃)：27.1 h (pH 9)、11.4 周 (pH 7)；在 pH5 时稳定。水溶液中光解 DT₅₀(25 ℃)：1.7 d (pH 7)、1.1 d (pH 5)。

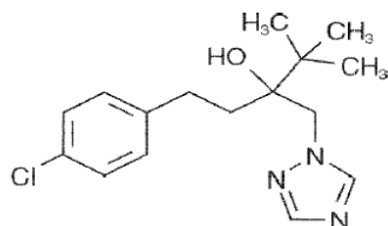
A.2 本品有效成份戊唑醇的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Tebuconazole；

——CAS 登录号：[107534-96-3]；

——化学名称：(RS) 1-对氯苯基-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊-3-醇；

——结构式：



——分子式：C₁₆H₂₂ClN₃O；

——相对分子质量：307.8；

——生物活性：杀菌剂；

——熔点：105℃；

——蒸气压(20℃)：1.7×10⁻³ mPa；

——溶解度(20℃)：水 36 mg/L (pH 5~9)；二氯甲烷>200 g/L，己烷<0.1 g/L，异丙醇和甲苯 50~100g/L；

——稳定性：对高温稳定，在无菌条件下，纯水中不易发生水解和光解。