

# 团 体 标 准

T/CCPIA 092—2021

---

## 62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂

62%Cyprodinil and fludioxonil water dispersible granule

2021-04-30 发布

2021-04-30 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：杭州宇龙化工有限公司、浙江宇龙生物科技股份有限公司、山东省农药科学研究院。

本文件主要起草人：王广友、张强、于迟、潘丽英、周婷、张宝华。



CCPIA

# 62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂

## 1 范围

本文件规定了62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂的技术要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂产品生产的质量控制,也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

注:啞菌环胺和咯菌腈的其他名称、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 1600-2001 农药水分测定方法
- 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 5451 农药可湿性粉剂润湿时间测定方法
- 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 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法
- GB/T 32775 农药分散性测定方法
- GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

干燥的、能自由流动的颗粒,基本无粉尘,无可见的外来物质和硬块。

### 4.2 技术指标

62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
啞菌环胺质量分数/%	37.0 <sup>+1.8</sup> <sub>-1.8</sub>
咯菌腈质量分数/%	25.0 <sup>+1.5</sup> <sub>-1.5</sub>
水分/%	≤3.0
pH 值	5.0~8.0
啞菌环胺悬浮率/%	≥75
咯菌腈悬浮率/%	≥75
润湿时间/s	≤120
湿筛试验（通过 75μm 试验筛）/%	≥98
粉尘/mg	≤30
分散性/%	≥80
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL	≤60
耐磨性/%	≥90
热储稳定性 <sup>a</sup>	热储后，啞菌环胺、咯菌腈质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%，pH 值、啞菌环胺悬浮率、咯菌腈悬浮率、湿筛试验、粉尘、分散性和耐磨性仍应符合本文件要求。
<sup>a</sup> 正常生产时，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，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，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 进行。

### 5.2 取样

按 GB/T 1605-2001 中 5.3.3 进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 600 g。

### 5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与啞菌环胺、咯菌腈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啞菌环胺或咯菌腈色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

### 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 啞菌环胺和咯菌腈质量分数的测定

### 5.5.1 方法提要

试样用甲醇+水溶解，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 254 nm 下对试样中的啞菌环胺和咯菌腈进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 啞菌环胺标样：已知啞菌环胺质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 咯菌腈标样：已知咯菌腈质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.3.4 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比  $\Psi_{(\text{甲醇}:\text{水})} = 75:25$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

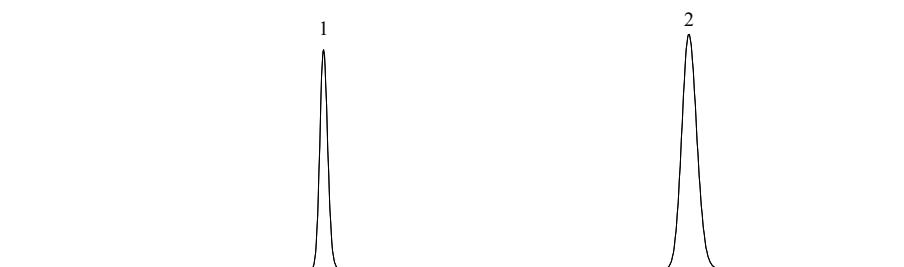
5.5.4.3 柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间：咯菌腈约 5.0 min、啞菌环胺约 10.7 min。

5.5.4.7 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 62% 啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——咯菌腈；

2——啞菌环胺。

图 1 62%啞菌环胺·咯菌腈水分散粒剂的高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 啞菌环胺标样和 0.03 g (精确至 0.000 01 g) 咯菌腈标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 45 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min 使之溶解, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.04 g (精确至 0.000 01 g) 啞菌环胺的试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 先加入 5 mL 水使样品分散, 再加入 40 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min 使之溶解, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

#### 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, 直至相邻两针啞菌环胺(咯菌腈)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。

#### 5.5.6 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的啞菌环胺(咯菌腈)峰面积分别进行平均, 试样中啞菌环胺(咯菌腈)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:

$\omega_1$ ——啞菌环胺(咯菌腈)的质量分数, 以百分数(%)表示;

$A_2$ ——试样溶液中, 啞菌环胺(咯菌腈)峰面积的平均值;

$m_1$ ——啞菌环胺(咯菌腈)标样的质量, 单位为克(g);

$\omega$ ——标样中啞菌环胺(咯菌腈)的质量分数, 以百分数(%)表示;

$A_1$ ——标样溶液中, 啞菌环胺(咯菌腈)峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量, 单位为克(g)。

#### 5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差, 啞菌环胺应不大于 0.4%, 咯菌腈应不大于 0.4%, 各取其算术平均值作为测定结果。

### 5.6 水分的测定

按 GB/T 1600-2001 中 2.2 进行。

### 5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

### 5.8 悬浮率的测定

### 5.8.1 测定

按 GB/T 14825-2006 中 4.1 进行。称取 1.0 g (精确至 0.000 01 g) 试样。用 20 mL 甲醇分三次将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 50 mL 容量瓶中，在超声波下振荡 5 min，恢复至室温，定容，摇匀，过滤，按 5.5 测定啞菌环胺（咯菌腈）质量。

### 5.8.2 计算

悬浮率按式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega) \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$\omega_2$ ——悬浮率，以百分数 (%) 表示；

$m_4$ ——试样的质量，单位为克 (g)；

$\omega_1$ ——试样中啞菌环胺（咯菌腈）的质量分数，以百分数 (%) 表示；

$A_4$ ——试样溶液中，啞菌环胺（咯菌腈）峰面积的平均值；

$m_3$ ——啞菌环胺（咯菌腈）标样的质量，单位为克 (g)；

$\omega$ ——标样中啞菌环胺（咯菌腈）的质量分数，以百分数 (%) 表示；

$A_3$ ——标样溶液中，啞菌环胺（咯菌腈）峰面积的平均值。

### 5.9 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

### 5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150-1995 中 2.2 进行。

### 5.11 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。

### 5.12 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

### 5.13 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

### 5.14 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

### 5.15 热储稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.3 进行。

## 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

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标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,62%噁菌环胺·咯菌腈水分散粒剂的质量保证期,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

62%噁菌环胺·咯菌腈水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

62%噁菌环胺·咯菌腈水分散粒剂应采用铝箔袋包装,每袋的净含量为100 g;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱,每箱的净含量不应超过5 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

62%噁菌环胺·咯菌腈水分散粒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)

### 啉菌环胺和咯菌腈的其他名称、结构式和基本物化参数

啉菌环胺和咯菌腈的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

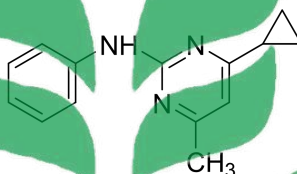
#### (1) 啉菌环胺

ISO 通用名称：Cyprodinil

CAS登录号：121552-61-2

化学名称：4-环丙基-6-甲基-*N*-苯基-2-嘧啶胺

结构式：



分子式：C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>

相对分子质量：225.3

生物活性：杀菌

熔点（℃）：75.9

蒸气压（25℃）：0.51 mPa

溶解度（g/L，20℃~25℃）：水13.0 mg/L（pH 7.0）、15.0 mg/L（pH 9.0）、20.0 mg/L（pH 5.0）；丙酮610，二氯甲烷>500，乙醇160，乙酸乙酯>500，正己烷26，甲醇150，正辛醇140，甲苯440

稳定性：水解稳定，DT<sub>50</sub>>1年（pH 4~9，25℃）；水中光解DT<sub>50</sub> 21 d（蒸馏水），13 d（pH 7.3）

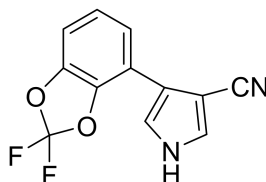
#### (2) 咯菌腈

ISO 通用名称：Fludioxonil

CAS登录号：131341-86-1

化学名称：4-(2,2-二氟-1,3-苯并二氧-4-基)-*1H*-吡咯-3-腈

结构式：



分子式：C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

相对分子质量：248.2

生物活性：杀菌

熔点（℃）：199.8

蒸气压（25℃）：0.00039 mPa

溶解度（g/L，20℃~25℃）：水1.8 mg/L；丙酮190，乙醇44，正己烷0.01，正辛醇20，甲苯2.7

稳定性：25 ℃，pH 5~9条件下不易发生水解

