

团 体 标 准

T/CCPIA 016-2019

5%己唑醇悬浮剂

5% Hexaconazole suspension concentrates

2019 - 02 - 25 发布

2019 - 03 - 01 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：浙江威尔达化工有限公司、浙江威原天盛作物科技有限公司、江苏省宜兴兴农化工制品有限公司、贵州省分析测试研究院。

本标准主要起草人：李景壮、张飞、杨婷、王建新、黄玉贵、肖飞、曾娟。

团体标准

5%己唑醇悬浮剂

1 范围

本标准规定了5%己唑醇悬浮剂的要求、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己唑醇原药、助剂和填料加工而成的5%己唑醇悬浮剂。

注：己唑醇的其他名称、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

5%己唑醇悬浮剂还应符合表1要求。

表1 5%己唑醇悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
己唑醇质量分数/%		5.0 ^{+0.5} _{-0.5}	
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后的泡沫量）/mL		≤	40
低温稳定性 ^a		合格	
热储稳定性 ^a		合格	
^a 正常生产时，低温稳定性试验、热储稳定性试验每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进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.2进行。用随机数表示确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于1000 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与己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己唑醇的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 己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，在检测波长230 nm下，对试样中的己唑醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水。

己唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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）。

色谱工作站。

微量进样器：100 μL。

定量进样管：10 μL。

超声波清洗器。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.4.4 液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=70:30。

流速：1.0 mL/min。

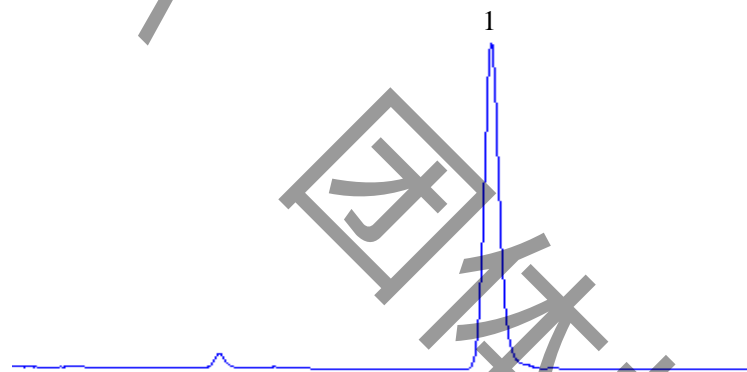
柱温：室温（温差变化应不大于2℃）。

检测波长：230 nm。

进样体积：10 μL。

保留时间：己唑醇约15.0 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5%己唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——己唑醇。

图1 5%己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0.1 g（精确至0.000 2 g）己唑醇标样于100 mL容量瓶中，加入流动相，超声波振荡5 min，使标样溶解，冷却至室温，用流动相定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含0.1 g（精确至0.000 2 g）己唑醇的试样于100 mL容量瓶中，加入流动相，超声波振荡5 min，使试样溶解，冷却至室温，用流动相定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述滤液5 mL于50 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，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，直至相邻两针己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前后两针标样溶液中己唑醇峰面积分别进行平均。试样中己唑醇质量分数 ω_1 按下式计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2}$$

式中：

- ω_1 ——试样中己唑醇质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中己唑醇峰面积的平均值；
- A_2 ——试样溶液中己唑醇峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω ——标样中己唑醇的质量分数，以%表示。

4.4.6 允许差

己唑醇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。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601进行。

4.6 悬浮率的测定

称取 2.0 g（精确至 0.000 2 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。将量筒底部 25 mL 悬浮液全部转移至 100 mL 容量瓶中，用流动相超声溶解 5 min，冷却至室温，用流动相定容至刻度，摇匀，过滤。按 4.4 测定己唑醇的质量并计算悬浮率。

4.7 倾倒性的测定

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、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，己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，5%己唑醇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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

5%己唑醇悬浮剂的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。

5%己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）净含量为100 g、400 g、450 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

5%己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)

己唑醇其他名称、结构式和基本物化参数

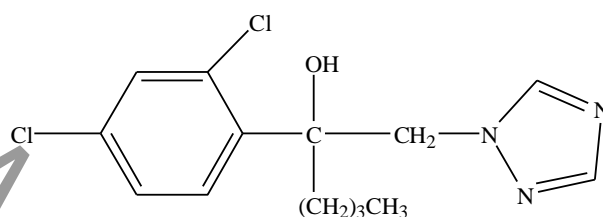
A.1 本产品有效成分己唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Hexaconazole

CAS登记号: 79983-71-4

化学名称: 2-(2,4-二氯苯基)-1-(1H-1,2,4-三唑-1-基)-己-2-醇

结构式:

实验式: $C_{14}H_{17}Cl_2N_3O$

相对分子量: 314.2

生物活性: 杀菌

熔点: $111\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 112\text{ }^{\circ}\text{C}$ 密度 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 1.29 g/cm^3 蒸气压 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 0.01 mPa

溶解度 (g/L , $20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水 0.017, 二氯甲烷 336, 甲醇 246, 丙酮 164, 乙酸乙酯 120, 甲苯 59, 己烷 0.8。

稳定性: 在室温下, 至少9个月不分解, 酸碱性 ($\text{pH } 5.7\sim 9.0$) 水溶液中30天内稳定, $\text{pH } 7.0$ 水溶液中紫外线照射下10天内稳定。