

团 体 标 准

T/CCPIA 221-2023

27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂

27% Difenoconazole + fludioxonil + thiamethoxam

suspension concentrate for seed treatment

2023-05-16 发布

2023-05-16 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：山东潍坊润丰化工股份有限公司、安徽省四达农药化工有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：卢鹏、陈思琪、王文卓、李贺、戎谔、范树娟、徐年凤。



27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂

1 范围

本文件规定了27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂的技术要求、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%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂产品的质量控制。

注：苯醚甲环唑、咯菌腈和噻虫嗪的其他名称、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 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—2003 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- 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

可流动、易测量体积的悬浮液体，应加入警戒色，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅拌应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂应符合表1的要求。

表1 27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
苯醚甲环唑质量分数 ^a /%		2.2 ^{+0.3} _{-0.3}
苯醚甲环唑质量浓度(20℃)/(g/L)		25 ^{+3.7} _{-3.7}
咯菌腈质量分数 ^a /%		2.2 ^{+0.3} _{-0.3}
咯菌腈质量浓度(20℃)/(g/L)		25 ^{+3.7} _{-3.7}
噻虫嗪质量分数 ^a /%		22.6 ^{+1.3} _{-1.3}
噻虫嗪质量浓度(20℃)/(g/L)		257 ⁺¹⁵ ₋₁₅
pH		4.5~7.5
悬浮率	苯醚甲环唑悬浮率/%	≥90
	咯菌腈悬浮率/%	≥90
	噻虫嗪悬浮率/%	≥90
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤5.0
	洗涤后残余物/%	≤0.5
附着性	苯醚甲环唑附着性/%	≥90
	咯菌腈附着性/%	≥90
	噻虫嗪附着性/%	≥90
湿筛试验(通过75 μm试验筛)/%		≥99
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL		≤25
低温稳定性 ^b		冷储后,湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性 ^b		热储后,苯醚甲环唑、咯菌腈、噻虫嗪质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%,pH、悬浮率、倾倒性、附着性、湿筛试验仍应符合本文件要求。
^a 当质量发生争议时,以苯醚甲环唑、咯菌腈、噻虫嗪质量分数为仲裁依据。 ^b 正常生产时,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

警告: 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规定执行,用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于1000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）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苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）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 苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）质量分数、质量浓度的测定

5.5.1 方法提要

试样用水分散、用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的苯醚甲环唑、咯菌腈、噻虫嗪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 苯醚甲环唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 咯菌腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.5 噻虫嗪标样：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 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： ψ (甲醇：水)=75 : 25。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

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

5.5.4.4 检测波长：225 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：噻虫嗪约 2.5 min，咯菌腈约 5.3 min，苯醚甲环唑约 13.1 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% 苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明：

- 1——噻虫嗪；
2——咯菌腈；
3——苯醚甲环唑。

图1 27%苯醚·咯·噻虫种子处理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）咯菌腈标样和0.05 g（精确至0.000 1 g）苯醚甲环唑标样，置于同一100 mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀，作为标样溶液A。称取0.05 g（精确至0.000 1 g）噻虫嗪标样，置于另一100 mL容量瓶中，用移液管移取10 mL标样溶液A至该容量瓶中，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）噻虫嗪的试样，置于100 mL容量瓶中，先加入2 mL水使试样分散，再加入80 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。

5.5.5.3 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，直至相邻两针苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积的相对变化小于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苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积分别进行平均，试样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量分数按式（1）计算，苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量浓度按式（2）计算：

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

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

式中：

ω_1 ——试样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；
 A_2 ——试样溶液中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积的平均值；
 m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 ω ——标样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；
 A_1 ——标样溶液中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
 n ——标样的稀释倍数，计算苯醚甲环唑和咯菌腈时， $n=10$ ，计算噻虫嗪时， $n=1$ ；
 ρ_1 ——20℃时试样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；
 ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.3或3.4进行测定）。

5.5.7 允许差

苯醚甲环唑、咯菌腈质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.1%，噻虫嗪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的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

5.7 悬浮率的测定

5.7.1 测定

称取 25.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 规定执行。用 60 mL 甲醇分 3 次将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中，超声波振荡 10 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液至 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。按 5.5 测定苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量，并计算悬浮率。

5.7.2 测定

悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 \times \omega_1 - A_4 \times m_3 \times \omega \div A_3 \times n}{m_4 \times \omega_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω_2 ——悬浮率，以百分数（%）表示；
 m_4 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
 ω_1 ——苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；
 A_4 ——试样溶液中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积的平均值；
 m_3 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 ω ——标样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的质量分数，以百分数（%）表示；
 A_3 ——标样溶液中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）峰面积的平均值；
 n ——换算系数，计算苯醚甲环唑和咯菌腈时， $n=1$ ，计算噻虫嗪时， $n=10$ ；
 $\frac{10}{9}$ ——换算系数。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 规定执行。

5.9 附着性的测定

5.9.1 方法提要

包衣完成的种子通过固定高度反复自由跌落、经筛子分离。采用有效成分法测定经跌落处理的种子上残留的有效成分含量，并与对照样品进行比较，计算试样的附着性。

5.9.2 试剂和溶液

5.9.2.1 甲醇：色谱级。

5.9.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.9.2.3 苯醚甲环唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.9.2.4 咯菌腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.9.2.5 噻虫嗪标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.9.3 仪器

5.9.3.1 玻璃圆柱形导槽：长 410 mm~470 mm，内径 (i. d.) 80 mm~85 mm，下端密封连接玻璃漏斗（下口径 15 mm~30 mm，长 15 mm~30 mm）。

5.9.3.2 上端玻璃漏斗：上口径为 (i. d.) 145 mm~175 mm，下口径 (i. d.) 15 mm~30 mm，下口径长度 15 mm~30 mm。跌落处理的种子跌落总距离不少于 400 mm。

5.9.3.3 滑盖门：安装在漏斗底部。

5.9.3.4 支架：保证导槽处于垂直状态。

5.9.3.5 试验筛：网眼尺寸小于被测种子，以防止被测种子通过试验筛。

5.9.3.6 锥形瓶：250 mL。

5.9.3.7 量筒：100 mL。

5.9.3.8 玻璃培养皿：直径 150 mm 或其他满足要求的规格。

5.9.3.9 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.9.3.10 超声波清洗器。

5.9.3.11 附着性测定装置图见图 2。

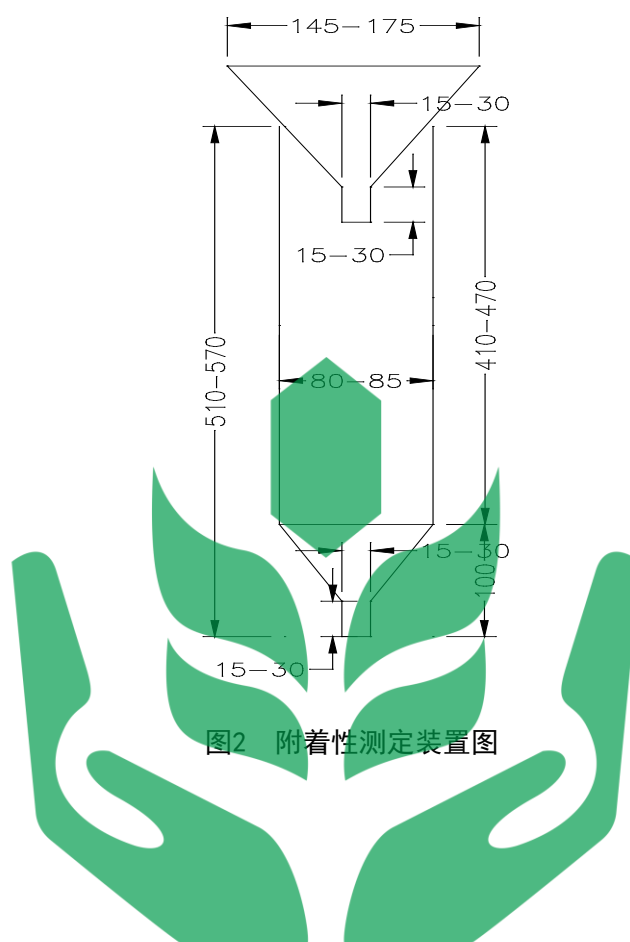


图2 附着性测定装置图

5.9.4 测定步骤

5.9.4.1 种子处理

5.9.4.1.1 种子包衣

称取50 g（精确至0.1 g）种子于培养皿中，将0.3 g（精确至0.01 g）试样和0.7 g（精确至0.01 g）水注入到种子表面，加盖翻转5 min，打开盖子，将包衣种子平展开，放置至药液干燥。将按上述处理的330 g种子，在温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度40%~60%的环境条件下储存至少24 h。

5.9.4.1.2 样品跌落

称取包衣完成的种子样品270 g，平均分成三份，并按下述方式进行试验：一份样品经过上端玻璃漏斗缓慢倒入圆柱导槽中，当所有种子均到达导槽底部时，打开隔门，使种子自由落体掉落在筛子上，关闭隔门，不必清理试验装置，上述过程重复五次，收集试验筛上的样品。在进行下一份样品试验前，将导槽、筛子和装置上的残留粉末清理干净。剩余的两份样品重复以上过程。

5.9.4.2 溶液制备

5.9.4.2.1 对照样品溶液的制备

从包衣完成的样品中分别称取三份20 g（精确至0.1 g）样品，置于250 mL锥形瓶中，用量筒加入100 mL甲醇，超声波振荡至种子表面的染料完全溶解。取出静置10 min，过滤上清液。

5.9.4.2.2 跌落样品溶液的制备

从跌落完成的三份样品中分别称取20 g（精确至0.1 g）样品，置于250 mL锥形瓶中，用量筒加入100 mL甲醇，超声波振荡至种子表面的染料完全溶解。取出静置10 min，过滤上清液。

5.9.4.3 测定和计算

按5.5测定三份对照样品溶液和三份跌落样品溶液中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）质量分数。试样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的附着性按式（4）计算：

$$\omega_3 = \frac{\omega_4}{\omega_5} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ω_3 —试样中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）的附着性，以百分号（%）表示；

ω_4 —三份跌落样品中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）质量分数的平均值，以百分号（%）表示；

ω_5 —三份对照样品中苯醚甲环唑（咯菌腈、噻虫嗪）质量分数的平均值，以百分号（%）表示。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2规定执行。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 规定执行。

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2规定执行。

5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中4.4.1规定执行。热储前后试样的质量变化率应不大于1%。

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章技术指标中除低温稳定性和热储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。
出厂检验和型式检验中任一项目不符合第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 8.2 的储运条件下，27% 苯醚·咯·噻虫种子处理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% 苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

27% 苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂应采用聚酯瓶包装，每瓶净含量 100 g 或 200 g，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量不超过 12 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 的有关规定。

8.2 储运

27% 苯醚·咯·噻虫种子处理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。



CCPIA

附录 A
(资料性)

苯醚甲环唑、咯菌腈、噁虫嗪的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 苯醚甲环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

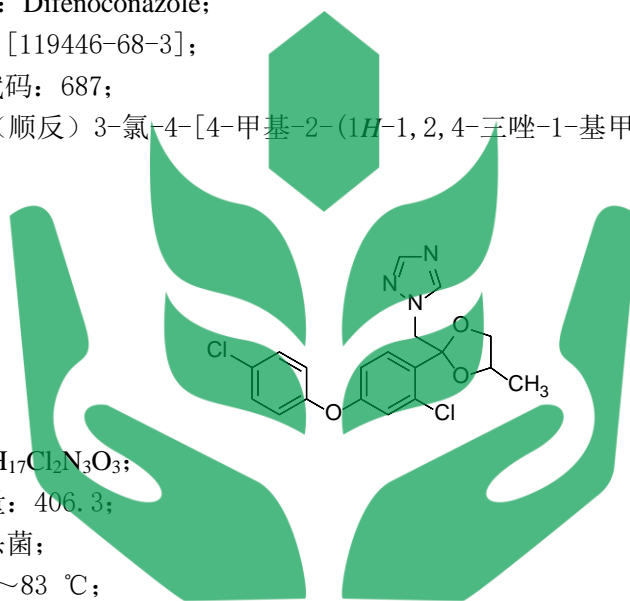
——ISO通用名称：Difenoconazole；

——CAS登录号：[119446-68-3]；

——CIPAC数字代码：687；

——化学名称：（顺反）3-氯-4-[4-甲基-2-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基甲基)-1,3-二噁戊烷-2-基]苯基-4-氯苯基醚；

——结构式：



——分子式：C₁₉H₁₇Cl₂N₃O₃；

——相对分子质量：406.3；

——生物活性：杀菌；

——熔点：82 °C~83 °C；

——蒸气压（25 °C）：3.32×10⁻⁵ mPa；

——溶解度：水 15 (mg/L, 20 °C~25 °C)；丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇、甲苯均>500、正己烷 3、辛醇 110 (g/L, 20 °C~25 °C)；

——稳定性：150 °C以下稳定，水解稳定性好。

A.2 咯菌腈的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

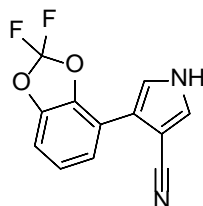
——ISO通用名称：Fludioxonil；

——CAS登录号：[131341-86-1]；

——CIPAC数字代码：522；

——化学名称：4-(2,2-二氟-1,3-苯并二氧-4-基)-1*H*-吡咯-3-腈；

——结构式：

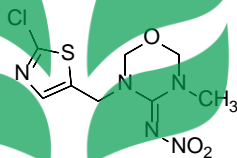


——分子式：C₁₂H₆F₂N₂O₂；

- 相对分子质量：248.2；
- 生物活性：杀菌；
- 熔点：199.8 °C；
- 蒸气压（25 °C）： 3.9×10^{-4} mPa；
- 溶解度：水 1.8（mg/L，20 °C~25 °C）；丙酮 190、乙醇 44、正己烷 0.01、正辛醇 20、甲苯 2.7（g/L，20 °C~25 °C）；
- 稳定性：在 pH 5~9，25 °C 条件下不易发生水解。

A.3 噻虫嗪的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Thiamethoxam；
- CAS登录号：[153719-23+4]；
- CIPAC数字代码：637；
- 化学名称：3-(2-氯-1,3-噻唑-5-基甲基)-5-甲基-1,3,5-噁二嗪-4-基亚乙基（硝基）胺；
- 结构式：



- 分子式： $C_8H_{10}ClN_3O_3S$ ；
- 相对分子质量：291.7；
- 生物活性：杀虫；
- 熔点：139.1 °C；
- 蒸气压（25 °C）： 7.0×10^{-6} mPa；
- 溶解度（g/L，20 °C~25 °C）：水 4.1、丙酮 48、二氯甲烷 110、乙酸乙酯 7.0、正己烷 <0.001、甲醇 13、正辛醇 0.62、甲苯 0.68；
- 稳定性：在 pH 5 条件下稳定， DT_{50} 640 d（pH 7）、8.4 d（pH 9）。

CCPIA

中华人民共和国
团体标准
27%苯醚·咯·噻虫种子处理悬浮剂
T/CCPIA 221—2023

*

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)

*

2023年5月第1版 2023年5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