

T/ACCEM

团 体 标 准

T/ACCEMXXXX—2024

45%戊唑·咪鲜胺水乳剂

45% pentazole • prochloraz water emulsion

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国商业企业管理协会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 2

6 检验规则 8

7 验收和质量保证 8

8 标志、标签、包装和储运 8

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。

本文件由江苏生久农化有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：江苏生久农化有限公司。

本文件主要起草人：陆继清、李继超、陆琴华。

45%戊唑·咪鲜胺水乳剂

1 范围

本文件规定了45%戊唑·咪鲜胺水乳剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运。

本文件适用于45%戊唑·咪鲜胺水乳剂产品的质量控制。

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/T1601 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 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 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 22230 工业用液态化学品 20 ℃ 时的密度测定
- 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 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

稳定的液体，允许少量沉淀，轻微摇动或搅动应是均匀的。

4.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目		指标
戊唑醇质量分数, %		15.0±0.9
戊唑醇质量浓度, g/L		170.0±17
咪鲜胺质量分数, %		30.0±1.5
咪鲜胺质量浓度, g/L		340.0±34
2,4,6-三氯苯酚含量, %		≤0.2
倾倒性	倾倒后残余物, %	≤3.0
	洗涤后残余物, %	≤0.5
pH 值		5.0~9.0
持久起泡性 (1 min 后), mL		≤25
乳液稳定性 (稀释 200 倍)		上无浮油 (膏), 下无沉淀或沉油
低温稳定性		经轻微搅动, 无可见的粒子和油状物
热储稳定性		热储后, 戊唑醇质量分数、咪鲜胺质量分数、pH 值、乳液稳定性、持久起泡性仍应符合本文件要求

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

本文件所用的试剂和水，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。检验结果判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机法确定抽样的包装件数，最终抽样量不少于 500 mL。

5.3 鉴别试验

本鉴别试验可与有效成分戊唑醇和咪鲜胺质量分数测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中戊唑醇、咪鲜胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观

在自然光下，于白色衬底的烧杯中目测外观。

5.5 戊唑醇、咪鲜胺质量分数（质量浓度）

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 柱和紫外检测器，对试样中的戊唑醇、咪鲜胺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 乙腈：色谱级。
- 5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水。
- 5.5.2.4 戊唑醇标样：已知含量 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.5.2.5 咪鲜胺标样：已知含量 $\geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

- 5.5.3.1 液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。
- 5.5.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。
- 5.5.3.3 色谱柱：4.6 mm \times 150 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具有相同柱效的其他反相色谱柱）。
- 5.5.3.4 超声波清洗器。
- 5.5.3.5 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。
- 5.5.3.6 微量进样器：100 μL 。

5.5.4 色谱柱操作条件

- 5.5.4.1 流动相：甲醇+乙腈+水=42+42+16 (V/V/V)。
- 5.5.4.2 流量：1.0 mL/min。
- 5.5.4.3 柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。
- 5.5.4.4 检测波长：220 nm。
- 5.5.4.5 进样体积：20 μL 。
- 5.5.4.6 保留时间：戊唑醇约 3.7 min，咪鲜胺约 4.4 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。典型的高效液相色谱图见图 1、图 2。

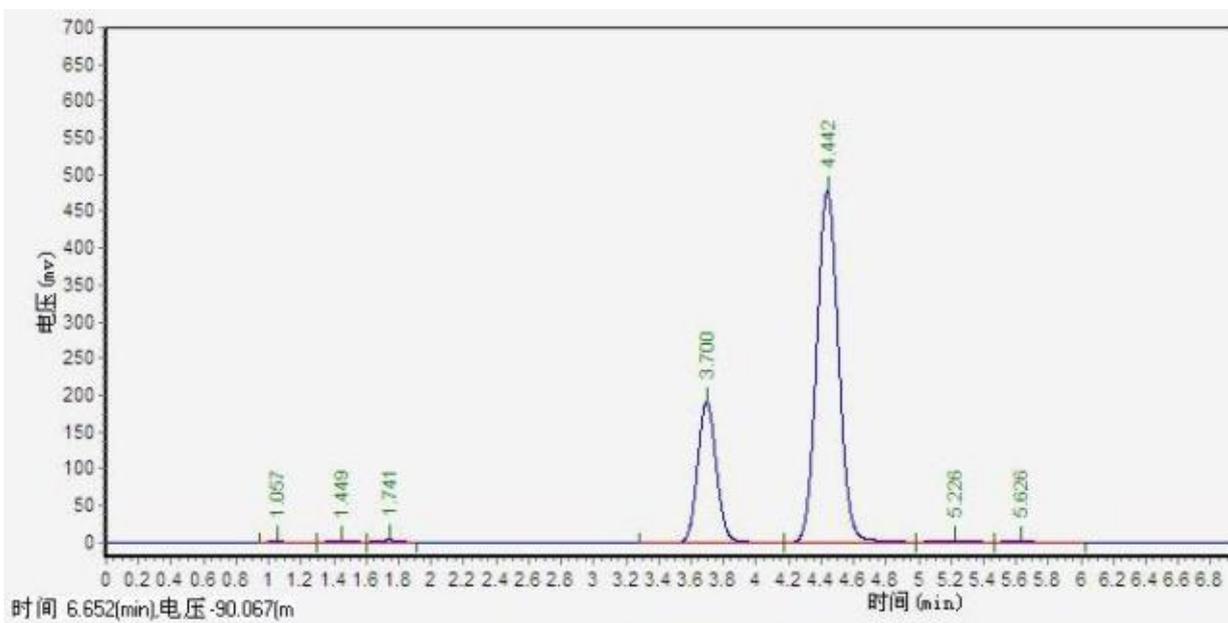


图 1 戊唑醇、咪鲜胺标样色谱图

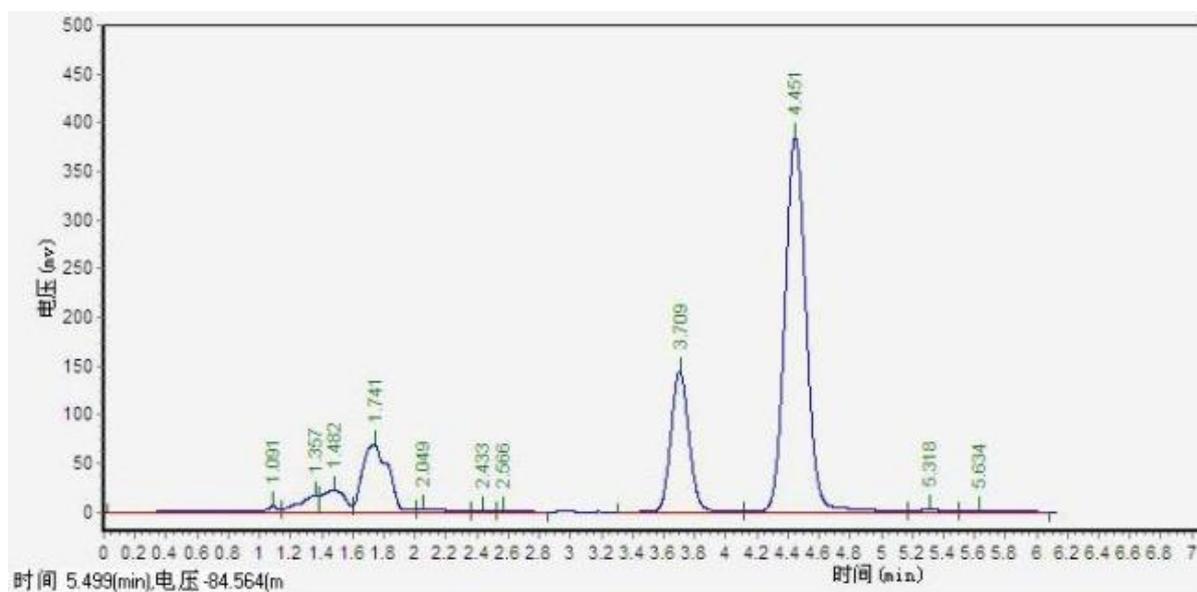


图 2 戊唑醇、咪鲜胺试样色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液配制

称取戊唑醇标样 0.04 g (精确至 0.0002 g) 和咪鲜胺标样 0.08 g (精确至 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.2 试样溶液配制

称取含咪唑啉 0.08 g 的试样（精确至 0.0002 g），置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度摇匀。用 0.45 μm 孔径滤膜过滤。

5.5.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的峰面积相对变化小于 1.5% 时，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 结果计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中戊唑醇、咪唑啉的峰面积分别进行平均，试样中戊唑醇（或咪唑啉）的质量分数 X_1 按公式（1），质量浓度 X_2 按公式（2）计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times P_1}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

$$X_2 = X_1 \times \rho \times 10 \quad (2)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中戊唑醇（或咪唑啉）峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中戊唑醇（或咪唑啉）峰面积的平均值；

m_1 ——戊唑醇（或咪唑啉）标样的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

P_1 ——标样中戊唑醇（或咪唑啉）的质量分数，单位为 %；

ρ ——试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 22230 进行测定）。

5.5.7 允许差

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。

5.6 2,4,6-三氯苯酚含量

5.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 柱和紫外检测器，对试样中的 2,4,6-三氯苯酚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 乙腈：色谱级。

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水。

5.6.2.3 2,4,6-三氯苯酚标样：已知含量 $\geq 99.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

5.6.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.6.3.3 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具有相同柱效的其他反相色谱柱）。

5.6.3.4 超声波清洗器。

5.6.3.5 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.4 色谱柱操作条件

5.6.4.1 流动相：乙腈+水=55+45 (V/V)。

5.6.4.2 流量：1.0 mL/min。

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

5.6.4.4 检测波长：215 nm。

5.6.4.5 进样体积：5 μL 。

5.6.4.6 保留时间：2,4,6-三氯苯酚约 8.8 min。

5.6.4.7 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。典型的高效液相色谱图见图 3、图 4。

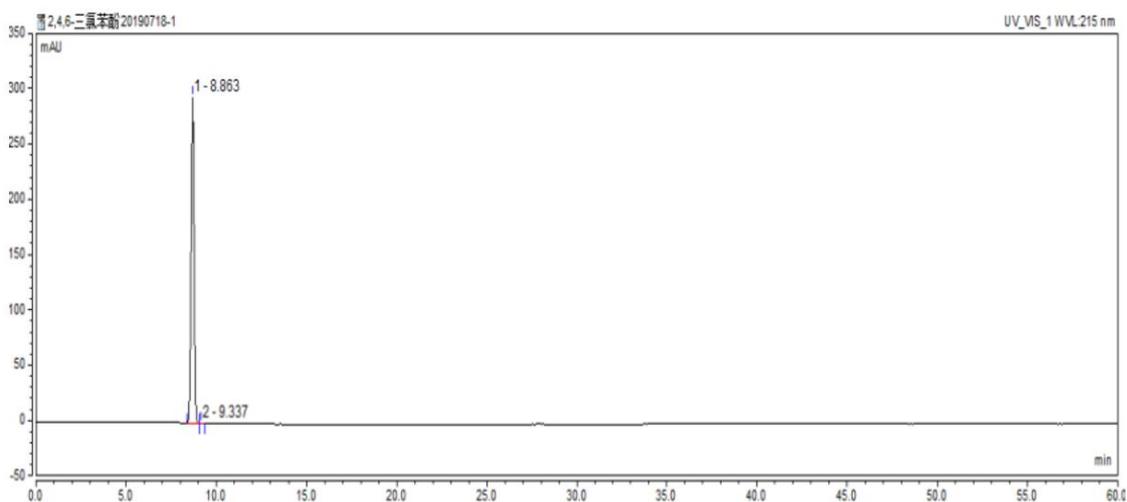


图 3 2,4,6-三氯苯酚标样色谱图

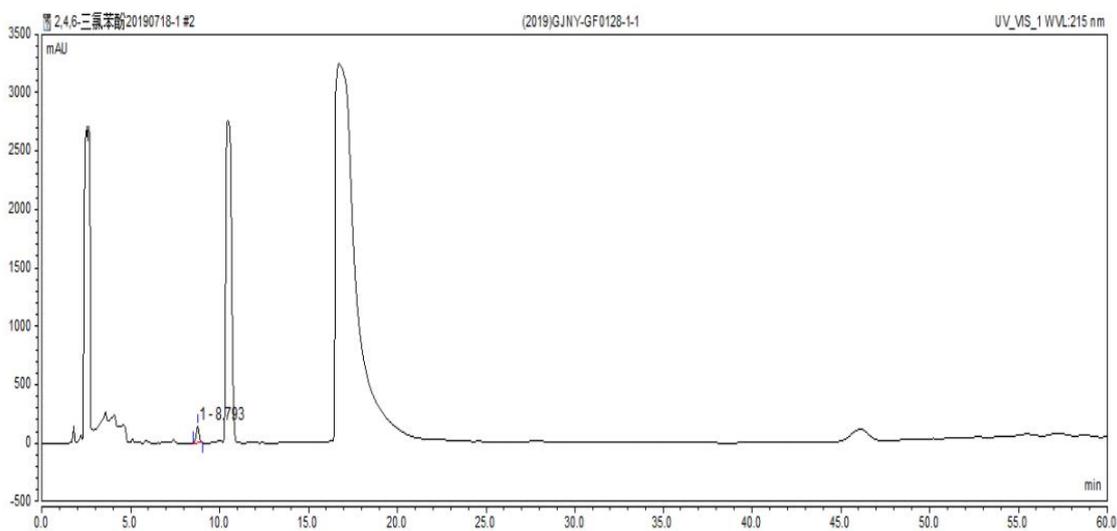


图 4 2,4,6-三氯苯酚试样色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液配制

准确称取 2,4,6-三氯苯酚 0.01 g 标样（精确至 0.0002 g）置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度摇匀、备用。

5.6.5.2 试样溶液配制

准确称取含 2,4,6-三氯苯酚 0.01 g 的样品（精确至 0.0002 g）置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀、备用。

5.6.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的峰面积相对变化小于 1.5% 时，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溶液前后两针标样溶液中 2,4,6-三氯苯酚的峰面积分别进行平均，试样中 2,4,6-三氯苯酚的质量分数 X_3 按公式（3）计算：

$$X_3 = \frac{A_4 \times m_3 \times P_2}{A_3 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A_3 ——标样溶液中 2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值；

A_4 ——试样溶液中 2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

m_1 ——2,4,6-三氯苯酚标样的质量，单位为克（g）；

P_2 ——标样中 2,4,6-三氯苯酚的质量分数，单位为 %。

5.6.7 允许差

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。

5.7 倾倒性

按 GB/T 31737 的规定进行。

5.8 pH 值

按 GB/T 1601 的规定进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定进行。

5.10 乳液稳定性

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 的规定进行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定进行。

5.12 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.1.1 的规定进行，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 章技术要求中戊唑醇质量分数、戊唑醇质量浓度、咪鲜胺质量分数、咪鲜胺质量浓度、2,4,6-三氯苯酚含量、倾倒性、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 1 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的要求。

按第 5 章的检验方法对产品进行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

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，产品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的要求。

8 标志、标签、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

8.1.1 产品的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

8.1.2 产品应采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装，每瓶净含量 500 g、1 000 g，外包装为纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱，每箱净含量应不超过 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 4838 的规定。

8.2 储运

产品应储存在通风、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。
