

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—XXXX

25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂

25% Fluopicolide and Cyazofamid suspension concentrate

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—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》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, XXX, XXX。

25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂

1 范围

本文件规定了25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂的技术要求、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25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂产品的质量控制。

注：氟吡菌胺、氰霜唑的其他名称、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 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—2003 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- 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
- 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

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

4.2 技术指标

25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂应符合表1要求。

表1 25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
		25%	250 g/L
氟吡菌胺质量分数 ^a /%		10.0 ^{+ 1.0} _{- 1.0}	13.5 ^{+ 0.8} _{- 0.8}
氰霜唑质量分数 ^a /%		15.0 ^{+ 0.9} _{- 0.9}	9.0 ^{+ 0.9} _{- 0.9}
氟吡菌胺质量浓度（20 ℃）/（g/L）		113 ^{+ 6.7} _{- 6.7}	150 ^{+ 9.0} _{- 9.0}
氰霜唑质量浓度（20 ℃）/（g/L）		169 ^{+ 10.1} _{- 10.1}	100 ^{+ 10.0} _{- 10.0}
pH		6.0～9.0	
氟吡菌胺悬浮率/%		≥90	
氰霜唑悬浮率/%		≥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	
湿筛试验（通过75 μm试验筛）/%		≥98	
低温稳定性 ^b		冷储后，悬浮率和湿筛试验仍应符合本文件要求。	
热储稳定性 ^b		热储后，氟吡菌胺、氰霜唑质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、倾倒性、湿筛试验、悬浮率仍应符合本文件要求。	
^a 当质量发生争议时，以氟吡菌胺、氰霜唑质量分数测定结果为仲裁依据。			
^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规定执行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于800 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与氟吡菌胺（氰霜唑）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氟吡菌胺（氰霜唑）的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.2%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 氟吡菌胺（氰霜唑）质量分数的测定

5.5.1 氟吡菌胺（氰霜唑）质量分数的测定

5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的氟吡菌胺（氰霜唑）进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.1.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 磷酸。

5.5.1.2.4 磷酸溶液：pH=4.0。

5.5.1.2.5 氟吡菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.2.6 氰霜唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.1.3.4 定量进样管：5 μL。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相 A：乙腈。

5.5.1.4.2 流动相 B：磷酸溶液。

5.5.1.4.3 梯度洗脱条件见表 2。

表2 梯度洗脱条件

时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	55	45
11	55	45
11.1	90	10
14	90	10
14.1	55	45
19.0	55	45

5.5.1.4.4 流速：1.2 mL/min。

5.5.1.4.5 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.5.1.4.6 检测波长：270 nm。

5.5.1.4.7 进样体积：5 μL。

5.5.1.4.8 保留时间：氟吡菌胺约 6.0 min，氰霜唑约 9.7 min。

5.5.1.4.9 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 25% 氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

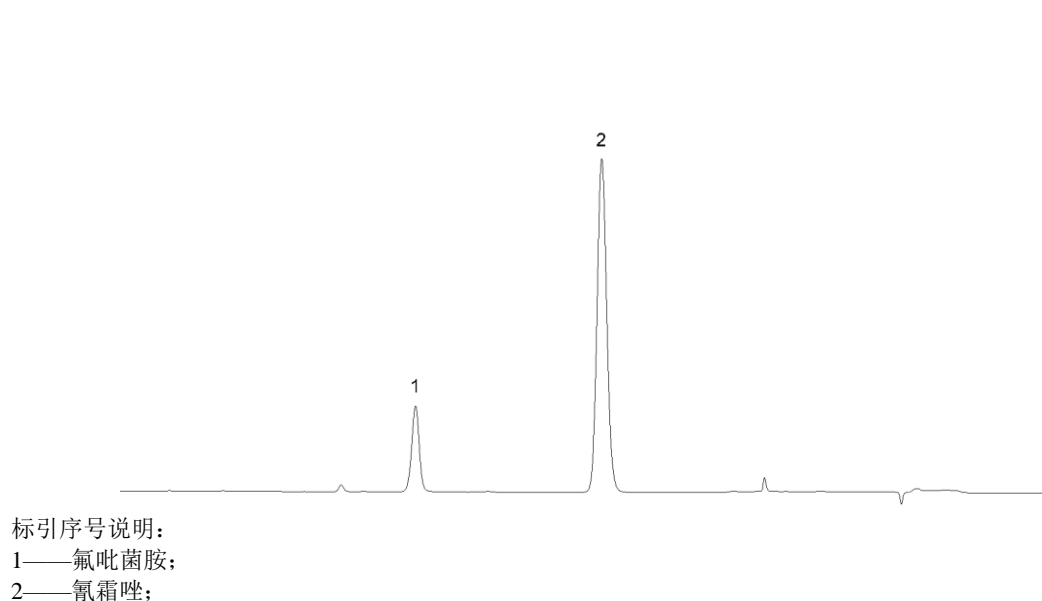


图1 25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.03 g (精确至0.000 01 g) 氟吡菌胺标样、0.045 g (精确至0.000 01 g) 氰霜唑标样, 置于100 mL容量瓶中, 加入70 mL乙腈, 超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含氰霜唑约 0.045 g (精确至0.000 1 g) 的试样, 置于100 mL容量瓶中, 先加入2 mL水使试样分散, 再加入70 mL乙腈, 超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.5.1.5.3 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，直至相邻两针氟吡菌胺（氟霜唑）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。

5.5.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中氟吡菌胺（氟霜唑）峰面积分别进行平均，试样中氟吡菌胺（氟霜唑）质量分数按式（1）计算，氟吡菌胺（氟霜唑）质量浓度按式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \omega_1 \times d \times 10L L L L L L L L L L L L L L L L \quad (2)$$

式中:

ω_1 ——试样中氟吡菌胺（氰霜唑）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中氟吡菌胺（氟霜唑）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中氟吡菌胺（氟霜唑）质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中氟吡菌胺（氰霜唑）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——试样中氟吡菌胺（氟霜唑）的质量浓度，单位为克每升（g/L）；

d ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.3或3.4规定执行）。

5.5.1.7 允许差

氟吡菌胺（氰霜唑）质量分数两次平行测定结果之相对偏差应不大于2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

5.7 湿筛试验

按 GB/T 16150—2003 中2.2规定执行。

5.8 悬浮率的测定

5.8.1 测定

称取1.0 g（精确至0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中4.2规定执行。将量筒底部剩余1/10悬浮液及沉淀物全部转移到100 mL容量瓶中，用50 mL乙腈分3次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡10 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。按5.5测定氟吡菌胺（氰霜唑）的质量，并计算悬浮率。

5.8.2 计算

悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times A_3 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega)}{m_4 \times A_3} \times 111.1\% \quad (3)$$

式中：

- ω_2 ——悬浮率，以%表示；
- m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω_1 ——试样中氟吡菌胺（氰霜唑）的质量分数，以%表示；
- A_4 ——试样溶液中氟吡菌胺（氰霜唑）峰面积的平均值；
- m_3 ——氟吡菌胺（氰霜唑）标样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω ——标样中氟吡菌胺（氰霜唑）的质量分数，以%表示；
- A_3 ——标样溶液中氟吡菌胺（氰霜唑）峰面积的平均值。

5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137规定执行。

5.10 倾倒性的测定

按 GB/T 31737规定执行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2规定执行。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中2.1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章技术指标中除热储稳定性和低温稳定性以外的所有项目。

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，25%氟吡菌胺·氰霜唑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

25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定；25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂采用聚酯瓶包装，每瓶100 g (mL)、250 g (mL)、500 g (mL)等，紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中，每箱净含量不超过15 kg。也可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

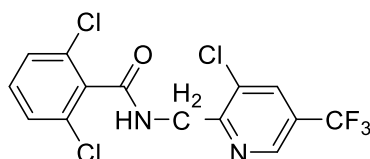
25%氟吡菌胺·氰霜唑悬浮剂包装应储存在通风、干燥的库房中。储运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

附 录 A (资料性)

氟吡菌胺和氰霜唑的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分氟吡菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

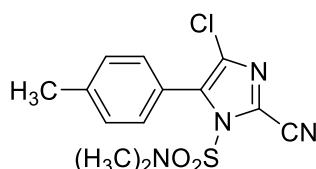
- ISO通用名称：Fluopicolide；
- CAS登录号：[239110-15-7]；
- 化学名称：2,6-二氯-N-[3-氯-5-(三氟甲基)-2-吡啶甲基]苯甲酰胺；
- 结构式：



- 分子式：C₁₄H₈Cl₃F₃N₂O；
- 相对分子质量：295.7；
- 生物活性：杀菌；
- 熔点：150℃；
- 溶解度（20℃，g/L）：水中小于4 mg/L，乙醇19.2 g/L、正己烷0.20 g/L、二氯甲烷126 g/L、乙酸乙酯37.7 g/L、丙酮74.7 g/L、甲醇4.7 g/L、二甲亚砜183 g/L；
- 稳定性（22℃）：对光稳定，水中半衰期可达365 d。

A.2 本产品有效成分氰霜唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Cyazofamid；
- CAS登录号：[120116-88-3]；
- 化学名称：4-氯-2-氰基-N,N-二甲基-5-(4-甲基苯基)-1H-咪唑-1-磺酰胺；
- 结构式：



- 分子式：C₁₃H₁₃ClN₄O₂S；
- 相对分子质量：324.8；
- 生物活性：杀菌；
- 熔点：152.7℃；
- 水中溶解度（mg/L，20℃～25℃）：0.107（pH 7），0.109（pH 9），0.121（pH 5）。
- 有机溶剂中溶解度（g/L，20℃～25℃）：丙酮41.9，乙腈29.4，二氯甲烷101.8，乙酸乙酯15.63，正己烷0.03，异丙醇0.39，甲醇1.54，辛醇0.25，甲苯5.3。
- 稳定性：水溶液中水解：DT₅₀ 24.6 d（pH 4），27.2 d（pH 5），24.8 d（pH 7）。