



Q/HFK

河南喜夫农生物科技有限公司企业标准

Q/HFK 030—2020

代替 Q/HFK 030-2017

企业标准信息公共服务平台
公开 2020年12月06日 16点40分

27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂

企业标准信息公共服务平台
公开 2020年12月06日 16点40分

2020-03-15 发布

2020-03-25 实施

河南喜夫农生物科技有限公司 发布



前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准在Q/HFK 030-2017基础上进行修订，本标准自实施之日起代替Q/HFK 030-2017，与Q/HFK 030-2017相比，无技术性变化，主要参考最新发布的农药相关产品国、行标，对标准文本的格式进行了修订，修订要点如下：

——将噻呋酰胺、戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数作为资料性附录；

——删除了“安全”的内容，在试验方法中增加了“警示”内容；

——将验收和质量保证期作为章标题内容单列出来。

本标准由河南喜夫农生物科技有限公司提出。

本标准起草单位：河南喜夫农生物科技有限公司。

本标准主要起草人：曹会刚。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月06日 16点40分



27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂

1 范围

本标准规定了27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻呋酰胺原药、戊唑醇原药以及适宜的助剂和水加工而成的27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂。

注：噻呋酰胺、戊唑醇的其他名称、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

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

3.2 技术指标

27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂还应符合表1要求。

表1 27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂控制项目指标

项目	指标
噻呋酰胺质量分数，%	9.0±0.9



戊唑醇质量分数, %		18.0±1.0
pH 值范围		5.0~8.0
悬浮率	噻呋酰胺, %	≥ 90
	戊唑醇, %	≥ 90
湿筛试验(通过 75μm 试验筛), %		≥ 98
倾倒性	倾倒后残余物, %	≤ 5.0
	洗涤后残余物, %	≤ 0.5
持久起泡性 (1min 后泡沫量), mL		≤ 50
低温稳定性		合格
热储稳定性		合格
注: 正常生产时, 低温稳定性、热储稳定性试验每 3 个月至少测定一次。		

4 试验方法

4.1 警示

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。

4.2 一般要求

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规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中4.3.3修约值比较法进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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 800mL。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与噻呋酰胺(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, 试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中噻呋酰胺(戊唑醇)色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

4.5 噻呋酰胺、戊唑醇质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以乙腈+磷酸水溶液为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 在 230nm 波长条件下, 对试样中的噻呋酰胺(戊唑醇)进行高效液相色谱分离和测定, 外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱级。

乙腈: 色谱级。

磷酸。

水: 新蒸二次蒸馏水。

噻呋酰胺标样: 已知质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。



戊唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器。

色谱工作站。

色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C₁₈ 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

过滤器：滤膜孔径 0.45 μ m。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ （乙腈：0.1%磷酸水溶液）=70：30；经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0mL/min；

柱温：室温（温差变化不大于 2℃）；

检测波长：230nm；

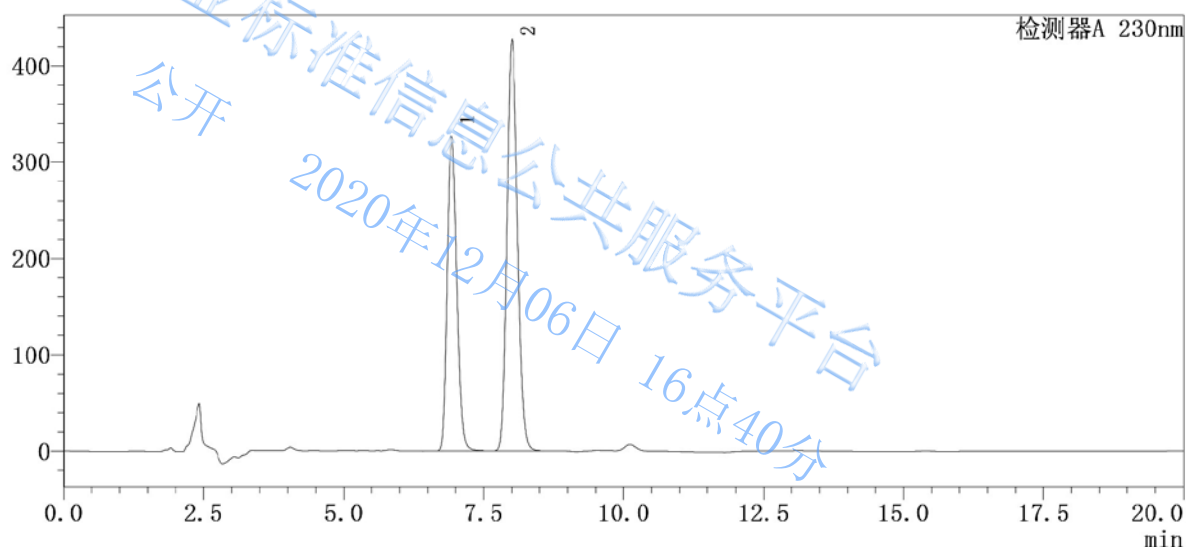
进样体积：5 μ L；

保留时间：戊唑醇约 6.9min，噻呋酰胺约 8.0min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳分离效果。典型的 27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。

<色谱图>

mV



说明：

1——戊唑醇

2——噻呋酰胺

图1 27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤



4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05g (精确至 0.0002g) 噻吩酰胺标样和 0.1g (精确至 0.0002g) 戊唑醇标样于 100mL 容量瓶中, 加入 80mL 甲醇, 超声振荡 5min, 恢复至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的配制

称取约 0.6g 试样 (精确至 0.0002g) 于 100mL 容量瓶中, 加入 80mL 甲醇, 超声振荡 5min, 恢复至室温, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 过滤。

4.5.5.3 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, 直至相邻两针噻吩酰胺 (戊唑醇) 峰面积的相对变化小于 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。

4.5.5.4 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噻吩酰胺 (戊唑醇) 峰面积分别进行平均。试样中噻吩酰胺、戊唑醇质量分数按公式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- ω_1 ——试样中噻吩酰胺 (戊唑醇) 的质量分数, 用%表示;
- A_2 ——试样溶液中, 噻吩酰胺 (戊唑醇) 峰面积的平均值;
- m_1 ——噻吩酰胺 (戊唑醇) 标样的质量, 单位为克 (g);
- ω ——标样中噻吩酰胺 (戊唑醇) 的质量分数, 用%表示;
- A_1 ——标样溶液中, 噻吩酰胺 (戊唑醇) 峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.5.6 允许差

噻吩酰胺质量分数两次平行测定结果之差就不大于 0.2%, 戊唑醇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。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取 2g 试样 (精确至 0.0002g), 将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移至 100mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 超声振荡 5min, 摇匀, 过滤, 按 4.5 测定噻吩酰胺、戊唑醇的质量, 分别计算其悬浮率。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中的 2.2 进行。

4.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。



4.10 持久起泡性试验

按GB/T 28137进行。

4.11 低温稳定性试验

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

4.12 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2003中2.1进行。储后噻呋酰胺、戊唑醇质量分数应不低于储前的95%，pH值范围、倾倒性、悬浮率、湿筛试验仍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

在规定的贮运条件下，27%噻呋酰胺·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，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定。

27%噻呋酰胺·戊唑醇悬浮剂的包装采用清洁、干燥的聚酯瓶包装，每瓶净含量100g、200g，每20瓶为一箱，紧密排列于瓦楞纸箱中，每箱净重不大于10kg。也可根据用户要求或订货协议采用其它形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

6.2 贮运

包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。



附录 A
(资料性附录)

噻唑酰胺、戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

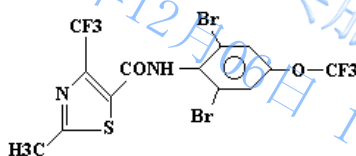
A.1 噻唑酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: thifluzamide

CAS登录号: 130000-40-7

化学名称: 2,6-二溴-2-甲基-4-三氟甲氧基-4-三氟甲基-1,3-噻唑-5-羧酰代苯胺

结构式:



实验式: $C_{13}H_6Br_2F_6N_2O_2S$

相对分子质量: 528.06

生物活性: 杀菌

熔点: $177.9^{\circ}C \sim 178.6^{\circ}C$

蒸气压 ($25^{\circ}C$): $1.06 \times 10^{-8} Pa$

溶解度 ($20^{\circ}C$): 水中溶解度 $1.6 mg/L$ (pH5.7), $7.6 mg/L$ (pH9)

稳定性: 在pH5~9时稳定。在pH7的无菌缓冲液中半衰期18~27d, 稻田水中半衰期4d。

A.2 戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

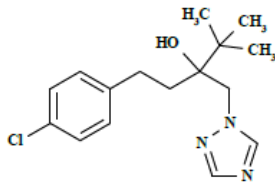
ISO通用名称: tebuconazole

CAS号: 107534-96-3

CIPAC编码: 494

化学名称: (RS)-1-(对-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊醇

结构式:



实验式: $C_{16}H_{22}ON_3Cl$

相对分子质量: 307.8

生物活性: 杀菌

毒性: 低毒

熔点: $102.4^{\circ}C$

蒸汽压 ($20^{\circ}C$): $1.3 \times 10^{-6} Pa$

溶解度 ($20^{\circ}C$): 微溶于水, 易溶于甲苯、异丙醇、二氯甲烷等有机溶剂。几乎不溶于正己烷

稳定性: pH4~9 稳定, 强酸强碱条件下易分解。