

团 体 标 准

T/CCPIA 038—2020

38%吡唑醚菌酯·啮酰菌胺水分散粒剂

38% Pyraclostrobin and boscalid water dispersible granule

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：江西正邦作物保护有限公司、巴斯夫植物保护（江苏）有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、浙江省农业科学院。

本标准主要起草人：俞建忠、陈列忠、吕渊文、谢远芳、肖永良、张凤林、史卫莲、戎谔。



CCPIA

38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂

1 范围

本标准规定了38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的吡唑醚菌酯原药、啶酰菌胺原药与适宜的助剂和填料加工而成的38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂。

注：吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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性测定方法
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- 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 要求

3.1 外观

应为干燥的、能自由流动的颗粒，基本无粉尘，无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂还应符合表1要求。

表1 38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
吡唑醚菌酯质量分数/%	12.8 ^{+0.7} _{-0.7}
啶酰菌胺质量分数/%	25.2 ^{+1.2} _{-1.2}
水分/%	≤ 3.5
pH范围	5.0~8.0
湿润时间/s	≤ 60
湿筛试验（通过75 μm试验筛）/%	≥ 98
吡唑醚菌酯悬浮率/%	≥ 70
啶酰菌胺悬浮率/%	≥ 70
分散性/%	≥ 80
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL	≤ 40
耐磨性/%	≥ 90
粉尘	合格
热储稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时，热储稳定性试验每6个月至少进行一次。	

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.3方法进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于600 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡唑醚菌酯和啶酰菌胺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和啶酰菌胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长265 nm下对试样中的吡唑醚菌酯和啶酰菌胺进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

吡唑醚菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

啶酰菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 97\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

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）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：10 μL 。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=75：25，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

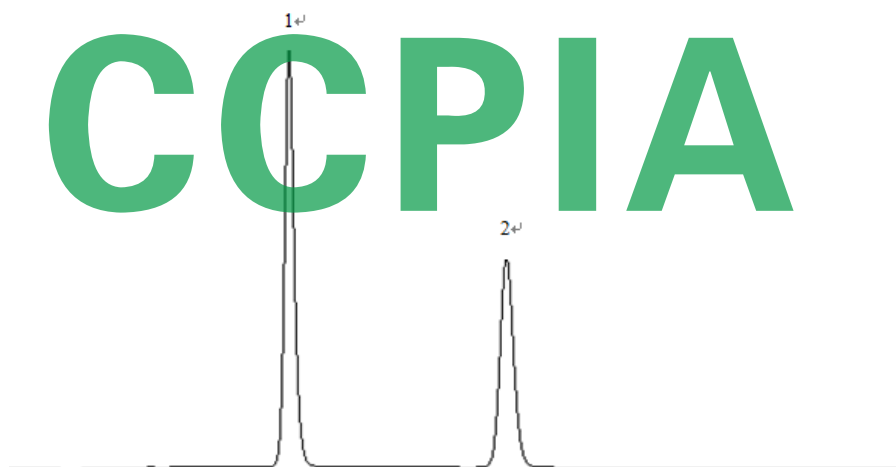
柱温：室温（温差应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：265 nm。

进样体积：10 μL 。

保留时间：啶酰菌胺约 4.7 min；吡唑醚菌酯约 8.1 min。

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 38% 吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——啶酰菌胺；

2——吡唑醚菌酯。

图1 38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）吡唑醚菌酯标样和0.1 g（精确至0.000 1 g）啶酰菌胺标样于100 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）吡唑醚菌酯的试样于100 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀，过滤。

4.4.5.3 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，直至相邻两针吡唑醚菌酯和啶酰菌胺峰面积相对变化小于1.5%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。

4.4.5.4 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的吡唑醚菌酯和啶酰菌胺峰面积分别进行平均，试样中吡唑醚菌酯（啶酰菌胺）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 ——试样中吡唑醚菌酯（啶酰菌胺）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中吡唑醚菌酯（啶酰菌胺）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样溶液中吡唑醚菌酯（啶酰菌胺）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中吡唑醚菌酯（啶酰菌胺）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，吡唑醚菌酯质量分数应不大于0.2%，啶酰菌胺质量分数应不大于0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.2进行。

4.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中4.1进行。将量筒底部剩余的1/10悬浮液及沉淀物全部转移到100 mL容量瓶中，甲醇洗涤量筒，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡5 min，用甲醇稀释至刻度，取出冷却至室温，摇匀，过滤。按4.4测定吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的质量，并计算悬浮率。

4.8 湿润时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

4.10 分散性的测定

按 GB/T 32775 进行。

4.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.12 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

4.13 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，测得粉尘 ≤ 30 mg为合格。

4.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.3进行。(40±2)℃下储存8周后，吡唑醚菌酯和啶酰菌胺质量分数应不低于储前的95%，pH值、悬浮率、湿筛试验、分散性、耐磨性和粉尘符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺水分散粒剂采用铝箔袋、PE塑料瓶包装，外包装用瓦楞纸板箱，每袋净含量100 g、200 g，每瓶净含量100 g、200 g，每箱净含量不超过20 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式包装，但需符合 GB 3796 中的规定。

6.2 储运

38%吡唑醚菌酯·啶酰菌胺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 (资料性附录)

吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的其它名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分吡唑醚菌酯的其它名称、结构式和基本物化参数

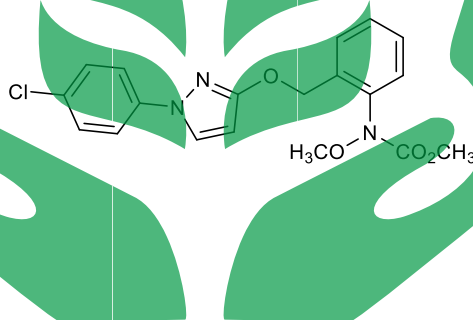
中文通用名：吡唑醚菌酯

ISO通用名称：Pyraclostrobin

CAS登录号：175013-18-0

化学名称：甲基 (N)-[[[1-(4-氯苯)吡唑-3基]-氧]-0-甲氧基]-N-甲氧氨基甲酸酯

结构式：



实验式：C₁₉H₁₈ClN₃O₄

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌

熔点 (°C)：63.7~65.2

蒸汽压 (20 °C)：2.6×10⁻⁵ mPa

溶解度 (g/L, 20 °C)：水 1.9 mg/L, 正庚烷 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

A.2 本产品有效成分啶酰菌胺的其它名称、结构式和基本物化参数

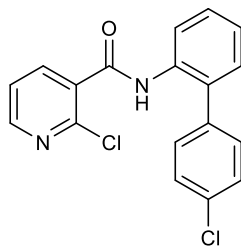
中文通用名：啶酰菌胺

ISO通用名称：Boscalid

CAS登录号：188425-85-6

化学名称：2-氯-N-(4-氯联苯-2-基)烟酰胺

结构式：



实验式：C₁₈H₁₂Cl₂N₂O

相对分子质量：343.2

生物活性：杀菌

熔点 (°C)：142.8~143.8

蒸气压 (20 ℃): 7.2×10^{-4} mPa

溶解度 (20 ℃): 水 4.6 mg/L, 丙酮 (160~200) g/L, 甲醇 (40~50) g/L

稳定性: 在 pH 为 4、5、7 和 9 时不易水解

