|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 点击此处添加ICS号 |
| CCS | 点击此处添加CCS号 |

T/ZZB XXXX—XXXX

吡唑醚菌酯悬浮剂

Pyraclostrobin aqueous suspension concentrate

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

浙江省质量协会  发布

团体标准

目次

[前言 II](#_Toc81316121)

[1 范围 1](#_Toc81316122)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc81316123)

[3 术语和定义 1](#_Toc81316124)

[4 基本要求 1](#_Toc81316125)

[5 技术要求 2](#_Toc81316126)

[6 试验方法 2](#_Toc81316127)

[7 检验规则 5](#_Toc81316128)

[8 标志、包装、运输与贮存 6](#_Toc81316129)

[9 质量承诺 6](#_Toc81316130)

1. 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》给出的规则起草。

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。

本文件由浙江省质量协会提出并归口管理。

本文件主要起草单位：浙江世佳科技股份有限公司。

本文件参与起草单位：浙江科标检测技术有限公司、浙江锦上生物科技有限公司、

浙江佳源农林科技有限公司。

本文件主要起草人：胡剑锋、沈学锋、郑锋、周月霞。

本文件评审专家组长：

本文件由XXX负责解释。

标准名称

* 1. 范围

本文件规定了吡唑醚菌酯悬浮剂的基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存、质量承诺。

本文件适用于由吡唑醚菌酯原药、分散剂、润湿剂、增稠剂、抗冻剂、消泡剂、防腐剂等助剂和水加工成的吡唑醚菌酯悬浮剂。

* 1. 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 1886.41—2015 食品安全国家标准 食品添加剂 黄原胶

GB 3796 农药包装通则

GB/T 8170 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 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

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 基本要求
     1. 设计研发

应具备根据悬浮剂性能指标要求调整原材料及配方组成的能力。

应具有自主研发新型杀细菌剂、绿色环保水基化剂型能力。

应具有优化悬浮剂的物理热力学稳定性及经时稳定性的能力。

* + 1. 原材料

吡唑醚菌酯原药应符合表1要求。

表1 吡唑醚菌酯原药控制项目指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项 　　 目 | 指 　　 标 | 测定方法 |
| 吡唑醚菌酯质量分数/% | ≥97.5 | HG/T 5235-2017 |
| 硫酸二甲酯质量分数/（mg/kg） | ≤3 |
| 水分/% | ≤0.5 |
| pH值 | 5.0～8.0 |
| 丙酮不溶物/% | ≤0.2 |

* + 1. 工艺设备

剪切、砂磨过程应采用双螺带-剪切搅拌和湿法砂磨加工工艺。

剪切及砂磨全程系统温度不应超过40℃，砂磨物料粒径累计分布D90 不应大于3.0 μm。

预混合、剪切、砂磨、灌装等工序应密闭化、连续化，砂磨工序应在线实时监控，灌装生产线应采用全自动化生产线。

* + 1. 检验检测

应具备表1 规定项目的检测能力。

应具备表2 规定项目的检测能力。

* 1. 技术要求
     1. 外观

应是可流动、易测量体积的悬浮液体。存放过程中可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状，不应有结块。

* + 1. 技术指标

吡唑醚菌酯悬浮剂应符合表2要求。

表2 吡唑醚菌酯悬浮剂控制项目指标

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项 　　 目 | | 指 　　 标 | | |
| 20% | 25% | 30% |
| 吡唑醚菌酯质量分数/% | | 20.0+1.2 -1.2 | 25.0+1.5 -1.5 | 30.0+1.5 -1.5 |
| pH值 | | 6.0～9.0 | | |
| 倾倒性 | 倾倒后残余物/% | ≤5.0 | | |
| 洗涤后残余物/% | ≤0.5 | | |
| 悬浮率/% | | ≥97 | | |
| 湿筛试验（通过75μm试验筛）/% | | ≥98 | | |
| 持久起泡性（1min后泡沫量）/mL | | ≤10 | | |
| 低温稳定性 | | 冷储后，悬浮率、湿筛试验仍应符合本文件要求。 | | |
| 热贮稳定性 | | 热储后，吡唑醚菌酯质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，悬浮率、pH值、湿筛试验、倾倒性仍应符合本文件要求。 | | |
| 注：正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，每3个月至少进行1次。 | | | | |

* 1. 试验方法
     1. 一般规定

本文件所用试剂和水在没有其他要求时，均指分析纯的试剂和蒸馏水。

* + 1. 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2000 g。

* + 1. 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡唑醚菌酯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的色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

* + 1. 外观

采用目测法测定。

* + 1. 吡唑醚菌酯质量分数的测定
       1. 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长275nm下对试样中的吡唑醚菌酯进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液

甲醇：色谱级。

冰乙酸。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

吡唑醚菌酯标样：已知吡唑醚菌酯质量分数，ω≥99.0%。

* + - 1. 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (内径)不锈钢柱，内装C18、5 μm填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50μL

定量进样管：5μL

超声波清洗器。

* + - 1. 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（甲醇：水：冰乙酸）=80:20：0.1，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0mL/min。

柱温：30℃（温差变化应不大于2℃）；

检测波长：275nm；

进样体积：5µL；

保留时间：吡唑醚菌酯约为8.2min。

上述操作，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。典型的高效液相色谱图见图1、图2。

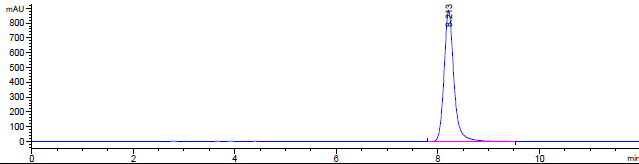


图1 标样色谱图

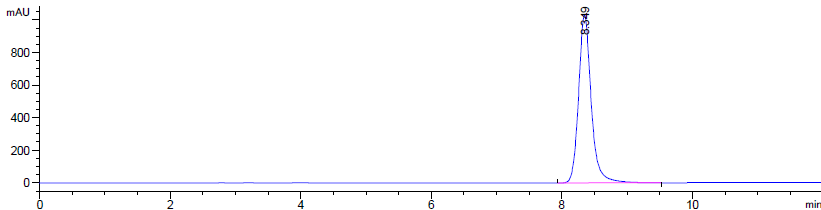


图2 样品色谱图

* + - 1. 测定步骤
         1. 标样溶液的制备

称取0.1g吡唑醚菌酯标样（精确至0.00001g）于50mL容量瓶中，加入约30mL甲醇超声振荡5min使其溶解稀释，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5mL上述溶液于50mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取含0.1g吡唑醚菌酯的悬浮剂试样（精确至0.00001g）于50mL容量瓶中，加入约30mL甲醇超声振荡5min使其溶解稀释，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5mL上述溶液于50mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

* + - * 1. 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针吡唑醚菌酯峰面积响应值相对变化小于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。

* + - * 1. 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吡唑醚菌酯峰面积分别进行平均。试样中吡唑醚菌酯的质量分数按式（1）计算：

……………………………………………………………………（1）

式中：

*ω*1*——*试样中吡唑醚菌酯的质量分数，以%表示；

A2——试样溶液中吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

m1——标样的质量的数值，单位为克（g）；

*ω ——*标样中吡唑醚菌酯的质量分数，以%表示；

A1——标样溶液中吡唑醚菌酯峰面积的平均值；

m2——试样的质量的数值，单位为克（g）。

* + - 1. 允许差

吡唑醚菌酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.4%，取其算术平均值作为测定结果。

* + 1. pH值的测定

按GB/T 1601中方法进行测定。

* + 1. 湿筛试验

按GB/T 16150-1995中2.2进行。

* + 1. 悬浮率的测定
    2. 测定步骤

按GB/T 14825-2023中4.2方法进行。称取1.0g试样（精确至0.0001g），用甲醇将量筒内剩余的25 mL 悬浮液及沉淀全部转移至100 mL容量瓶中，用60 mL甲醇分三次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按6.4测定吡唑醚菌酯的质量，计算悬浮率。

* + 1. 倾倒性的测定

按中GB/T 31737-2015进行。

* + 1. 持久起泡性的测定

按GB/T 28137-2011进行。

* + 1. 低温稳定性试验

按GB/T 19137-2003中2.2方法进行。悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

* + 1. 热储稳定性测定

按GB/T 19136-2021中2.3进行。将样品放置在（54±2）℃下，贮存14天，14天后在24h内完成对有效成分质量分数、悬浮率等指标的测定。吡唑醚菌酯有效成分相对分解率不大于5%，悬浮率、pH值、倾倒性、湿筛试验应符合标准要求为合格。

* 1. 检验规则
     1. 组批

使用同一批号的原料，在同一班次和同一生产线上生产出来的同一品种和同一规格的产品，为一个批次。

* + 1. 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

* + - 1. 出厂检验

应逐批进行出厂检验，检验项目按表3规定的出厂检验项目进行。

* + - 1. 型式检验

型式检验项目见表3，正常情况下6个月检验一次，有下列情形之一时，应进行型式检验：

a) 当本产品的原料、工艺、设备有大的改变，可能影响产品的质量时；

b) 产品停产6个月后，恢复生产时；

c) 出厂检验结果与上述型式检验有较大差异时；

d) 当用户对产品质量有较大的异议时；

e) 当质量监督管理机构提出要求时。

表3 检验项目

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项 　　 目 | | 要求 | 试验方法 | 检验类别 | |
| 出厂检验 | 型式检验 |
| 外观 | | 5.1 | 6.4 | √ | √ |
| 吡唑醚菌酯质量分数/% | | 5.2 | 6.5 | √ | √ |
| pH值 | | 6.6 | √ | √ |
| 湿筛试验（通过75μm试验筛）/% | | 6.7 | √ | √ |
| 悬浮率/% | | 6.8 | √ | √ |
| 倾倒性 | 倾倒后残余物/% | 6.9 | √ | √ |
| 洗涤后残余物/% | √ | √ |
| 持久起泡性（1min后泡沫量）/mL | | 6.10 | √ | √ |
| 低温稳定性 | | 6.11 | — | √ |
| 热贮稳定性 | | 6.12 | — | √ |
| 注：“√”表示进行该项检查，“—”表示不进行该项检查。 | | | | | |
| 注：正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，每3个月至少进行1次。 | | | | | |

* + 1. 判定规则

技术指标检验结果的判定按GB/T 8170—2008进行修约，如有一项指标不符合本标准要求时，应重新加倍采样，对不合格项进行复检，如仍不合格，则判该批产品不合格。

* 1. 标志、包装、运输与贮存

标志、标签、包装，应符合GB 3796 的规定。采用铝箔封口的复合瓶包装，每瓶净含量为100g,200g,500g，紧密排列于纸箱中，每箱不多于20瓶。也可根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合GB 3796 的规定。

* + 1. 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
    2. 贮运时，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。
    3. 吡唑醚菌酯悬浮剂为低毒杀菌剂。使用本品应注意个人防护，穿戴好防护用具，施药后用肥皂和水洗干净裸露的皮肤，如有中毒现象，应及时送医院对症治疗。
  1. 质量承诺

9.1 在规定的产品运输和贮存条件下，吡唑醚菌酯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应符合标准要求，如出现质量问题，制造商无偿退货或补货。

9.2 若用户对产品提出异议，制造商应在24 小时内作出响应，48 小时内提出处理方案；应用户操作不当或其他非质量导致产品无法正常使用，制造商应根据用户的需要组织或协助解决。

附录A

（资料性附录）

有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数

A1 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 登记号：175013-18-0

CIPAC 数学代号：657

化学名称：N-[2-[1-(4-氯苯）吡唑-3-基]氧甲基]苯基]-N-甲氧基氨基甲酸甲酯

结构式：

TS1797

分子式：C19H18ClN3O4

相对分子质量：387.8

生物活性：杀菌

熔点：63.7-65.2℃

溶解度(20℃)：水中1.9mg/L，正庚烷3.7g/L，异丙醇30.0g/L，辛醇24.2g/L，橄榄油28.0g/L，甲醇100.8g/L，丙酮、乙酸乙酯、乙腈、二氯甲烷和甲苯＞500g/L。

稳定性：稳定时间大于30d(pH5～7,25℃)；水中光解DT501.7d。