

# 团 体 标 准

T/CAPDA 053-2023

## 苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂

Difenoconazole + propiconazole microemulsion

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

中国农药发展与应用协会 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。

本文件由中国农药发展与应用协会提出并归口。

本文件起草单位：惠州市银农科技股份有限公司、沈阳沈化测评技术有限公司、沈阳沈化院测试技术(南通)有限公司。

本文件主要起草人：刘莹、夏姗姗、劳颖蕖、肖天池、牛永芳。



# 苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂

## 1 范围

本文件规定了苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂的试验方法。

本文件适用于苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂产品的质量控制。

注：苯醚甲环唑、丙环唑的其他名称、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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

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 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

透明或半透明的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

### 4.2 技术指标

苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂应符合表1要求。

表 1 苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂技术指标

项 目	指 标
苯醚甲环唑质量分数/%	15.0±0.9
苯醚甲环唑质量浓度(20℃) <sup>a</sup> /(g/L)	169±10
丙环唑质量分数/%	15.0±0.9
丙环唑质量浓度(20℃) <sup>a</sup> /(g/L)	169±10
pH值	5.5~8.5
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL	≤45
乳液稳定性(稀释200倍)	量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出。
低温稳定性	冷储后,离心管底部析出物的体积不大于0.3 mL。
热储稳定性	热储后,苯醚甲环唑质量分数、丙环唑质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%,pH值和乳液稳定性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

**警告:** 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。

### 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 250 mL。

### 5.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与苯醚甲环唑和丙环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苯醚甲环唑 A、苯醚甲环唑 B、丙环唑 A、丙环唑 B 色谱峰的保留时间,其相对差应在1.5%以内。

### 5.4 外观

采用目测法测定。

### 5.5 苯醚甲环唑质量分数和质量浓度、丙环唑质量分数和质量浓度

#### 5.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标,使用内壁键合(5%苯基)-甲基聚硅氧烷的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的苯醚甲环唑和丙环唑进行气相色谱法分离,内标法定量。

#### 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 丙酮。

5.5.2.2 内标物：邻苯二甲酸二环己酯。

5.5.2.3 内标溶液：称取邻苯二甲酸二环己酯 1.0 g，置于 500 mL 容量瓶中，加适量丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.4 苯醚甲环唑标样：已知苯醚甲环唑质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.5 丙环唑标样：已知丙环唑质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

5.5.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱，内壁键合(5%苯基)-甲基聚硅氧烷，膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 超声波清洗器。

### 5.5.4 气相色谱操作条件

5.5.4.1 温度(℃)：柱室 180 ℃保持 1 min，10 ℃/min 升至 280 ℃，保持 10 min；气化室 250；检测器室 300。

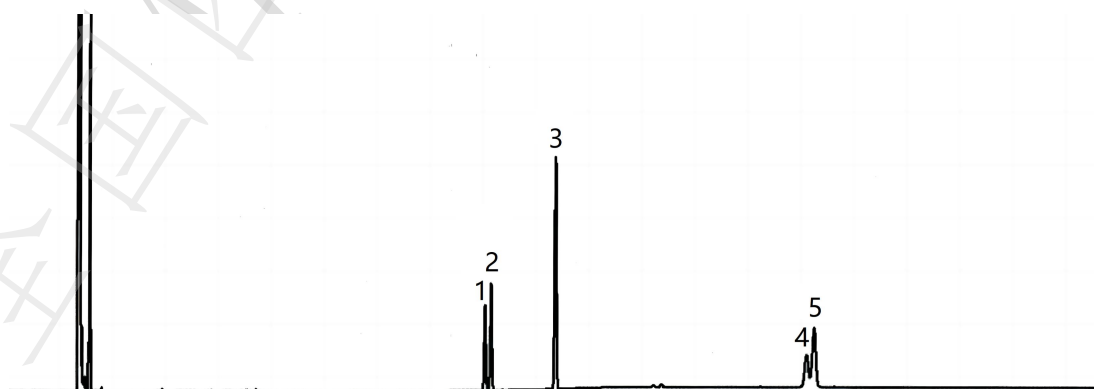
5.5.4.2 气体流量(mL/min)：载气(N<sub>2</sub>) 1.5、氢气 30、空气 300。

5.5.4.3 分流比：50:1。

5.5.4.4 进样体积：1.0 μL。

5.5.4.5 保留时间：丙环唑 A 约 9.3 min，丙环唑 B 约 9.4 min，苯醚甲环唑 A 约 15.2 min，苯醚甲环唑 B 约 15.4 min，内标物约 10.6 min。

5.5.4.6 5.5.4.1~5.5.4.5 的操作参数是典型的，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。典型的苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂气相色谱图见图 1。



标引序号说明：

1——丙环唑 A；

- 2——丙环唑 B;  
 3——内标物;  
 4——苯醚甲环唑 A;  
 5——苯醚甲环唑 B;

图 1 苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂的气相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

分别称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)苯醚甲环唑标样和 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙环唑标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,超声振荡 5 min,冷却至室温,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.3 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 50 mL 容量瓶中,用与 5.5.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,超声振荡 5 min,冷却至室温,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

#### 5.5.5.3 测定

在 5.5.4 的操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针苯醚甲环唑 A 和苯醚甲环唑 B(丙环唑 A 和丙环唑 B)峰面积的和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。

#### 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苯醚甲环唑 A 与苯醚甲环唑 B(丙环唑 A 和丙环唑 B)峰面积的和与内标峰面积之比分别进行平均,试样中苯醚甲环唑的质量分数按公式(1)计算,试样中苯醚甲环唑(丙环唑)的质量浓度按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{r_1 \times m_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

- $w_1$ ——试样中苯醚甲环唑(丙环唑)的质量分数, %;  
 $r_2$ ——试样溶液中,苯醚甲环唑 A 与苯醚甲环唑 B(丙环唑 A 和丙环唑 B)峰面积的和与内标物峰面积之比的平均值;  
 $m_1$ ——苯醚甲环唑(丙环唑)标样的质量的数值,单位为克(g);  
 $w$ ——标样中苯醚甲环唑(丙环唑)的质量分数, %;  
 $r_1$ ——标样溶液中,苯醚甲环唑 A 和苯醚甲环唑 B(丙环唑 A 和丙环唑 B)峰面积的和与内标物峰面积之比的平均值;  
 $m_2$ ——试样的质量的数值,单位为克(g);  
 $\rho_1$ ——20 °C 时试样中苯醚甲环唑(丙环唑)质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);  
 $\rho$ ——20 °C 时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

### 5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差，苯醚甲环唑和丙环唑均应不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.6 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

### 5.7 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

### 5.8 乳液稳定性

按 GB/T 1603 进行。

### 5.9 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

### 5.10 热储稳定性

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 章中外观、苯醚甲环唑质量分数、苯醚甲环唑质量浓度、丙环唑质量分数、丙环唑质量浓度、pH 值、持久起泡性、乳液稳定性。

### 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中，任一项目不符合第 4 章的技术要求，则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，苯醚甲环唑·丙环唑微乳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、包装

苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

苯醚甲环唑·丙环唑微乳剂采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装，每瓶净含量为 50 mL (g)、100 mL (g)、200 mL (g)、250 mL (g)、500 mL (g) 或 1000 mL (g)，外包装用瓦楞纸板箱或钙塑箱，每箱净含量一般不超过 15 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 4838 的规定。

### 8.2 储运

苯醚甲环唑·丙环唑微乳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，不应与食物、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)

## 苯醚甲环唑、丙环唑的其他名称、结构式和基本物化参数

苯醚甲环唑、丙环唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

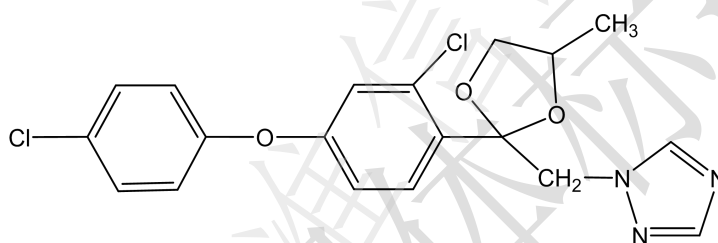
## A.1 苯醚甲环唑

——ISO通用名称：Difenoconazole；

——CAS登录号：119446-68-3；

——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：C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>；

——相对分子质量：406.3；

——熔点：82 °C~83 °C；

——生物活性：杀菌。

——蒸气压(25 °C)：3.3×10<sup>-5</sup> mPa；

——溶解度(20 °C~25 °C)：水中 15.0 mg/L。丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇、甲苯中大于 500 g/L，正己烷中 3 g/L，正辛醇中 110 g/L；

——稳定性：150 °C以下稳定，不易水解。

## A.2 丙环唑

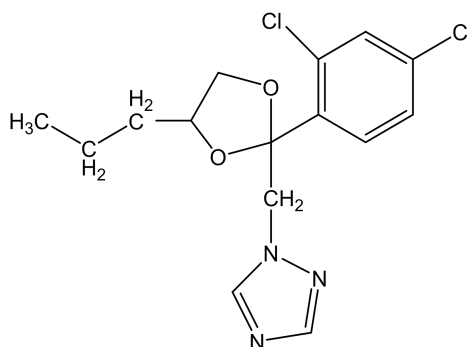
——ISO通用名称：Propiconazole；

——CAS登录号：60207-90-1；

——CIPAC数字代码：408；

——化学名称：(±)-1-[2-(2,4-二氯苯基)-4-丙基-1,3-二氧戊环-2-基甲基]-1*H*-1,2,4-三唑；

——结构式：



- 分子式:  $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$
  - 相对分子质量: 342.2;
  - 熔点:  $-23\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
  - 生物活性: 杀菌;
  - 蒸气压( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ): 0.056 mPa。
  - 溶解度: 水中 100 mg/L( $20^{\circ}\text{C}$ ), 正己烷中47 g/L, 与乙醇、丙酮、甲苯、正辛醇互溶( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ );
  - 稳定性:  $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下稳定, 水解不明显。
-