

团 体 标 准

T/CCPIA 069—2021

30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂

30%Difenoconazole and pyraclostrobin suspension concentrate

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这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：陕西汤普森生物科技有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、浙江省农业科学院。

本文件主要起草人：俞瑞鲜、冯塔、张慧娟、于迟、王晓龙。



CCPIA

30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂

1 范围

本文件规定了30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂的技术要求、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30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮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：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—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 技术要求

4.1 外观

可流动、易测量体积的悬浮液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂还应符合表1要求。

表 1 30%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值		6.0~9.0
苯醚甲环唑悬浮率/%		≥90
吡唑醚菌酯悬浮率/%		≥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 min后泡沫量）/mL		≤25
低温稳定性 ^a		冷储后，悬浮率、湿筛试验应符合本文件要求。
热储稳定性 ^a		（40±2）℃下储存8周后，苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯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、湿筛试验应符合本文件要求。
^a 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验每3个月至少测定一次。		

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5.3.2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800 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯醚甲环唑、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或吡唑醚菌酯色谱峰的保留时间，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 苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯质量分数的测定

5.5.1 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。

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

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

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 μm 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 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。

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 $\psi_{(\text{甲醇}:\text{水})} = 70:30$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：室温 (温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 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。

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 30% 苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——吡唑醚菌酯;

2——苯醚甲环唑。

图 1 30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.03 g (精确至0.000 01 g) 苯醚甲环唑标样、0.03 g (精确至0.000 01 g) 吡唑醚菌酯标样, 置于100 mL容量瓶中, 加入50 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0.03 g (精确至0.000 01 g) 苯醚甲环唑的试样, 置于100 mL容量瓶中, 加入50 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1.2%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:

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

式中:

ω_1 ——苯醚甲环唑(吡唑醚菌酯)的质量分数, 以百分数(%)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, 单位为克(g);

ω ——标样中苯醚甲环唑(吡唑醚菌酯)的质量分数, 以百分数(%)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, 单位为克(g)。

5.5.7 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0.3%, 取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 悬浮率的测定

5.7.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中4.2进行。称取1 g（精确至0.000 1 g）试样。用60 mL甲醇分3次将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL容量瓶中，在超声波下振荡5 min，取出冷却至室温，定容，摇匀，过滤。按5.5测定苯醚甲环唑和吡唑醚菌酯的质量。

5.7.2 计算

悬浮率按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 (A_4 \times m_3 \times \omega_{b1}) \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ω_2 ——悬浮率，以百分数（%）表示；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_4 ——试样溶液中，苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）峰面积和的平均值；

m_3 ——苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）标样的质量，单位为克（g）；

ω_{b1} ——标样中苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_3 ——标样溶液中，苯醚甲环唑（吡唑醚菌酯）峰面积和的平均值。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

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进行。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1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，30%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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

30%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。

30%苯醚甲环唑·吡唑醚菌酯悬浮剂应采用聚酯瓶、聚乙烯瓶包装或高阻隔瓶包装，并应有铝箔封口，每瓶的净含量可以为50 g(mL)、100 g(mL)、250 g(mL)、500 g(mL)、1 kg(L)等，也可采取更大包装；外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每箱的净含量不应超过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

30%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)

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

苯醚甲环唑、吡唑醚菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 苯醚甲环唑

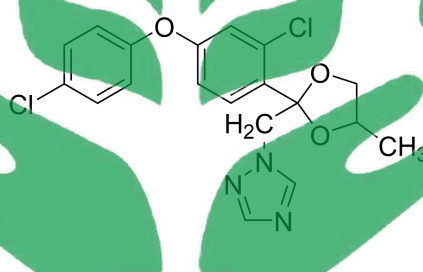
ISO通用名称：Difenoconazole

CAS登录号：119446-68-3

CIPAC数字代码：687

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：



分子式：C₁₉H₁₇Cl₂N₃O₃

相对分子质量：406.3

生物活性：杀菌

熔点 (°C)：82.0~83.0

沸点 (°C)：100.8 (3.7 mPa)

蒸气压 (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、乙酸乙酯均>500，正己烷 3，辛醇 110

稳定性：在 150 °C 以下稳定，水解稳定

(2) 吡唑醚菌酯

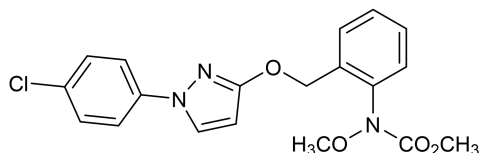
ISO通用名称：Pyraclostrobin

CAS登录号：175013-18-0

CIPAC数字代码：657

化学名称：*N*-[2-[[1-(4-氯苯基)吡唑-3-基]氧甲基]苯基]-*N*-甲氧基氨基甲酸甲酯

结构式：



分子式：C₁₉H₁₈ClN₃O₄

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌

熔点 (°C)：63.7~65.2

T/CCPIA 069—2021

溶解度 (g/L, 20 °C): 水 1.9 mg/L, 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、乙腈、二氯甲烷、甲苯均 >500

稳定性: 在 25 °C 下的 pH 5~7 的水溶液中稳定期大于 30 d; 水中光解 DT_{50} 1.7 d

