

团 体 标 准

T/CCPIA 197—2022

27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂

27.8%Thifluzamide and hexaconazole suspension concentrate

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：杭州宇龙化工有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、贵州省分析测试研究院。

本文件主要起草人：廖朝选、潘丽英、王睿、钟娉婷、蔡嫦慧、梁利娟、李贺、魏杰、张飞，陈红。



27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂

1 范围

本文件规定了27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂的技术要求、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27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂产品的质量控制。

注：噻呋酰胺和己唑醇的其他名称、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 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 技术指标

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

27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂还应符合表1要求。

表1 27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标
噻呋酰胺质量分数/%	13.9 ^{+0.8} _{-0.8}
己唑醇质量分数/%	13.9 ^{+0.8} _{-0.8}
噻呋酰胺质量浓度/g/L (20 ℃)	162 ^{+9.3} _{-9.3}
己唑醇质量浓度/g/L (20 ℃)	162 ^{+9.3} _{-9.3}
pH值	5.0~8.0
噻呋酰胺悬浮率/%	≥90

表 1 27.8%噻咪酰胺·己唑醇悬浮剂控制项目指标（续）

项 目		指 标
己唑醇悬浮率/%		≥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		≤30
低温稳定性 ^b		冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性 ^b		热储后，噻咪酰胺和己唑醇质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。
^a 当质量发生争议时，以噻咪酰胺、己唑醇质量分数测定结果为仲裁依据。 ^b 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性每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——本鉴别试验可与噻咪酰胺、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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中噻咪酰胺或己唑醇的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 噻咪酰胺和己唑醇质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用水分散、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230 nm下对试样中的噻咪酰胺和己唑醇进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶剂

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 噻咪酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 己唑醇标样：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 C₁₈、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

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：体积比 $\Psi_{(\text{甲醇}:\text{水})}=75:25$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：35 °C ± 2 °C。

5.5.4.4 检测波长：230 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：噻咪酰胺约 8.2 min，己唑醇约 13.2 min。

5.5.4.7 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 27.8% 噻咪酰胺·己唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



图 1 27.8% 噻咪酰胺·己唑醇悬浮剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）噻咪酰胺和 0.05 g（精确至 0.000 1 g）己唑醇标样，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，超声波振荡 5 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 0.05 g（精确至 0.000 1 g）噻咪酰胺的试样，置于 100 mL 容量瓶中，先加入 5 mL 水使试样分散，再加入甲醇溶解，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

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针噻咪酰胺（己唑醇）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噻吩酰胺（己唑醇）峰面积分别进行平均。试样中噻吩酰胺（己唑醇）质量分数和质量浓度按式（1）和式（2）计算：

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

$$\omega_2 = \omega_1 \times \rho \times 10 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中噻吩酰胺（己唑醇）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中噻吩酰胺（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）；

ω ——标样中噻吩酰胺（己唑醇）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中噻吩酰胺（己唑醇）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω_2 ——试样中噻吩酰胺（己唑醇）的质量浓度，以g/L表示；

ρ ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.3或3.4进行）。

5.5.7 允许差

噻吩酰胺（己唑醇）质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.3%，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 悬浮率的测定

5.7.1 测定

称取1.0 g（精确至0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中4.2进行。用甲醇分三次将留在量筒底部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测定留在量筒底部25 mL悬浮液中噻吩酰胺（己唑醇）的质量，计算其悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - (A_4 \times m_3 \times \omega_{b1}) \div A_3}{m_4 \times \omega_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ω_2 ——悬浮率，以%表示；

m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω_1 ——试样中噻吩酰胺（己唑醇）的质量分数，以%表示；

A_4 ——试样溶液中噻吩酰胺（己唑醇）峰面积的平均值；

m_3 ——噻吩酰胺（己唑醇）标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω_{b1} ——标样中噻吩酰胺（己唑醇）的质量分数，以%表示；

A_3 ——标样溶液中噻吩酰胺（己唑醇）峰面积的平均值。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

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2.2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) 国家法定质量监管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，27.8%噻呋酰胺·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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂应采用聚酯瓶、聚乙烯瓶包装或高阻隔瓶包装，并应有铝箔封口，每瓶的净含量可以为50 g (mL)、100 g (mL)、250 g (mL)、500 g (mL)、1 kg (L)等，也可以采取更大包装；外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每箱的净含量不应超过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

27.8%噻呋酰胺·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)

噻呋酰胺和己唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

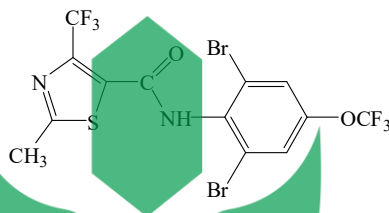
A.1 本产品有效成分噻呋酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Thifluzamide；

——CAS登录号：[130000-40-7]；

——化学名称：2',6'-二溴-2-甲基-4'-三氟甲氧基-4-三氟甲基-1,3-噻二唑-5-羧酰胺；

——结构式：



——分子式：C₁₃H₆Br₂F₆N₂O₂S；

——相对分子质量：528.1；

——生物活性：杀菌；

——熔点(℃)：177.9~178.6；

——闪点(℃)：>177；

——蒸气压(20℃)：1.008×10⁻⁶ mPa；

——K_{ow}lgP (pH 7)：4.16；

——Henry常数：3.3×10⁻⁷ Pa·m³/mol (pH 5.7, 20℃, 计算值)；

——相对密度(26℃)：2.0 g/cm³；

——溶解度(mg/L)：水中1.6 (pH 5.7, 25℃)、水中7.6 (pH 9, 20℃)；

——稳定性：pH 5.0~9.0时对水解稳定，水溶液光解DT₅₀ 3.6~3.8 d。

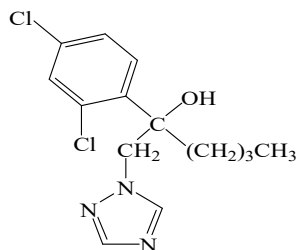
A.2 本产品有效成分己唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Hexaconazole；

——CAS登录号：[79983-71-4]；

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

——结构式：



——分子式：C₁₄H₁₇Cl₂N₃O；

——相对分子质量：314.2；

——生物活性：杀菌；

——熔点(℃)：110~112；

——蒸气压(20℃)：0.018 mPa；

——K_{ow}lgP (20℃)：3.9；

——Henry常数： $3.33 \times 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{mol}$ （计算值）；

——相对密度（25 ℃）： $1.29 \text{ g}/\text{cm}^3$ ；

——溶解度（g/L，20 ℃）：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：室温放置至少6年稳定；水中对水解和光解稳定；制剂在50 ℃至少6个月内不分解，室温2年不分解。



中华人民共和国
团体标准
27.8%噻呋酰胺·己唑醇悬浮剂
T/CCPIA 197—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