

团 体 标 准

T/CCPIA 083—2021

9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂

9%Pyraclostrobin capsule suspension

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：青岛奥迪斯生物科技有限公司、上海绿泽生物科技有限责任公司、内蒙古灵圣生物科技有限公司、巴斯夫植物保护（江苏）有限公司、石家庄市深泰化工有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：黄伟、陈银银、段又生、葛家成、李士翠、吕建伟、殷军利、张风林、董贞敏。



9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂

1 范围

本文件规定了9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂的技术要求、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9%吡唑醚菌酯微囊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：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 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

9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂还应符合表1要求。

表 1 9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
吡唑醚菌酯质量分数/%		9.0 ^{+0.9} _{-0.9}
游离吡唑醚菌酯质量分数 ^a /%		≤1.0
pH 值		5.5~8.5
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%		≥98
悬浮率/%		≥80
自发分散性/%		≥80
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
冻融稳定性 ^a		冻融储存后，游离吡唑醚菌酯质量分数、pH 值、倾倒性、湿筛试验、悬浮率和自发分散性仍符合本文件要求。
热储稳定性 ^a		热储后，吡唑醚菌酯质量分数不低于储前测得质量分数的 95%，游离吡唑醚菌酯质量分数、pH 值、倾倒性、湿筛试验、悬浮率和自发分散性仍符合本文件要求。
^a 正常生产时，游离吡唑醚菌酯质量分数、冻融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，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吡唑醚菌酯的色谱峰的保留时间，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 吡唑醚菌酯和游离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+冰乙酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 275 nm 下对试样中的吡唑醚菌酯和游离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 冰乙酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 冰乙酸溶液：体积比 $\Psi_{(\text{冰乙酸}:\text{水})}=1:1000$ 。

5.5.2.5 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。

5.5.3.6 低速离心机。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比 $\Psi_{(\text{甲醇}:\text{冰乙酸溶液})}=80:20$ 。

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：275 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 6.9 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 9% 吡唑醚菌酯微囊悬浮剂高效液相色谱图见图 1，9% 吡唑醚菌酯微囊悬浮剂中游离吡唑醚菌酯的高效液相色谱图见图 2。

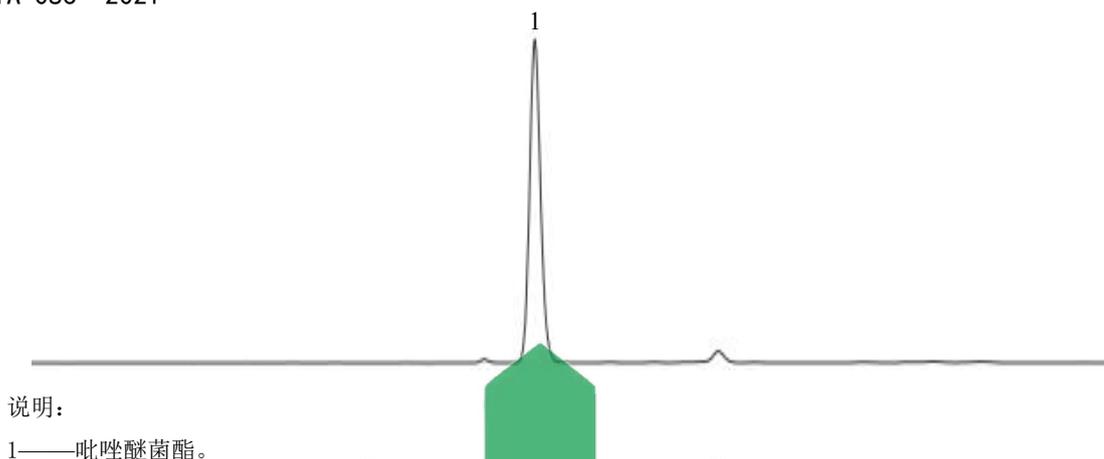


图1 9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂高效液相色谱图

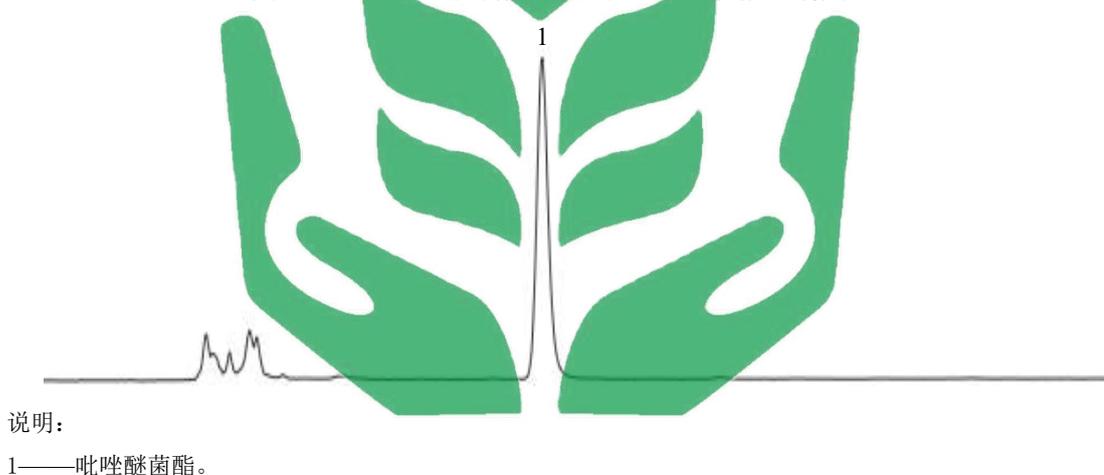


图2 9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂中游离吡唑醚菌酯的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 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80 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 吡唑醚菌酯试样溶液的制备

称取含0.02 g（精确至0.000 01 g）吡唑醚菌酯的试样，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL水使试样分散，再加入80 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，过滤。

5.5.5.3 测定游离吡唑醚菌酯试样溶液的制备

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样，置于5 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，转移至15 mL离心管中，以5000 r/min离心5 min，取上清液过0.45 μm滤膜。

5.5.5.4 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，直至相邻两针吡唑醚菌酯（游离吡唑醚菌酯）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吡唑醚菌酯峰面积分别进行平均, 试样中吡唑醚菌酯(游离吡唑醚菌酯)质量分数按式(1)计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中吡唑醚菌酯(游离吡唑醚菌酯)的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_2 ——试样溶液中吡唑醚菌酯(游离吡唑醚菌酯)峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克(g);

ω ——标样中吡唑醚菌酯的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_1 ——标样溶液中吡唑醚菌酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样(测定游离吡唑醚菌酯试样)的质量, 单位为克(g);

n ——当计算吡唑醚菌酯质量分数时 $n=1$; 当计算游离吡唑醚菌酯质量分数时 $n=20$ 。

5.5.7 允许差

吡唑醚菌酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%, 取其算术平均值作为测定结果。游离吡唑醚菌酯质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于10%, 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

5.8.1 测定

称取 2.0 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。用 60 mL 甲醇分 3 次将量筒底部剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中; 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。按 5.5 测定吡唑醚菌酯质量, 计算其悬浮率。

5.8.2 计算

悬浮率按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - A_4 \times m_3 \times \omega \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

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 ——试样中吡唑醚菌酯的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_4 ——试样溶液中, 吡唑醚菌酯峰面积的平均值;

m_3 ——吡唑醚菌酯标样的质量, 单位为克(g);

ω ——标样中吡唑醚菌酯的质量分数, 以百分数(%)表示;

A_3 ——标样溶液中, 吡唑醚菌酯峰面积的平均值;

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

5.9 自发分散性的测定

5.9.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配置成适当浓度的悬浮液。在规定条件下，于量筒中静置一定时间，测定底部十分之一悬浮液中有效成分质量，计算其自发分散性。

5.9.2 试剂

标准硬水： $\rho_{(\text{Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})}=342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH}=6.0\sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 中 4.1.2 配制。

5.9.3 仪器

5.9.3.1 量筒：250 mL，带磨口玻璃塞，0 mL~250 mL 刻度间距为 20.0 cm~21.5 cm，250 mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4 cm~6 cm。

5.9.3.2 玻璃吸管：长约 40 cm，内径约为 5 mm，一端尖处有约 2 mm~3 mm 的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上。

5.9.3.3 恒温水浴：30 °C±2 °C，水浴液面应没过量筒颈部。

5.9.4 测定步骤

在 250 mL 量筒中加入 237.5 mL (30 °C±2 °C) 的标准硬水，然后放于天平上，加入 12.5 mL 样品，记录加入样品质量（精确至 0.000 1 g），15 s 内完全加完。盖上塞子，以量筒底部为轴心，将量筒上下颠倒 1 次。打开塞子，再垂直放入无振动的恒温水浴中，避免阳光直射，放置 5 min。用吸管在 10 s~15 s 内将内容物的 9/10（即 225 mL）悬浮液移出，不要摇动或挑起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。用 60 mL 甲醇分 3 次将量筒底部剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中；超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，用移液管移取 2 mL 上述溶液，置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定吡唑醚菌酯质量，计算其自发分散性。

5.9.5 计算

试样中吡唑醚菌酯自发分散性按式(3)计算：

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

式中：

ω_3 ——自发分散性，以百分数（%）表示；

m_6 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中吡唑醚菌酯的质量分数，以百分数（%）表示；

A_6 ——试样溶液中，吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

m_5 ——吡唑醚菌酯标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中吡唑醚菌酯的质量分数，以百分数（%）表示；

A_5 ——标样溶液中，吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

n ——试样溶液稀释倍数， $n=5$ ；

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

5.10 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.12 冻融稳定性试验

5.12.1 方法提要

取一定量的试样密封，在 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间做四个循环，每个循环为结冻 18 h，融化 6 h，恢复至室温，观察外观，测定游离吡唑醚菌酯质量分数、pH 值、倾倒性、悬浮率、自发分散性和湿筛试验，仍符合本文件要求为合格。

5.12.2 仪器

5.12.2.1 恒温箱： $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.12.2.2 恒温冰箱： $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.12.2.3 安瓿瓶：50 mL。

5.12.2.4 医用注射器：50 mL。

5.12.3 测定步骤

取试样（至少 800 mL）于洁净的带盖螺纹口瓶中，记录质量（精确至 0.000 1 g）。将密封好的螺纹口瓶置于 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温冰箱中，放置 18 h 后取出，放入 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中融化 6 h，在 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间做四个循环，每个循环为：结冻 18 h，融化 6 h，恢复至室温，将螺纹口瓶分别称量，质量未发生变化的试样，于 24 h 内，观察外观，测定试样中游离吡唑醚菌酯质量分数、pH 值、倾倒性、悬浮率和湿筛试验项目。

5.13 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章技术指标中除游离吡唑醚菌酯质量分数、热储稳定性和冻融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) 国家法定质量监督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，9%吡唑醚菌酯微囊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

9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

9%吡唑醚菌酯微囊悬浮剂采用阻隔瓶包装，每瓶净含量 80 g、1000 g，外包装为瓦楞纸箱，每箱净含量一般不超过 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

9%吡唑醚菌酯微囊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)

吡唑醚菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数

吡唑醚菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

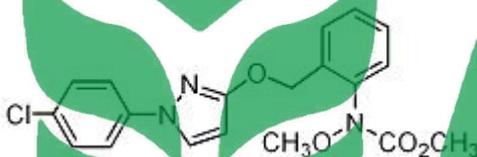
ISO通用名称：Pyraclostrobin

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： $C_{19}H_{18}ClN_3O_4$

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌

沸点：200 °C时分解，未测到沸点

熔点（°C）：63.7~65.2

蒸气压（20 °C）： 2.6×10^{-5} mPa

溶解度（20 °C~25 °C，g/L）：水中1.9 mg/L；丙酮中>500，乙腈中>500，二氯甲烷中>500，乙酸乙酯中>500，正庚烷中3.7，异丙醇中30.0，甲醇中100.8，辛醇中24.2，橄榄油中28.0，甲苯中>500

稳定性：稳定时间>30 d（pH 5~7，25 °C），水中光解DT₅₀ 1.7 d

CCPIA