

团 体 标 准

T/CCPIA 041—2020

40%环丙唑醇悬浮剂

40% Cyproconazole suspension concentrate

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：江苏剑牌农化股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、北京大农时代农药技术研究所、贵州省农药产品质量监督检验站、贵州省分析测试研究院、贵州健安德科技有限公司。

本标准主要起草人：李景壮、黄玉贵、刘桔、刘志勇、吴莹、朱晶晶、胡春红、徐欣媛、余世锋、胡俊杰、段婷婷、王玥、王海蓉。



CCPIA

40%环丙唑醇悬浮剂

1 范围

本标准规定了40%环丙唑醇悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运。

本标准适用于符合标准的环丙唑醇原药、助剂和填料加工而成的40%环丙唑醇悬浮剂。

注：环丙唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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 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 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 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 农药倾倒地性测定方法

3 要求

3.1 外观

应为可流动、易测量体积的悬浮液体。存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

40%环丙唑醇悬浮剂应符合表1要求。

表1 40%环丙唑醇悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
环丙唑醇质量分数/%		40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
pH范围		5.0~8.0
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		≤ 30
低温稳定性 ^a		合格
热储稳定性 ^a		合格
^a 正常生产时,低温稳定性、热储稳定性每3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方法进行。

4.2 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中5.3.2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1000 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与环丙唑醇质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中环丙唑醇色谱峰的保留时间,其相对差值应在1.5%以内。

4.4 环丙唑醇质量分数的测定

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220 nm下,对试样中的环丙唑醇进行反相高效液相色谱分离和测定,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。

环丙唑醇标样: 已知质量分数, $\omega \geq 97.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：5 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）=70:30，经滤膜过滤，并超声脱气。

流速：1.0 mL/min。

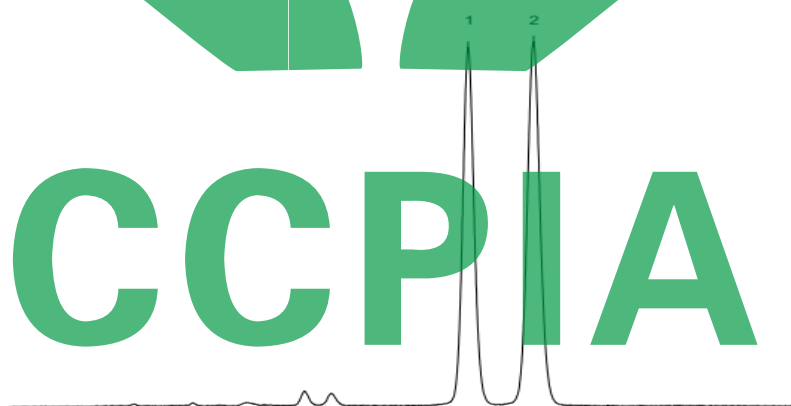
柱温：室温（温差变化应不大于2℃）。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：环丙唑醇非对映体B约 5.8 min，环丙唑醇非对映体A约 6.6 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40%环丙唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——环丙唑醇非对映体B；

2——环丙唑醇非对映体A。

图1 40%环丙唑醇悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.08 g（精确至 0.000 1 g）环丙唑醇标样于 100 mL 容量瓶中，加入约 30 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。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.08 g (精确至 0.000 1 g) 环丙唑醇的试样于 100 mL 容量瓶中, 加入约 30 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。

4.4.5.3 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, 直至相邻两针环丙唑醇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环丙唑醇峰面积分别进行平均。试样中环丙唑醇质量分数按式 (1) 计算:

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

式中:

- ω_1 ——试样中环丙唑醇质量分数, 以%表示;
- A_2 ——试样溶液中, 环丙唑醇非对映体B与环丙唑醇非对映体A峰面积和的平均值;
- m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);
- ω ——标样中环丙唑醇的质量分数, 以%表示;
- A_1 ——标样溶液中, 环丙唑醇非对映体B与环丙唑醇非对映体A峰面积和的平均值;
- m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.4.6 允许差

环丙唑醇质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

称取 0.2 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。用甲醇将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。按 4.4 测定环丙唑醇的质量, 计算其悬浮率。

4.7 倾倒性试验

按 GB/T 31737 进行。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2进行，悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。

4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1进行。热储后，环丙唑醇质量分数不低于储前的95%，pH值、悬浮率、倾倒性和湿筛试验仍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，40%环丙唑醇悬浮剂的质量保证期，从生产日期起为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、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

40%环丙唑醇悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

40%环丙唑醇悬浮剂应用玻璃瓶、聚酯瓶或铝箔袋包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每瓶（袋）净含量一般为 50 g、100 g、250 g、400 g 等，每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或定货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

6.2 储运

40%环丙唑醇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

(资料性附录)

环丙唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

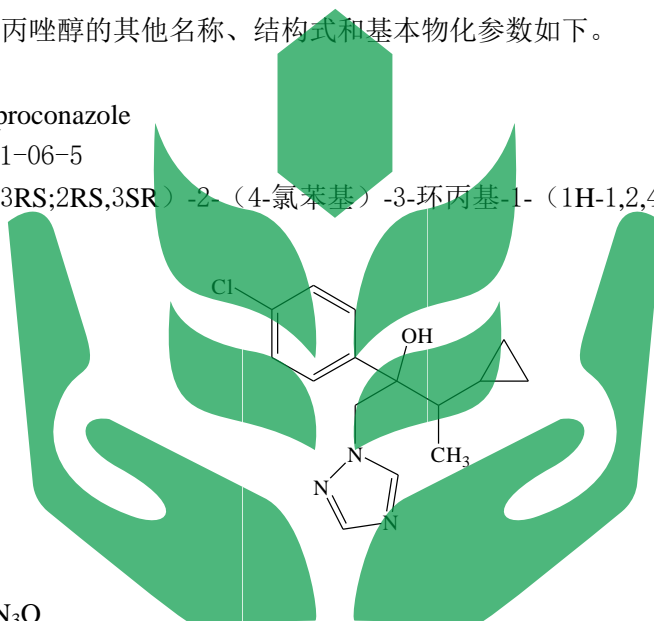
本产品有效成分环丙唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Cyproconazole

CAS登录号: 94361-06-5

化学名称: (2RS,3RS;2RS,3SR)-2-(4-氯苯基)-3-环丙基-1-(1H-1,2,4-三唑-1-基)丁-2-醇

结构式:



实验式: $C_{15}H_{18}ClN_3O$

相对分子质量: 291.78

生物活性: 杀菌

熔点: $106.2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 106.9\text{ }^{\circ}\text{C}$

沸点: $>250\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): $2.6\times 10^{-2}\text{ mPa}$

溶解度 (g/L , $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水93 mg/L; 丙酮360, 乙醇230, 甲醇410, 二甲基亚砜180, 二甲苯120, 甲苯100, 二氯甲烷430, 乙酸乙酯240, 己烷1.3, 辛醇100

稳定性: 在约 $115\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始氧化分解, 然后在约 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始热分解。在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、pH 4~9条件下, 水解稳定期为5 d