



中华人民共和国国家标准

GB/T 29381—2023

代替 GB/T 29381—2012

戊唑醇悬浮剂

Tebuconazole suspension concentrate

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 29381—2012《戊唑醇悬浮剂》，与 GB/T 29381—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了技术指标的 250 g/L 规格(见 2012 年版的 3.2)；
- 增加了技术指标的 25%、30% 和 50% 规格(见 4.2)；
- 更改了持久起泡性技术指标(见 4.2, 2012 年版的 3.2)；
- 更改了 pH 值技术指标(见 4.2, 2012 年版的 3.2)；
- 更改了热储稳定性技术指标(见 4.2, 2012 年版的 3.2、4.11)；
- 更改了戊唑醇质量分数测定的气相色谱法(见 5.5.1, 2012 年版的 4.4.2)；
- 更改了戊唑醇质量分数测定的仲裁法(见 5.5.1, 2012 年版的 4.4.1)；
- 删除了产品的检验与验收(见 2012 年版的 4.12)；
- 增加了检验规则(见第 6 章)；
- 增加了验收和质量保证期(见第 7 章)；
- 删除了悬浮剂的密度测定(见 2012 年版的附录 B)。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：拜耳作物科学(中国)有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、山东滨农科技有限公司、浙江天丰生物科学有限公司、浙江世佳科技股份有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、山东中新科农生物科技有限公司、青岛瀚生生物科技股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：王海霞、鲁忠华、董吉卫、刘忠杰、陈红丹、徐丽娟、朱晶晶、秦龙、胡春红、王世辉、肖天池、奚望、丁君。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2012 年首次发布为 GB/T 29381—2012；
- 本次为第一次修订。

戊 唑 醇 悬 浮 剂

1 范 围

本文件规定了戊唑醇悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装和储运,描述了戊唑醇悬浮剂的试验方法。

本文件适用于戊唑醇悬浮剂产品的质量控制。

注:戊唑醇的其他名称、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 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 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—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
- 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

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。

4.2 技术指标

戊唑醇悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 戊唑醇悬浮剂技术指标

项目		指标			
		25%规格	30%规格	430 g/L 规格	50%规格
戊唑醇质量分数 ^a /%		25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	30.0 ^{+1.5} _{-1.5}	38.5 ^{+1.9} _{-1.9}	50.0 ^{+2.5} _{-2.5}
戊唑醇质量浓度(20 ℃)/(g/L)		270 ⁺¹⁶ ₋₁₆	325 ⁺¹⁶ ₋₁₆	430 ⁺²¹ ₋₂₁	545 ⁺²⁷ ₋₂₇
pH 值		5.5~9.0			
悬浮率/%		≥90			
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤5.0			
	洗涤后残余物/%	≤0.5			
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		冷储后,悬浮率和湿筛试验符合本文件要求			
热储稳定性		热储后,戊唑醇质量分数不应低于热储前测得质量分数的 95%,pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍应符合本文件要求			
^a 当以质量分数和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 的规定进行,用随机数表法确定取样的包装件数。最终取样量应不少于 1 000 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 气相色谱法

本鉴别试验可与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,试样溶液中某色谱峰保留时间与标样溶液中戊唑醇保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.3.2 高效液相色谱法

本鉴别试验可与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,试样溶液中某色谱峰保留时间与标样溶液中戊唑醇保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 戊唑醇质量分数

5.5.1 气相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的戊唑醇进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 丙酮。

5.5.1.2.2 邻苯二甲酸二环己酯,应没有干扰分析的杂质。

5.5.1.2.3 内标溶液:称取邻苯二甲酸二环己酯 2.0 g 于 250 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.2.4 戊唑醇标样:已知戊唑醇质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,内壁涂 5%苯基和 95%二甲基聚硅氧烷固定液,膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

5.5.1.4 气相色谱操作条件

5.5.1.4.1 温度:柱温 230 $^{\circ}\text{C}$,气化室 260 $^{\circ}\text{C}$,检测室 280 $^{\circ}\text{C}$ 。

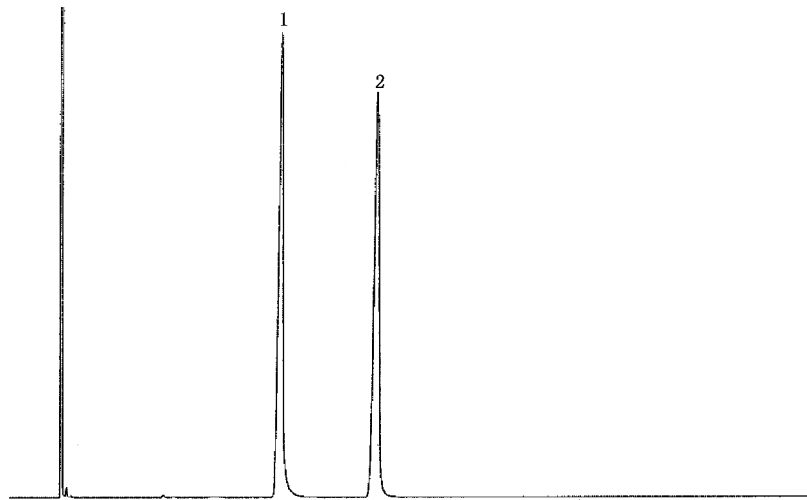
5.5.1.4.2 气体流量:载气(N_2)2.0 mL/min,氢气 40 mL/min,空气 400 mL/min,补偿气 25 mL/min。

5.5.1.4.3 分流比:30:1。

5.5.1.4.4 进样体积:1.0 μL 。

5.5.1.4.5 保留时间:戊唑醇约 6.3 min,内标物约 8.5 min。

5.5.1.4.6 5.5.1.4.1~5.5.1.4.5 的操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的戊唑醇悬浮剂与内标物的气相色谱图见图 1。



标引序号说明：

1——戊唑醇；

2——内标物。

图 1 戊唑醇悬浮剂与内标物的气相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)戊唑醇标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,然后用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含戊唑醇 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,然后用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.3 测定

在 5.5.1.4.1~5.5.1.4.5 的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针戊唑醇与内标物的峰面积之比相对变化小于 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。

5.5.1.6 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戊唑醇峰面积与内标物峰面积之比分别进行平均,试样中戊唑醇的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算:

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

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

式中:

w_1 ——试样中戊唑醇的质量分数,%;

r_2 ——试样溶液中,戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——戊唑醇标样的质量的数值,单位为克(g);

- w ——标样中戊唑醇的质量分数, %;
- r_1 ——标样溶液中, 戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克(g);
- ρ_1 ——20 °C时试样中戊唑醇质量浓度的数值, 单位为克每升(g/L);
- ρ ——20 °C时试样的密度的数值, 单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 的规定进行)。

5.5.1.7 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差, 25%和 30%规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.5%, 430 g/L 规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.6%, 50%规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.8%; 戊唑醇质量浓度两次平行测定结果之差, 430 g/L 规格戊唑醇悬浮剂应不大于 6 g/L; 分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 高效液相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 在波长 220 nm 下对试样中的戊唑醇进行高效液相色谱分离, 外标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 甲醇: 色谱纯。

5.5.2.2.2 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.3 戊唑醇标样: 已知戊唑醇质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱: 150 mm × 4.6 mm(内径) 不锈钢柱, 内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3.3 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.2.3.4 定量进样管: 5 μL 。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相: 体积比 $\phi_{\text{甲醇}: \text{水}} = 70 : 30$ 。

5.5.2.4.2 流速: 1.0 mL/min。

5.5.2.4.3 柱温: 室温(温度变化应不大于 2 °C)。

5.5.2.4.4 检测波长: 220 nm。

5.5.2.4.5 进样体积: 5 μL 。

5.5.2.4.6 保留时间: 戊唑醇约 8.2 min。

5.5.2.4.7 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6 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。典型的戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱图见图 2。

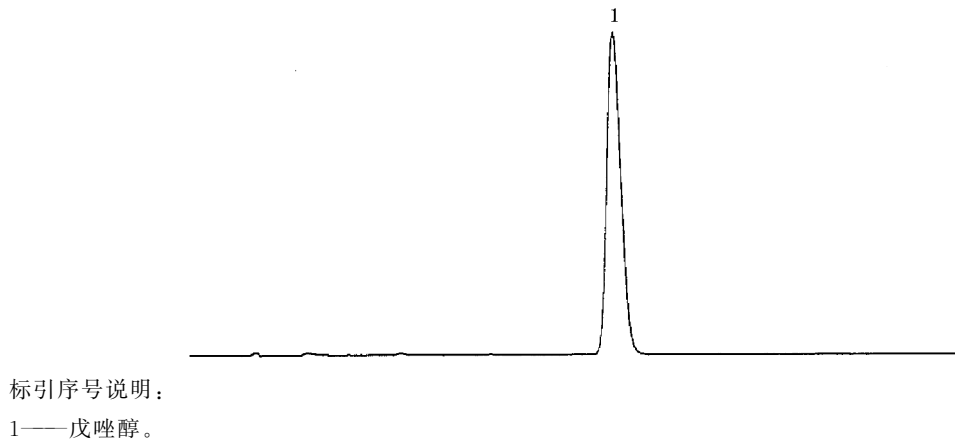


图2 戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)戊唑醇标样,置于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 甲醇,超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含戊唑醇 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 甲醇,超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.2.5.3 测定

在 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6 的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针戊唑醇峰面积相对变化小于 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。

5.5.2.6 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戊唑醇峰面积分别进行平均,试样中戊唑醇的质量分数按公式(3)计算,质量浓度按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times w}{A_1 \times m_4} \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_3 \times w \times \rho}{A_1 \times m_4} \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- w_1 ——试样中戊唑醇的质量分数,%;
- A_2 ——试样溶液中,戊唑醇的峰面积的平均值;
- m_3 ——戊唑醇标样的质量的数值,单位为克(g);
- w ——标样中戊唑醇的质量分数,%;
- A_1 ——标样溶液中,戊唑醇的峰面积的平均值;
- m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中戊唑醇质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
 ρ ——20℃时试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 的规定进行)。

5.5.2.7 允许差

戊唑醇质量分数两次平行测定结果之差,25%和 30%规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.5%,430 g/L 规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.6%,50%规格戊唑醇悬浮剂应不大于 0.8%;戊唑醇质量浓度两次平行测定结果之差,430 g/L 规格戊唑醇悬浮剂应不大于 6 g/L;分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH

按 GB/T 1601 的规定进行。

5.7 悬浮率

5.7.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定进行。称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)试样。如用气相色谱法测定,用少量蒸馏水将剩余的 25 mL 戊唑醇悬浮液及沉淀物转移至烧杯中,放入 105℃烘箱中烘干,加入 5 mL 内标溶液,然后加入 5 mL 丙酮,超声波振荡 5 min,摇匀,过滤。如用高效液相色谱法测定,则将剩余的 25 mL 戊唑醇悬浮液及沉淀物用 60 mL 甲醇分 3 次全部洗入 100 mL 容量瓶中,超声波振荡 5 min,恢复至室温,用甲醇定容,摇匀,过滤。用移液管移取上述滤液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。按 5.5 的规定测定戊唑醇的质量,计算其悬浮率。

5.7.2 计算

用气相色谱法测定的悬浮率按公式(5)计算:

$$w_2 = \frac{m_6 \times w_1 - r_4 \times m_5 \times w \div r_3}{m_6 \times w_1} \times 111.1 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_2 ——悬浮率,%;
 m_6 ——试样的质量的数值,单位为克(g);
 w_1 ——试样中戊唑醇的质量分数,%;
 r_4 ——试样溶液中,戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;
 m_5 ——戊唑醇标样的质量的数值,单位为克(g);
 w ——标样中戊唑醇的质量分数,%;
 r_3 ——标样溶液中,戊唑醇与内标物峰面积比的平均值。

用高效液相色谱法测定的悬浮率按公式(6)计算:

$$w_2 = \frac{m_8 \times w_1 - A_4 \times m_7 \times w \times n \div A_3}{m_8 \times w_1} \times 111.1 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_2 ——悬浮率,%;
 m_8 ——试样的质量的数值,单位为克(g);
 w_1 ——试样中戊唑醇的质量分数,%;
 A_4 ——试样溶液中,戊唑醇峰面积的平均值;
 m_7 ——戊唑醇标样的质量的数值,单位为克(g);
 w ——标样中戊唑醇的质量分数,%;

A_3 ——标样溶液中,戊唑醇峰面积的平均值;

n ——试样的稀释倍数, $n=2$ 。

5.8 倾倒性

按 GB/T 31737 的规定进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定进行。

5.10 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定进行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定进行。

5.12 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 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

每批产品均应进行出厂检验,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、戊唑醇质量分数、戊唑醇质量浓度、pH 值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和持久起泡性。

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,则判定该批次产品不合格。

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 8.2 的储运条件下,戊唑醇悬浮剂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、标签和包装

戊唑醇悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

戊唑醇悬浮剂应采用清洁、干燥的聚酯瓶包装,外用瓦楞纸箱或塑料箱包装。

戊唑醇悬浮剂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 3796 的规定。

8.2 储运

戊唑醇悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时,应严防潮湿和日晒,不应与食物、种子和饲料混放,应避免与皮肤、眼睛接触,并防止由口鼻吸入。

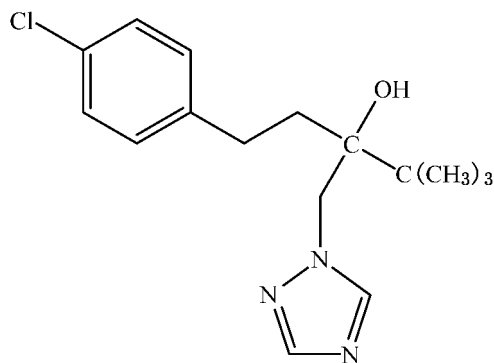
附录 A

(资料性)

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数

戊唑醇的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO 通用名称：Tebuconazole；
- CAS 登录号：107534-96-3；
- CIPAC 数字代码：494；
- IUPAC 名称：(RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基甲基)戊-3-醇；
- CA 化学名称： α -[2-(4-氯苯基)乙基]- α -(1,1-二甲基乙基)-1*H*-1,2,4-三唑-1-乙醇；
- 结构式：



- 分子式： $C_{16}H_{22}ClN_3O$ ；
- 相对分子质量：307.8；
- 生物活性：杀菌；
- 熔点：105 ℃；
- 蒸气压(20 ℃)：0.001 7 mPa；
- 正辛醇-水分配系数($\log K_{ow}$)：3.7；
- 溶解度(20 ℃～25 ℃)：水中 0.036 g/L(pH 5～9)，二氯甲烷中大于 200 g/L，正己烷中小于 0.1 g/L，异丙醇中 50 g/L～100 g/L，甲苯中 50 g/L～100 g/L；
- 稳定性：热加速储存稳定，在纯水无菌状态下对水解和光解稳定；水解 DT_{50} 大于 1 年(pH 4～9, 22 ℃)。

