

团 体 标 准

T/CCPIA 009-2019

25% 多效唑悬浮剂

25% Paclobutrazol aqueous suspension concentrates

2019-02-25 发布

2019-03-01 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、浙江天丰生物科学有限公司、浙江省农业科学院。

本标准主要起草人：陈列忠、俞瑞鲜、朱毅平、南艳、李清标、曹轩。

团体标准

25%多效唑悬浮剂

1 范围

本标准规定了25%多效唑悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的多效唑原药、载体及适宜的助剂加工而成的25%多效唑悬浮剂。

注：多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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

3 要求

3.1 外观

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

3.2 技术指标

25%多效唑悬浮剂还应符合表1要求。

表1 25%多效唑悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
多效唑质量分数/%		25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	
pH范围		5.0~8.0	
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
悬浮率/%		≥	90
湿筛试验(通过75 μm试验筛)/%		≥	98
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL		≤	40
低温稳定性 ^a		合格	
热储稳定性 ^a		合格	
^a 正常生产时, 低温稳定性试验, 热储稳定性试验每3个月至少测定一次。			

4 试验方法

安全提示: 使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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, 并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中4.3.3进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.2方法进行, 用随机数表法确定抽样的包装件, 最终抽样量应不少于800 mL。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与多效唑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多效唑色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

4.4 多效唑质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二丁酯为内标物, 使用毛细管柱和氢火焰检测器, 对试样中的多效唑进行气相色谱分离, 内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

多效唑标样: 已知质量分数, $\omega \geq 98\%$ 。

内标物: 邻苯二甲酸二丁酯。

内标溶液: 称取 2.5 g 邻苯二甲酸二丁酯, 置于 1000 mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解, 定容, 摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：DB-5 30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚 0.25 μm (或同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：10 μL。

定量进样管：1 μL。

超声波清洗器。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度：柱温 215℃，气化室 280℃，检测室 280℃。

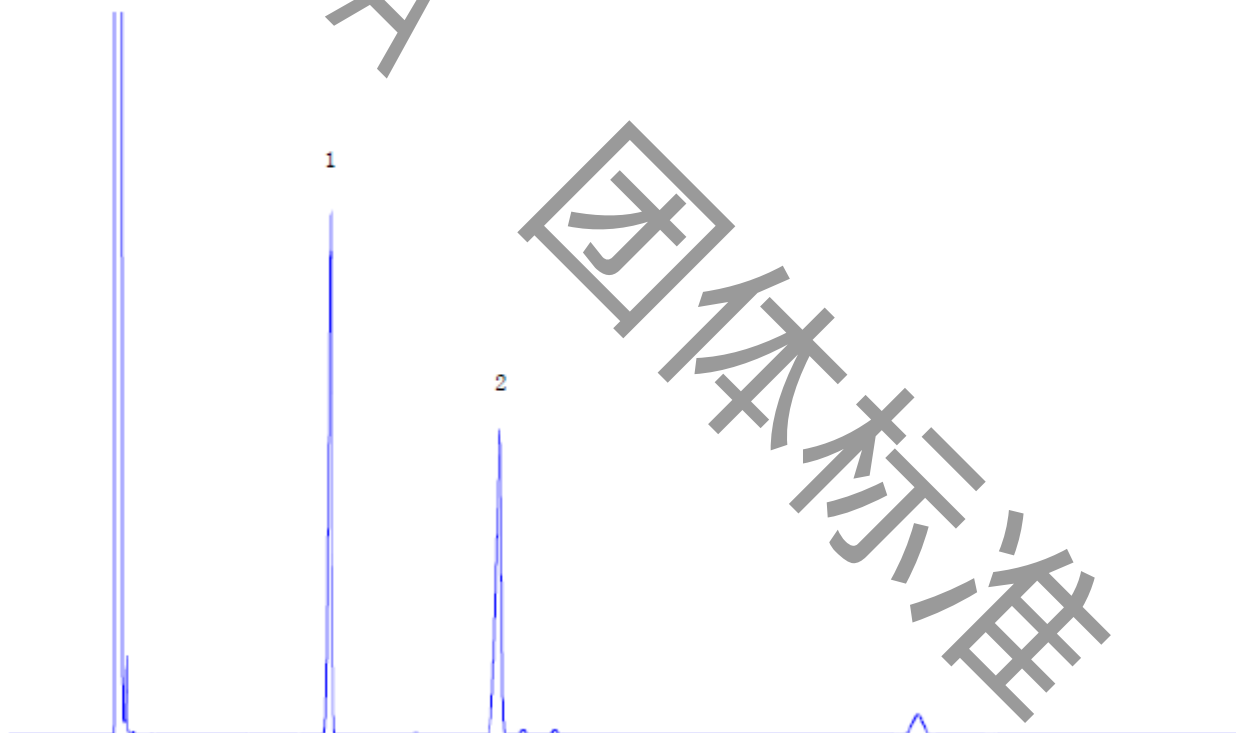
气体流量：载气 (N₂) 2.0 mL/min。

分流比：10 : 1。

进样体积：1.0 μL。

保留时间：内标物约 3.5 min，多效唑约 5.3 min。

上述操作参数是典型的，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 25% 多效唑悬浮剂中多效唑与内标物的气相色谱图见图 1。



说明：

1——内标物（邻苯二甲酸二丁酯）；

2——多效唑。

图1 25%多效唑悬浮剂中多效唑与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）多效唑标样于25 mL容量瓶中，用移液管加入20 mL邻苯二甲酸二丁酯内标液，溶解，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）多效唑的试样于25 mL容量瓶中，用与4.4.5.1中使用的同一支移液管加入20 mL邻苯二甲酸二丁酯内标液，超声振荡5 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

4.4.5.3 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，直至相邻两针多效唑与内标物的峰面积比的相对变化小于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。

4.4.5.4 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多效唑与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中多效唑的质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_1 ——试样中多效唑的质量分数，以%表示；

r_1 ——标样溶液中多效唑峰面积与内标峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中多效唑峰面积与内标峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中多效唑的质量分数，以%表示。

4.4.6 允许差

多效唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 倾倒性的测定

按 GB/T 31737进行。

4.7 悬浮率的测定

称取含0.5 g（精确至0.000 1 g）多效唑的试样，按 GB/T 14825—2006 中4.2进行。在剩余的1/10悬浮液中准确加入20 mL邻苯二甲酸二丁酯内标液，充分震荡萃取，转移至分液漏斗，分液后，取下层清液进行过滤，按4.4测定多效唑质量，计算其悬浮率。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995中2.2进行。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003中2.2进行，悬浮率、湿筛试验符合标准要求为合格。

4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003中2.3进行。热储后，多效唑质量分数应不低于储前的95%，pH值、倾倒性、悬浮率、湿筛试验符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，25%多效唑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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

25%多效唑悬浮剂的标志、标签和包装，应符合GB 3796的规定。

25%多效唑悬浮剂应用洁净、干燥的塑料瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量一般为200 g(mL)、500 g(mL)，外包装用瓦楞纸盒或钙塑箱，每箱净含量应不超过15 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合GB 3796中的有关规定。

6.2 储运

25%多效唑悬浮剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中，堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

附录 A

(资料性附录)

多效唑的其它名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分多效唑的其它名称、结构式和基本物化参数

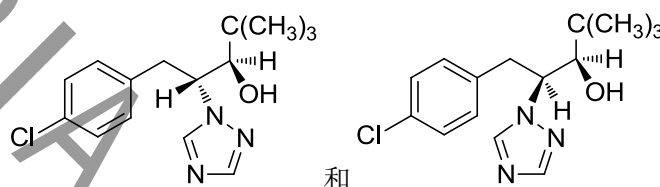
中文通用名：多效唑

ISO通用名称：Paclobutrazol

CAS登记号：76738-62-0

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

结构式：

实验式： $C_{15}H_{20}ClN_3O$

相对分子质量：293.8

生物活性：植物生长调节剂

熔点： $165\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 166\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$, g/L)：水中 2.6×10^{-2} 、三氯甲烷110、环己酮180、二氯甲烷100、正己烷10、二甲苯60、甲醇150、丙二醇50

稳定性： $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 储存2年以上稳定； $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 储存6个月以上稳定；在pH 4~pH 9水中稳定；在pH 7条件下紫外光照射10 d不降解。