

团 体 标 准

T/CCPIA 089-2021

60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂

60 g/L Tebuconazole suspension concentrate for seed treatment

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：拜耳作物科学（中国）有限公司、东莞市瑞德丰生物科技有限公司、湖南化工研究院。

本文件主要起草人：傅黎、张东海、韩瑜、鲁忠华、戎谔、陈晓枫。



CCPIA

60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂

1 范围

本文件规定了60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂的技术要求、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60 g/L戊唑醇种子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：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 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

GB/T 32776 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

红色可流动、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

60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂还应符合表 1 要求。

表 1 60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
		60 g/L 规格
戊唑醇质量分数 ^a /%		5.5 ^{+0.5} _{-0.5}
戊唑醇质量浓度/g/L (20℃)		60 ⁺⁶ ₋₆
附着性/%		≥90
pH值		4.0~8.0
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		≤60
低温稳定性 ^a		冷储后, 湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性 ^a		热储后, 戊唑醇质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%, 悬浮率、pH值、湿筛试验、倾倒性和附着性仍应符合本文件要求。
^a 当质量发生争议时, 以戊唑醇质量分数为仲裁; ^b 正常生产时, 低温稳定性、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 中的 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, 其相对差应在 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, 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 戊唑醇质量分数的测定

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。也可采用气相色谱法测定戊唑醇的质量分数，色谱操作条件见附录B。

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 戊唑醇标样：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：具有可变波长紫外可见检测器。

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（或具等效效果的色谱柱）。

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 梯度洗脱条件见表2。

表2 流动相设定条件

时间/min	甲醇/%	水/%
0	75	25
10.0	75	25
10.1	95	5
13.0	95	5
13.1	75	25
18.0	75	25

5.5.4.2 流量：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：220 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

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

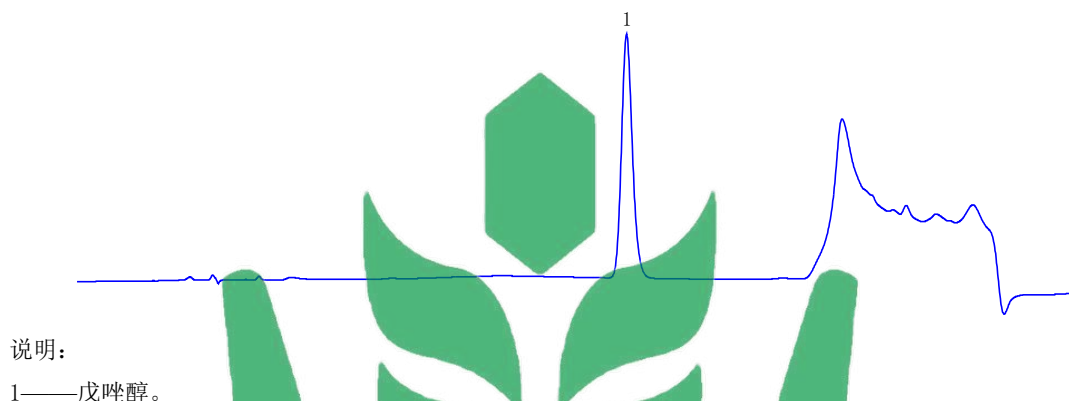


图 1 戊唑醇种子处理悬浮剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）戊唑醇标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 30 mL 甲醇，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，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。

5.5.5.2 戊唑醇试样溶液的制备

称取含 0.01 g（精确至 0.000 1 g）戊唑醇的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 30 mL 甲醇，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.5.3 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。

5.5.6 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：

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

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

式中：

ω_1 ——试样中戊唑醇的质量分数，以百分数（%）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，以百分数（%）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 ——标样的稀释倍数， $n=5$ ；

ω_2 ——试样中戊唑醇的质量浓度，以g/L表示；

ρ ——试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（20℃时，按 GB/T 32776 进行测定）。

5.5.7 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差 60 g/L 规格戊唑醇应不大于 0.1%，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 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.8 悬浮率的测定

称取 1.0 g（精确至 0.0001g）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 5.5 测定戊唑醇的质量，并计算悬浮率。

5.8.1 计算

悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega_{b1}) \div A_3 \div n}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω_3 ——悬浮率，以百分数（%）表示；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中戊唑醇的质量分数，以百分数（%）表示；

A_4 ——试样溶液中，戊唑醇峰面积的平均值；

m_3 ——戊唑醇标样的质量，单位为克（g）；

ω_{b1} ——标样中戊唑醇的质量分数，以百分数（%）表示；

A_3 ——标样溶液中，戊唑醇峰面积的平均值。

n ——稀释因子。当计算量筒底部 25 mL 悬浮液和沉淀物中戊唑醇的质量时， $n=5$ 。

5.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.10 附着性的测定

5.10.1 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的药剂含量进行比较,计算药剂的附着性。

5.10.2 试剂和溶液

5.10.2.1 甲醇: 色谱级。

5.10.2.2 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.10.2.3 戊唑醇标样: 已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.10.3 仪器

5.10.3.1 玻璃圆柱形导槽: 长410 mm~470 mm, 内径(i.d.) 80 mm~85 mm。

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

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

5.10.3.4 滑盖门: 安装在漏斗底部。

5.10.3.5 支架: 保证导槽处于垂直状态。

5.10.3.6 试验筛: 网眼尺寸小于被测种子, 以防被测种子通过试验筛。

5.10.3.7 高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外可见检测器。

5.10.3.8 色谱柱: 250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装C₁₈、5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱)。

5.10.3.9 过滤器: 滤膜孔径约0.45 μm。

5.10.3.10 定量进样管: 5 μL。

5.10.3.11 具塞锥形瓶: 250 mL。

5.10.3.12 超声波清洗器。

5.10.4 试验步骤

5.10.4.1 种子包衣过程

称取至少330 g(精确至0.01 g)玉米种子,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℃、空气相对湿度40%~60%的环境条件下储存至少24 h。

5.10.4.2 未进行跌落试验的种子测定

称取三份20 g（精确至0.01 g）处理好的种子样品，置于250 mL锥形瓶中，加入50 mL甲醇，加塞置于超声波清洗器中振荡10 min，取出静置10 min后，按5.5中质量分数方法测定试样中戊唑醇的质量，计算质量平均值 m_u 。

5.10.4.3 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）跌落种子样品，用于种子附着药剂测试。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。

跌落试验完成后，将取出的3份样品按5.10.4.2处理后，测定试样中戊唑醇的质量。并计算掉落样品溶液中戊唑醇的质量平均值 m_s 。

附着性装置图见图2。

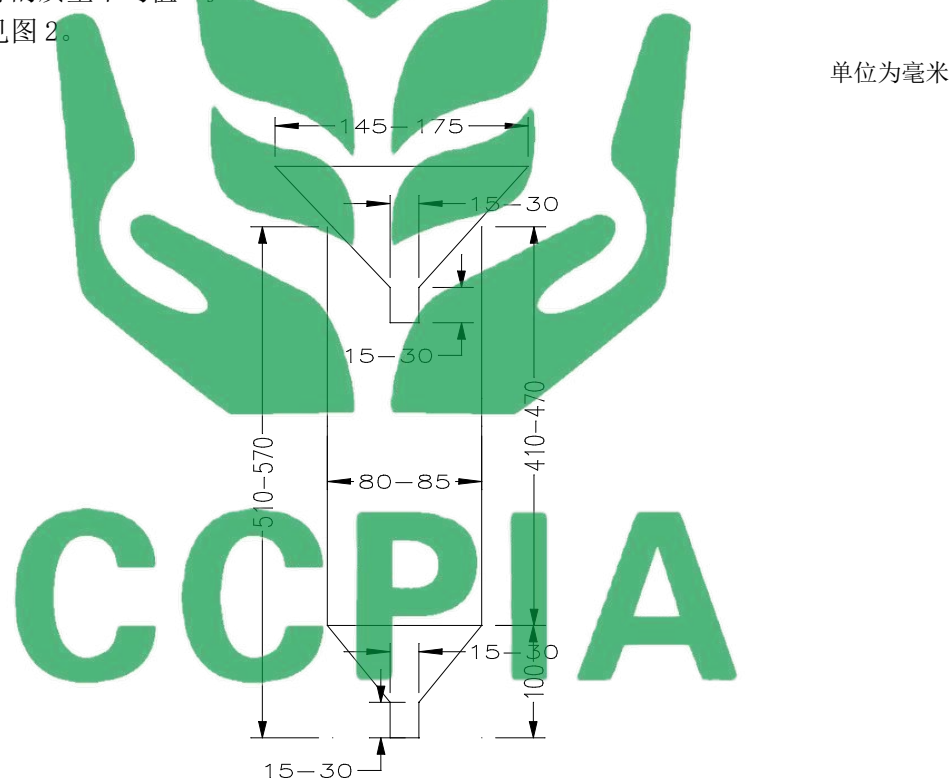


图2 附着性装置图

5.10.5 计算

附着性按式（4）计算：

$$\omega_4 = \frac{m_s}{m_u} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

ω_4 ——附着性，以%表示；

m_s ——进行过跌落实验操作后三份样本中戊唑醇的质量平均值，单位为克(g)；

m_u ——未进行过跌落实验操作三份样本中戊唑醇的质量平均值，单位为克(g)。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中 2.2 进行。

5.13 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,60 g/L 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,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

60 g/L 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。

60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂可采用塑料瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量 50 mL、100 mL 或 500mL,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,但应符合

合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的库房中，堆码方式应符合安全、搬运方便。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)

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

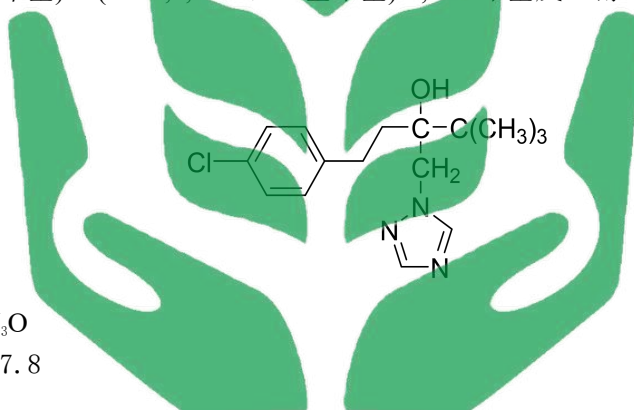
ISO通用名称: Tebuconazole

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: C₁₆H₂₂ClN₃O

相对分子质量: 307.8

生物活性: 杀菌

熔点 (°C): 105

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 5~9), 丙酮>200, 乙腈89, 二氯甲烷、N, N-二甲基甲酰胺>200, 二甲亚砜>200, 正己烷0.08, 异丙醇99, 正辛醇96, 甲苯57

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DT₅₀>1 y (pH 4~9, 22 °C)

附录 B
(资料性)
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

B.2.1 丙酮。

B.2.2 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

B.2.3 戊唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

B.2.4 内标溶液：称取 1 g（精确至 0.01 g）邻苯二甲酸二丁酯，置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解、定容、摇匀。

B.3 仪器

B.3.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

B.3.2 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（或具同等效果的色谱柱）。

B.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

B.3.4 微量进样器：10 μL。

B.3.5 超声波清洗器。

B.4 气相色谱操作条件

B.4.1 温度（℃）：柱室起始温度 190，升温速率 10 °C/min，最终温度 280，保持 3 min、气化室 260、检测室 300。

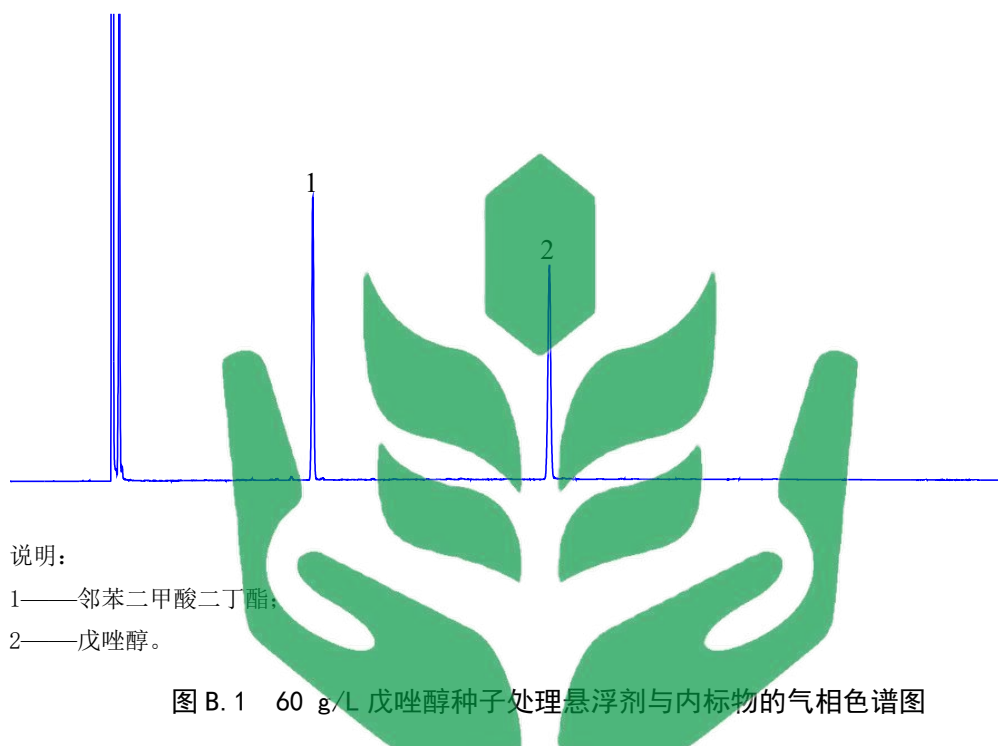
B.4.2 气体流量（mL/min）：载气（N₂）2.0、氢气 30、空气 300。

B.4.3 分流比：50:1。

B.4.4 进样体积：1 μL。

B.4.5 保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约 3.6 min，戊唑醇约 6.5 min。

B.4.6 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 60 g/L 戊唑醇种子处理悬浮剂与内标物气相色谱图见图B.1。



B.5 测定步骤

B.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，置于 50 mL 容量瓶中，用移液管移入 5 mL 内标溶液，加入 30 mL 丙酮，超声波振荡 15 min，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 01 g）戊唑醇的试样，置于 50 mL 容量瓶中，用与 B.5.1 同一支移液管移入 5 mL 内标溶液，加入 30 mL 丙酮，超声波振荡 15 min，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀，过滤。

B.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与内标物峰面积之比相对变化小于 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。

B.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戊唑醇与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中戊唑醇质量分数和质量浓度分别按式（B.1）和式（B.2）计算：

$$\omega_5 = \frac{r_2 \times m_5 \times \omega}{r_1 \times m_6} \dots\dots\dots (B.1)$$

$$\omega_6 = \omega_5 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

ω_5 ——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_5 ——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_6 ——试样的质量,单位为克(g);

ω_6 ——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。



CCPIA