

团 体 标 准

T/CCPIA 190—2022

40% 吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂

40% Pyraclostrobin and prochloraz emulsion oil in water

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 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：上海沪联生物制药（夏邑）股份有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、湖南化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：黄路、傅黎、司贤良、余友成、祝志凯、王友信、李遵亮。



40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂

1 范围

本文件规定了40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂的技术要求、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40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂产品的质量控制。

注：吡唑醚菌酯、咪鲜胺及相关杂质2,4,6-三氯苯酚的其他名称、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 1603 农药乳液稳定性测定方法
- 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 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—2016 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

稳定的乳状液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应是均匀的。

4.2 技术指标

40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂应符合表1要求。

表1 40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂控制项目指标

项 目		指 标
吡唑醚菌酯质量分数 ^a / % 或质量浓度 (20℃) / (g/L)		10.0 ^{+1.0} _{-1.0} 108 ^{+10.8} _{-10.8}
咪鲜胺质量分数 ^a / % 或质量浓度 (20℃) / (g/L)		30.0 ^{+1.5} _{-1.5} 324 ^{+16.2} _{-16.2}
2,4,6-三氯苯酚质量分数 ^b / %		≤0.1
pH 值		5.0~8.0
倾倒性	倾倒后残余物/ %	≤5.0
	洗涤后残余物/ %	≤0.5
乳液稳定性 (稀释 200 倍)		量筒中上无浮油 (膏)、下无沉油和沉淀析出为合格。
持久起泡性 (1 min 后泡沫量) / mL		≤60
低温稳定性 ^b		冷储后, 离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。
热储稳定性 ^b		热储后, 有效成分的质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%, 2,4,6-三氯苯酚质量分数、pH 值和乳液稳定性仍应符合本文件要求。
^a 当质量发生争议时, 以质量分数为仲裁依据。 ^b 正常生产时, 2,4,6-三氯苯酚质量分数、低温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。

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。

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; 最终取样量不少于 800 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡唑醚菌酯 (咪鲜胺、2,4,6-三氯苯酚) 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 (咪鲜胺、2,4,6-三氯苯酚) 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 (咪鲜胺) 质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 240 nm 下对试样中的吡唑醚菌酯、咪鲜胺进行反相高效液相色谱分离，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 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 磷酸溶液： $\Psi(H_3PO_4) = 0.04\%$ 。

5.5.2.5 吡唑醚菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 咪鲜胺标样：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。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相 A：甲醇

5.5.4.2 流动相 B：磷酸溶液

5.5.4.3 梯度洗脱条件见表 1。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	73	27
15.0	73	27
15.1	95	5
20.0	95	5
20.1	73	27
25.0	73	27

5.5.4.4 流速：1.0 mL/min。

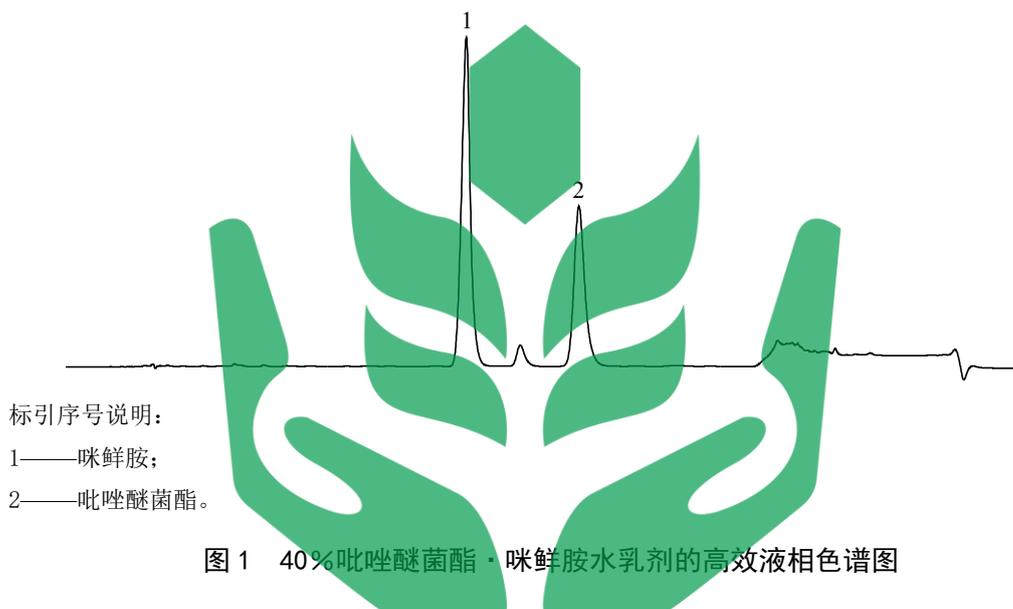
5.5.4.5 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.6 检测波长：240 nm。

5.5.4.7 进样体积：5 μL 。

5.5.4.8 保留时间：咪鲜胺约 10.4 min、吡唑醚菌酯约 13.3 min。

5.5.4.9 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂高效液相色谱图见图 1。



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、0.06 g（精确至 0.000 1 g）咪鲜胺标样于同一 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 3 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.06 g（精确至 0.000 1 g）咪鲜胺的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 3 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，直至相邻两针吡唑醚菌酯（咪鲜胺）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。

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（咪鲜胺）峰面积分别进行平均，试样中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）质量分数和质量浓度分别按式（1）和式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times d \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——试样中吡唑醚菌酯（咪鲜胺）的质量浓度，单位为克每升（g/L）；

d ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016中3.1或3.2进行测定）。

5.5.7 允许差

吡唑醚菌酯（咪鲜胺）质量分数两次平行测定结果之差，吡唑醚菌酯应不大于0.2%，咪鲜胺应不大于0.4%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 2,4,6-三氯苯酚质量分数的测定

5.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长215 nm下对试样中的2,4,6-三氯苯酚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 甲醇：色谱级。

5.6.2.2 乙腈：色谱级。

5.6.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.4 磷酸。

5.6.2.5 磷酸溶液： $\Psi(H_3PO_4) = 0.04\%$ 。

5.6.2.6 2,4,6-三氯苯酚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.6.3.2 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）。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

5.6.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相 A：乙腈

5.6.4.2 流动相 B：磷酸溶液

5.6.4.3 梯度洗脱条件见表 2。

表 2 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/mL/min
0.0	40	60	1.0
22.0	80	20	1.0
22.1	95	5	1.5
30.0	95	5	1.5
30.1	40	60	1.0
36.0	40	60	1.0

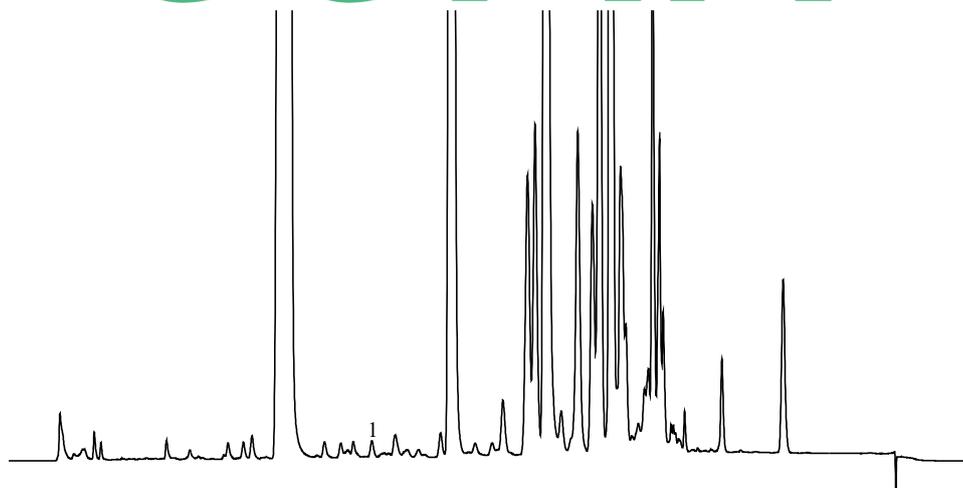
5.6.4.4 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.5 检测波长：215 nm。

5.6.4.6 进样体积：5 μL 。

5.6.4.7 保留时间：2,4,6-三氯苯酚约 13.6 min。

5.6.4.8 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂中 2,4,6-三氯苯酚高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:

1——2,4,6-三氯苯酚。

图2 40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂中2,4,6-三氯苯酚的高效液相色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g (精确至0.000 01 g) 2,4,6-三氯苯酚标样,置于100 mL容量瓶中,加入80 mL甲醇,超声波振荡3 min,冷却至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液1 mL于另一50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取1.0 g (精确至0.000 1 g) 试样,置于50 mL容量瓶中,加入40 mL甲醇,超声波振荡3 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.6.5.3 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2,4,6-三氯苯酚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。

5.6.6 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2,4,6-三氯苯酚峰面积分别进行平均,试样中2,4,6-三氯苯酚质量分数按式(3)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_3}{A_3 \times m_4 \times 100} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_2 ——试样中2,4,6-三氯苯酚的质量分数,以%表示;

A_4 ——试样溶液中2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值;

m_3 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

ω_3 ——标样中2,4,6-三氯苯酚的质量分数,以%表示;

A_3 ——标样溶液中2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值;

m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

100——标样的稀释倍数。

5.6.7 允许差

2,4,6-三氯苯酚质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.9 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按 GB/T 1603 进行试验。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.1进行。

5.12 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2, 4, 6-三氯苯酚质量分数、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) 国家法定质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术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，40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂的质量保证期，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

40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂的标志、标签和包装，应符合GB 3796的规定。

40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂可采用清洁、干燥带有内塞外盖的聚酯塑料瓶，每瓶外用瓦楞纸做衬垫，紧密排列于钙塑箱或纸箱中，每箱净含量不超过15 kg。也可以根据用户要求和订货协议，采用其他形式的包装，但应符合GB 3796的规定。

8.2 储运

40%吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳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。



CCPIA

附录 A

(资料性)

吡唑醚菌酯、咪鲜胺及相关杂质 2,4,6-三氯苯酚的其他名称、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]；

——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；

——熔点：63.7~65.2℃；

——蒸气压： 2.6×10^{-5} mPa (20℃)；

——溶解度 (20℃~25℃, g/L)：水 1.9×10^{-3} ，丙酮 (>500)、乙腈 (>500)、二氯甲烷 (>500)、乙酸乙酯 (>500)、正庚烷 (3.7)、异丙醇 (30.0)、甲醇 (100.8)、辛醇 (24.2)、橄榄油 (28.0)、甲苯 (>500)；

——稳定性：25℃、pH 5~7 条件下稳定期大于 30 d；水中光解 DT_{50} 1.7 d。

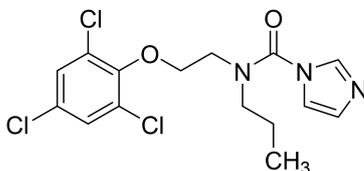
A.2 本产品有效成分咪鲜胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Prochloraz；

——CAS 登录号：[67747-09-5]；

——化学名称：*N*-丙基-*N*-[2-(2,4,6-三氯苯氧基)乙基]咪唑-1-甲酰胺；

——结构式：



——分子式： $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$ ；

——相对分子质量：376.7；

——生物活性：杀菌；

——熔点：46.5℃~50.3℃ (纯度大于99%)；

——蒸气压 (mPa)：0.09 (20℃)，0.15 (25℃)；

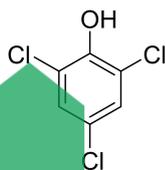
——溶解度 (20℃~25℃, g/L)：水 0.0344，丙酮 (>600)、二氯甲烷 (>600)、DMSO (>600)、乙酸乙酯 (>600)、正己烷 (>7.5)、异丙醇 (>600)、甲醇 (>600)、甲苯 (>600)；

——稳定性：在水中（pH 5~7，22 ℃）可稳定30 d；光照、持续高温加热（200 ℃）或遇强酸、强碱时分解。

A.3 本产品中相关杂质 2,4,6-三氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

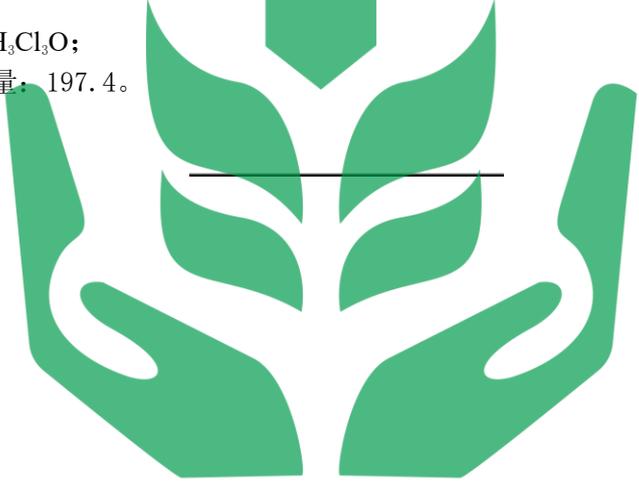
——化学名称：2,4,6-三氯苯酚；

——结构式：



——分子式： $C_6H_3Cl_3O$ ；

——相对分子质量：197.4。



The logo for CCPIA features a stylized green plant with two hands holding it from below. The plant has a central stem with several leaves and a hexagonal shape at the top. Below the logo, the letters "CCPIA" are written in a large, bold, green sans-serif font.

CCPIA

中华人民共和国
团体标准
40% 吡唑醚菌酯·咪鲜胺水乳剂
T/CCPIA 190—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183