

# 团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2024

## 40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂

40% Prothioconazole + tebuconazole suspension concentrate

（征求意见稿）

20XX - XX - XX 发布

20XX- XX - XX 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：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

CCPIA 团体标准征求意见稿

# 40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂

## 1 范围

本文件规定了40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂的试验方法。

本文件适用于40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂产品的质量控制。

注：丙硫菌唑、戊唑醇和脱硫丙硫菌唑的其他名称、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—2023 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—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  
GB/T 43175—2023 丙硫菌唑原药

## 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；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。

### 4.2 技术指标

40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂还应符合表1要求。

表1 40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂技术指标

项 目		指 标
丙硫菌唑质量分数/%		20.0 <sup>+1.2</sup> <sub>-1.2</sub>
丙硫菌唑质量浓度 <sup>a</sup> （20℃）/（g/L）		230 <sup>+13</sup> <sub>-13</sub>
戊唑醇质量分数/%		20.0 <sup>+1.2</sup> <sub>-1.2</sub>
戊唑醇质量浓度 <sup>a</sup> （20℃）/（g/L）		230 <sup>+13</sup> <sub>-13</sub>
脱硫丙硫菌唑质量分数/%		≤0.01
pH值		5.0~8.0
丙硫菌唑悬浮率/%		≥90
戊唑醇悬浮率/%		≥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）/%		≥95
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL		≤25
低温稳定性		冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。
热储稳定性		热储后，丙硫菌唑和戊唑醇质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%、脱硫丙硫菌唑质量分数、pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求。
<sup>a</sup> 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时，按质量分数的结果判定产品是否合格。		

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1000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与丙硫菌唑（戊唑醇）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丙硫菌唑（戊唑醇）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 丙硫菌唑（戊唑醇）质量分数、质量浓度

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以 $C_{18}$ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的丙硫菌唑（戊唑醇）进行高效液相色谱分离，外标法定量。

## 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸溶液： $\psi$ （磷酸：水）=1:1000。

5.5.2.5 丙硫菌唑标样：已知丙硫菌唑质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 戊唑醇标样：已知戊唑醇质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

## 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（内径）不锈钢柱，内装 $C_{18}$ 、5  $\mu m$ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu m$ 。

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： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60:40。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

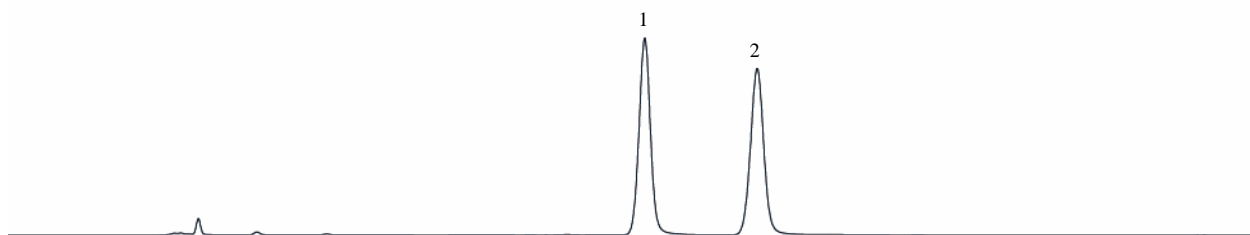
5.5.4.3 柱温：室温（温差变化应不大于 2  $^{\circ}C$ ）。

5.5.4.4 检测波长：220 nm。

5.5.4.5 进样体积：5  $\mu L$ 。

5.5.4.6 保留时间：戊唑醇约 7.7 min，丙硫菌唑约 9.0 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 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%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明：

1——戊唑醇；

2——丙硫菌唑。

图1 40%丙硫菌唑·戊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）丙硫菌唑标样和0.05 g（精确至0.000 1 g）戊唑醇标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液10 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取0.25 g（精确至0.000 1 g）试样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液10 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.5.5.3 测定

在5.5.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针丙硫菌唑和戊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的丙硫菌唑（戊唑醇）峰面积分别进行平均。试样中丙硫菌唑（戊唑醇）的质量分数按式（1）计算，丙硫菌唑（戊唑醇）质量浓度按式（2）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

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

式中：

$w_1$ ——试样中丙硫菌唑（戊唑醇）的质量分数，%；

$A_2$ ——试样溶液中丙硫菌唑（戊唑醇）峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

$w$ ——标样中丙硫菌唑（戊唑醇）的质量分数，%；

$A_1$ ——标样溶液中丙硫菌唑（戊唑醇）峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$\rho_1$ ——20℃时试样溶液中丙硫菌唑（戊唑醇）质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

$\rho$ ——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

丙硫菌唑和戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差应均不大于0.5%，分别取其算术平均值作为测定结果。

## 5.6 脱硫丙硫菌唑质量分数

### 5.6.1 方法提要

按 GB/T 43175—2023 中5.6进行，试样用乙腈溶解，以甲醇+乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以 $C_{18}$ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的脱硫丙硫菌唑进行高效液相色谱分离，外标法定量。脱硫丙硫菌唑最低检测浓度为0.4 mg/L，试验中脱硫丙硫菌唑质量分数的定量限为0.001%。

### 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 磷酸。

5.6.2.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.5 溶液 A：量取 350 mL 甲醇与 200 mL 乙腈，摇匀，超声脱气 2 min。

5.6.2.6 溶液 B：移取 0.2 mL 磷酸于盛有 1000 mL 水的试剂中，摇匀，超声脱气 2 min。

5.6.2.7 脱硫丙硫菌唑标样：已知脱硫丙硫菌唑质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

### 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（内径）不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.6.3.4 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：溶液 A。

5.6.4.2 流动相 B：溶液 B。

5.6.4.3 流动相梯度洗脱条件见表 2。

表2 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	$\phi$ （溶液 A） %	$\phi$ （溶液 B） %
0.0	1.2	65	35
15.0	1.2	65	35
15.5	1.2	95	5
24.5	1.2	95	5
25.0	1.2	65	35
30.0	1.2	65	35

- 5.6.4.4 柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）。
- 5.6.4.5 检测波长：220 nm。
- 5.6.4.6 进样体积：10  $\mu$ L。
- 5.6.4.7 保留时间：脱硫丙硫菌唑约 8.4 min。
- 5.6.4.8 5.6.4.1~5.6.4.7 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。脱硫丙硫菌唑标样高效液相色谱图见图 2，典型的 40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂中脱硫丙硫菌唑高效液相色谱图见图 3。



图2 脱硫丙硫菌唑标样高效液相色谱图

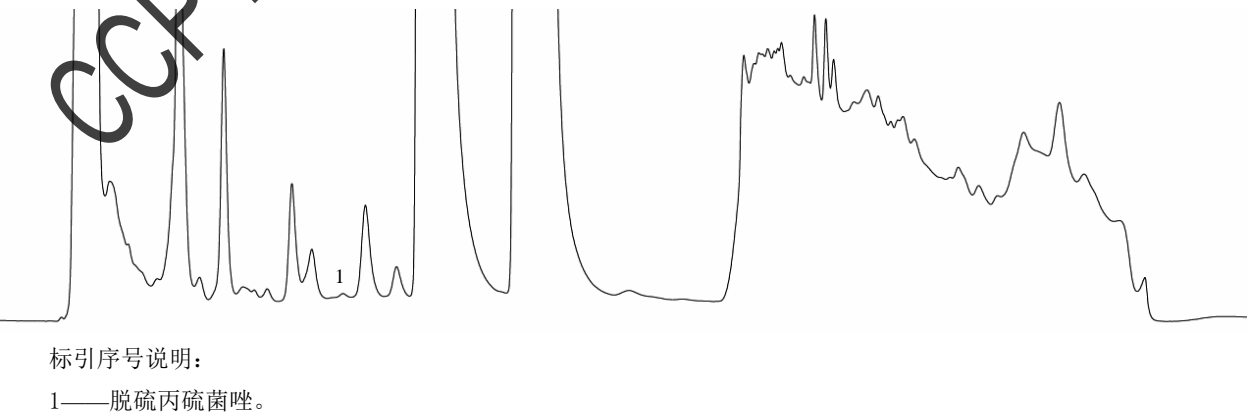


图3 40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂中脱硫丙硫菌唑高效液相色谱图



### 5.6.5 测定步骤

#### 5.6.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.02 g（精确至 0.000 01 g）脱硫丙硫菌唑标样于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 乙腈，超声振荡 5 min。冷却至室温后，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

#### 5.6.5.2 试样溶液的制备

称取含丙硫菌唑 0.4 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 乙腈，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.6.5.3 测定

在 5.6.4 操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针脱硫丙硫菌唑峰面积相对变化小于 10% 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脱硫丙硫菌唑峰面积分别进行平均。试样中脱硫丙硫菌唑的质量分数按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{A_4 \times m_2 \times n_2}{A_3 \times m_1 \times n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $w_3$ ——试样中脱硫丙硫菌唑的质量分数，%；  
 $A_4$ ——试样溶液中脱硫丙硫菌唑峰面积的平均值；  
 $m_2$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $n_2$ ——标样中脱硫丙硫菌唑的质量分数，%；  
 $A_3$ ——标样溶液中脱硫丙硫菌唑峰面积的平均值；  
 $m_1$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $n$ ——脱硫丙硫菌唑标样溶液稀释因子， $n=100$ 。

#### 5.6.7 允许差

脱硫丙硫菌唑质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%，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 悬浮率

#### 5.8.1 测定

称取 0.4 g（精确至 0.000 1 g）试样，按 GB/T 14825—2023 中 4.2 进行，将量筒底部剩余 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中，用 60 mL 乙腈分 3 次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。按 5.5 测定丙硫菌唑（戊唑醇）的质量，计算悬浮率。

## 5.8.2 计算

悬浮率按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_6 \times w_1 - (A_6 \times m_5 \times w) \div n \div A_5}{m_6 \times w_1} \times 111.1 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

$w_4$ ——悬浮率，%；

$m_6$ ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

$w_1$ ——试样中丙硫菌唑（戊唑醇）的质量分数，%；

$A_6$ ——试样溶液中丙硫菌唑（戊唑醇）峰面积的平均值；

$m_5$ ——丙硫菌唑（戊唑醇）标样的质量，单位为克(g)；

$w$ ——标样中丙硫菌唑（戊唑醇）的质量分数，%；

$A_5$ ——标样溶液中丙硫菌唑（戊唑醇）峰面积的平均值；

$n$ ——标样的稀释倍数， $n=2.5$ 。

## 5.9 倾倒性

按 GB/T 31737 进行。

## 5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

## 5.11 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

## 5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2进行。

## 5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中4.4.1进行。热储时，样品应密封储存，热储前后试样的质量变化率应不大于1.0%。

## 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章技术指标中外观、丙硫菌唑质量分数、丙硫菌唑质量浓度、戊唑醇质量分数、戊唑醇质量浓度、pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和持久起泡性。

## 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。

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 8.2 的储运条件下，40%丙硫菌唑·戊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，各项指标均应符合文件要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；40%丙硫菌唑·戊唑醇悬浮剂应采用聚酯瓶、聚乙烯瓶包装或高阻隔瓶包装，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

40%丙硫菌唑·戊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)

## 丙硫菌唑、戊唑醇、脱硫丙硫菌唑的其它名称、结构式和基本物化参数

## A.1 丙硫菌唑的其它名称、结构式和基本物化参数

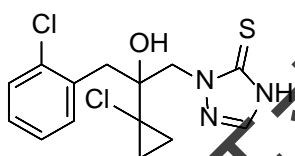
丙硫菌唑的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Prothioconazole；

——CAS登录号：178928-70-6；

——化学名称：(RS)-2-[2-(1-氯环丙基)-3-(2-氯苯基)-2-羟基丙基]-2,4-二氢-3-1,2,4-三唑-3-硫酮；

——结构式：



——分子式：C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>OS；

——相对分子质量：344.26；

——生物活性：杀菌；

——熔点：139.1 °C~144.5 °C；

——蒸气压 (20 °C)：小于 4.0×10<sup>-4</sup> mPa；

——溶解度 (20 °C~25 °C, g/L)：水 0.005 (pH 4)、0.3 (pH 8)；丙酮 >250，乙腈 69，二氯甲烷 88，二甲基亚砜 126，乙酸乙酯 >250，正庚烷 <0.1，异丙醇 87，正辛醇 58，二甲苯 8；

——稳定性：在常温下稳定，在 pH 5~9 条件下稳定；在水中迅速光解为脱硫丙硫菌唑。

## A.2 戊唑醇的其它名称、结构式和基本物化参数

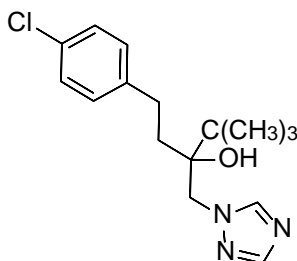
戊唑醇的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Tebuconazole；

——CAS登录号：107534-96-3；

——化学名称：(RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊-3-醇；

——结构式：



——分子式：C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>O；

——相对分子质量：307.8；

——生物活性：杀菌；

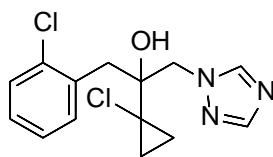
——熔点：105 °C；

- 蒸气压 (20 °C): 0.0017 mPa;
- 溶解度 (20 °C, g/L): 水 0.036 (pH 5~9); 二氯甲烷 >200, 正己烷 <0.1、异丙醇 50~100、甲苯 50~100;
- 稳定性: 加速热储稳定, 在纯水无菌状态下水解和光解稳定; 水解  $DT_{50} > 1$  年 (pH 4~9, 22 °C)。

### A.3 脱硫丙硫菌唑的其它名称、结构式和基本物化参数

脱硫丙硫菌唑的其它名称、结构式和基本物化参数如下:

- ISO通用名称: Prothioconazole-desthio;
- CAS登录号: 120983-64-4;
- 化学名称: 2-(1-氯环丙基)-1-(2-氯苯基)甲基-3-(1,2,4-三唑-1-基)-2-丙醇;
- 结构式:



- 分子式:  $C_{14}H_{15}Cl_2N_3O$ ;
- 相对分子质量: 312.19。