

ICS 65.100
G 25
备案号:15021—2005



中华人民共和国化工行业标准

HG 3766—2004

炔螨特乳油

Propargite emulsifiable concentrates

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制的,其余是推荐的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准由沈阳化工研究院负责起草,大连瑞泽农药有限公司参加起草。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军、王天斌。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

炔螨特乳油

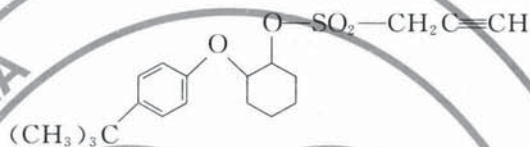
该产品有效成分炔螨特的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Propargite

CIPAC 数字代号: 216

化学名称: 2-(4-特丁基苯氧基)环己基丙炔-2-基亚硫酸酯

结构式:



实验式: $C_{19}H_{26}O_4S$

相对分子质量: 350.5 (按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀螨

闪点: 28℃

蒸气压(25℃): 0.006 mPa

相对密度(d_{4}^{20}): 1.085~1.115

溶解度(25℃): 水中 1.93 mg/L; 丙酮、己烷、甲醇中 >200 g/L。

稳定性: 在强酸强碱条件下分解, 土壤中 DT_{50} 为 40 d。

1 范围

本标准规定了炔螨特乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由炔螨特原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的炔螨特乳油。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

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 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观: 本品应由符合标准的炔螨特原药制成, 应是稳定的均相液体, 无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 炔螨特乳油应符合表 1 要求。

表 1 炔螨特乳油控制项目指标

项 目	指 标
炔螨特质量分数/% $\geq$	标示值 ^c
水分/% $\leq$	0.4
pH 值范围	5.0~8.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^b	合格
^{a、b} 低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每 3 个月检验一次。 ^c 标示值应不低于标签标明值,并保留 1 位小数,最小标明值应不低于 25%。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂的采样”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 200 mL。

4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与炔螨特质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中炔螨特色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 炔螨特质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇-水为流动相,使用以 Hypersil ODS、5 μm 为填料的色谱柱和可变波长紫外检测器,对试样中的炔螨特进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水。

炔螨特标样:已知质量分数, $\geq 95.0\%$ 。

流动相: Ψ (甲醇:水)=85:15,混合均匀后,超声脱气 10 min。

4.3.1.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器和定量进样阀。

色谱数据处理机。

色谱柱:4.6 mm(i. d.) $\times$ 200 mm 不锈钢柱,内装 Hypersil ODS、5 μm 填充物(或具有相同柱效的其他反相色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器:250 μL 。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相流速:1.0 mL/min。

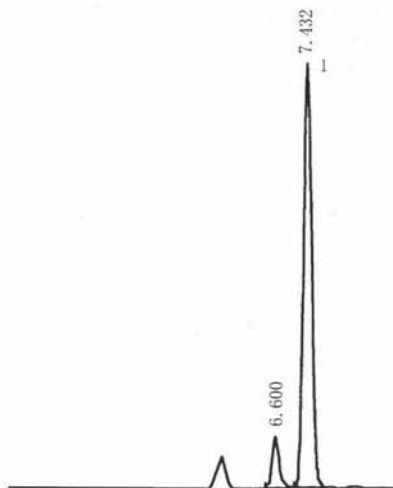
柱温:室温(温度变化应不大于 2℃)。

检测波长:275 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:炔螨特 7.3 min。

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。典型的炔螨特乳油试样高效液相色谱图见图 1。



1—炔螨特。

图 1 炔螨特乳油高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

(1) 标样溶液的配制

称取炔螨特标样 0.06 g(精确至 0.000 02 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,摇匀。

(2) 试样溶液的配制

称取含炔螨特 0.06 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,摇匀。

(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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针炔螨特的相对响应值变化小于 1.2%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。

4.3.1.6 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炔螨特的峰面积分别进行平均。试样中炔螨特的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w_p}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中炔螨特峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中炔螨特峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w_p ——炔螨特标样的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.1.7 允许差

两次平行测定结果之差,对于 $\leq 40\%$ 的炔螨特乳油,应不大于 0.8%,对于 $> 40\%$ 的炔螨特乳油,应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 3%OV-210/Chromosorb WAW DMCS ($180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$)为填充物的玻璃柱或不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的炔螨特进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

炔螨特标样:已知质量分数, $\geq 95.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应没有干扰分析的杂质。

固定液:OV-210。

载体:Chromosorb WAW DMCS($180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$)。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二戊酯 1.0 g,置于 100 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解,并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱: $1.0\ \text{m}\times 3.2\ \text{mm}$ (i. d.)玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物:OV-210 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS($180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$)上,固定液:(固定液+载体)=3:100。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 180,气化室 250,检测器室 250。

气体流量(mL/min):载气(N_2)40,氢气 40,空气 400。

进样量(μL):0.6。

保留时间(min):内标物 8.5,炔螨特 15.1。

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,以期获得最佳效果。典型的炔螨特乳油气相色谱图见图 2。

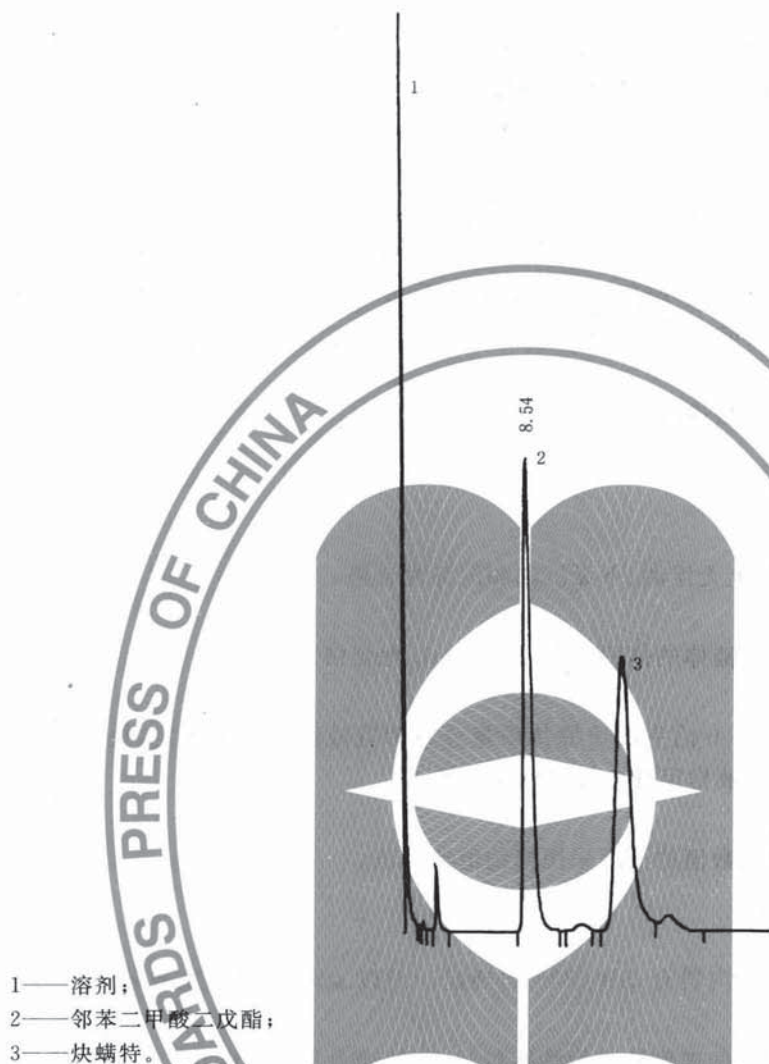


图2 炔螨特乳油气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

(1) 标样溶液的配制

称取炔螨特标样 0.05 g (精确至 0.000 02 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

(2) 试样溶液的配制

称取含炔螨特约 0.05 g 的试样 (精确至 0.000 02 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用与 4.3.2.5(1) 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

(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, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针炔螨特的相对响应值变化小于 1.2% 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。

4.3.2.6 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炔螨特与内标物峰面积之比, 分别进行平均。试样中的炔螨特质量分数 w_2 (%), 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{r_2 m_1 w_1}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,炔螨特与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,炔螨特与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

ω_p ——标样中,炔螨特的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,对于 $\leq 40\%$ 的炔螨特乳油,应不大于0.8%,对于 $> 40\%$ 的炔螨特乳油,应不大于1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。试验结果,上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行,析出固体或液体的体积不大于0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行,于热贮后24 h 内完成炔螨特质量分数和乳液稳定性的测定,炔螨特质量分数应不低于贮前测定含量的95%。乳液稳定性应符合标准要求。

4.9 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 炔螨特乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。对以 g/L 表示有效成分含量的产品,其产品标签应注明其质量分数。

5.2 炔螨特乳油应用带有瓶塞及瓶盖的玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为500 mL、1 000 mL 等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 4838 的规定。

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

5.6 安全:炔螨特属低毒有机硫杀螨剂。使用本品应戴防护手套。喷雾时要顺风方向进行,防止口鼻吸入,皮肤或身体裸露部位接触本品后,应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,炔螨特乳油的保证期,从生产日期算起为两年。在保证期内,炔螨特乳油中各项指标均应符合标准要求。