

ICS 65.100
G 25
备案号:10934—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3286—2002
代替 HG 3286—1981

异稻瘟净乳油

Iprobenfos Emulsifiable Concentrates

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准代替强制性化工行业标准 HG 3286—1981《异稻瘟净乳油》。

本标准与 HG 3286—1981 的主要差异为:

——增加了前言。

——酸度分析方法中使用的氢氧化钠标准溶液的浓度由原来 0.1 N 改为 0.02 mol/L。

——水分由原来的小于等于 0.5% 改为小于等于 0.4%。

——乳液稳定性稀释倍数由原来的 500 倍改为 200 倍。

——增加了低温稳定性指标。

——增加了热贮稳定性指标。

——增加了保证期,异稻瘟净乳油的保证期从生产之日起为二年,在保证期内,40%和 50%异稻瘟净乳油中异稻瘟净质量分数应不低于 39.0%和 48.5%,其他指标均符合标准要求。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:上海农药厂、浙江嘉化实业股份有限公司

本标准主要起草人:高晓晖、管艳坤、邓长华、傅凤菊。

本标准于 1981 年首次发布。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

异稻瘟净乳油

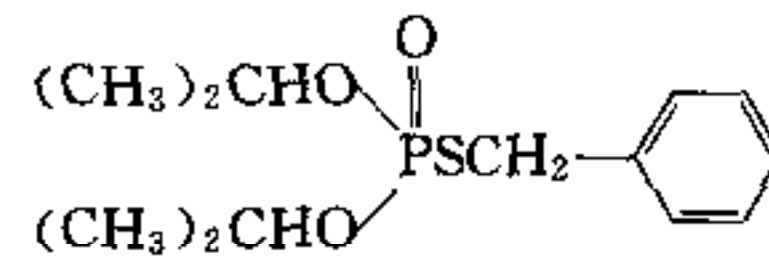
该产品有效成分异稻瘟净的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Iprobenfos

CIPAC 数字代号：393

化学名称：O,O-二异丙基-S-苄基硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $C_{13}H_{21}O_3PS$

相对分子质量：288.3(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

沸点：126℃/5.332 Pa

蒸气压(20℃)：0.247 mPa

相对密度(20℃)：1.103

溶解度(20℃)：水中 430 mg/L；可溶于丙酮、醇类、苯、己烷、丙酮和其他有机溶剂

稳定性：遇碱分解， DT_{50} (在水中，pH4~9)为 7230 h~7793 h

1 范围

本标准规定了异稻瘟净乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的异稻瘟净原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的异稻瘟净乳油。

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 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

3 要求

3.1 外观：应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 异稻瘟净乳油控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 异稻瘟净乳油控制项目指标

项 目		指 标	
		50%乳油	40%乳油
异稻瘟净质量分数, %	≥	50.0	40.0
水分, %	≤	0.4	
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计), %	≤	0.5	
乳液稳定性(稀释 200 倍)		合格	
低温稳定性 ^a		合格	
热贮稳定性 ^a		合格	

^a 低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每三个月检验一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中“液体制剂采样”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

4.2.1 气相色谱法:本鉴别试验可与异稻瘟净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异稻瘟净色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 红外光谱法:将异稻瘟净用薄层色谱法从干扰成分中分离出来[硅胶,展开剂,己烷/丙酮(75+25), $R_f=0.04\sim 0.05$],试样中分离的有效成分与标样在 $4\ 000\text{ cm}^{-1}\sim 800\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。异稻瘟净标样的红外标准谱图见图 1。

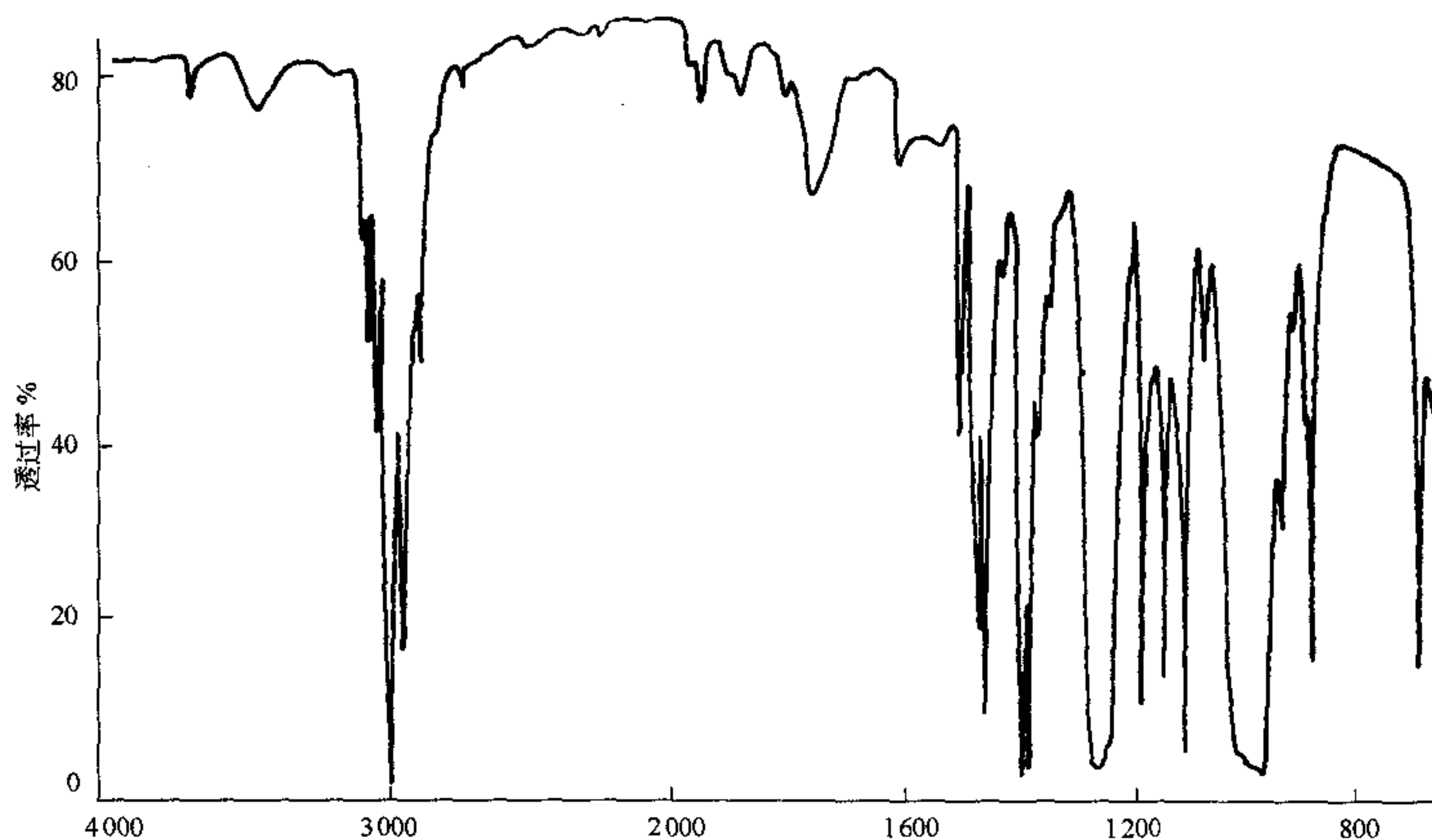


图 1 异稻瘟净标样的红外光谱图

4.3 异稻瘟净质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二烯丙酯为内标物,使用 5% SE-30/Chromosorb W AW DMCS(180 μ m~250 μ m)为填充物的玻璃柱或不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的异稻瘟净进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

丙酮。

异稻瘟净标样:已知质量分数大于等于 99.0%。

内标物:邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二烯丙酯,应没有干扰分析的杂质。

固定液:SE-30。

载体:Chromosorb W AW DMCS(180 μ m~250 μ m)。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二烯丙酯 2.0 g,置于 100 mL 容量瓶中,加适量丙酮溶解,并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 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 m \times 3.2 mm(id)玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物:SE-30 涂渍在 Chromosorb W AW DMCS(180 μ m~250 μ m)上,固定液:(固定液+载体)=5:100。

4.3.4 色谱柱的制备

4.3.4.1 固定液的涂渍

准确称取 0.5 g SE-30 固定液于 250 mL 烧杯中,加入适量(略大于载体体积)三氯甲烷使其完全溶解,倒入 9.5 g 载体,轻轻振动,使之混合均匀并使溶剂挥发近干,再将烧杯放入 120 $^{\circ}$ C 的烘箱中干燥 1 h,取出放在干燥器中冷却至室温。

4.3.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口,分次把制备好的填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直至填到离柱出口 1.5 cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡皮管连接到真空泵上,开启真空泵,继续缓缓加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充的均匀紧密。填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以保持柱填充物不被移动。

4.3.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连,出口端暂不接检测器,以 15 mL/min 的流量通入载气(N_2),分阶段升温至 260 $^{\circ}$ C,并在此温度下老化 48 h。

4.3.5 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱温 155

 气化室 200

 检测器室 200

气体流量(mL/min):载气(N_2)30

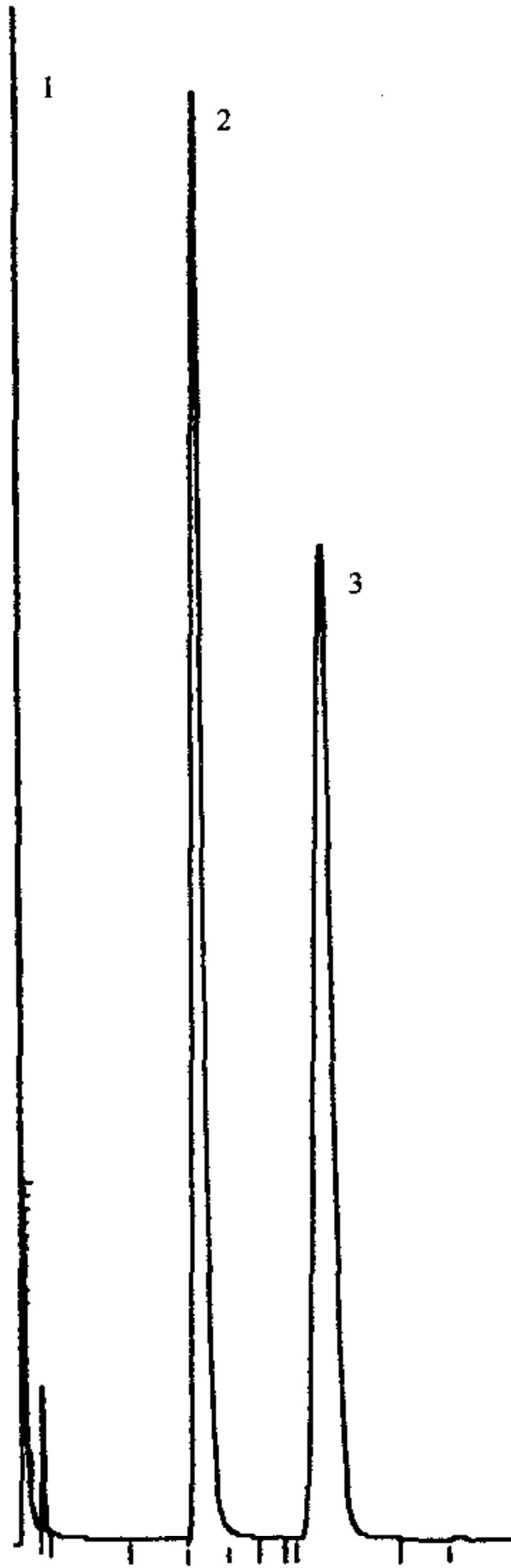
 氢气 40

 空气 400

进样量(μ L):0.4

保留时间(min):异稻瘟净 5.7,内标物 9.5

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。典型的异稻瘟净乳油气相色谱图见图 2。



1—溶剂；2—异稻瘟净；3—邻苯二甲酸二丁酯

图2 异稻瘟净乳油气相色谱图

4.3.6 测定步骤

4.3.6.1 标样溶液的配制

称取异稻瘟净标样 0.1 g(精确至 0.000 2 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。

4.3.6.2 试样溶液的配制

称取含异稻瘟净约 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用与 4.3.6.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.3 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,待相邻两针异稻瘟净的相对响应值变化小于 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。

4.3.7 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异稻瘟净与内标物峰面积之比,分别进行平均。

试样中的异稻瘟净质量分数 w_1 (%), 按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中, 异稻瘟净与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中, 异稻瘟净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);

P ——标样中, 异稻瘟净的质量分数, 以%表示。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差, 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“卡尔·费休”法进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

乙醇: 体积分数是 50% 水溶液。

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$; 按 GB/T 601 配制。

甲基红指示液: 2 g/L 乙醇溶液。

4.5.2 测定步骤

称取试样 1 g (精确至 0.002 g), 置于一个 250 mL 锥形瓶中, 加入乙醇溶液 30 mL, 摇动使试样溶解。加入 3 滴指示液, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。同时做空白测定。

以硫酸(H_2SO_4)的质量分数表示的试样的酸度 w_2 (%), 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液, 消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白, 消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样质量, 单位为克(g);

0.049——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量。

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

4.7.1 方法提要

试样在 0℃ 保持 1 h, 记录有无固体和油状物析出, 继续在 0℃ 下贮存 7 d, 离心将固体析出物沉降, 记录其体积。

4.7.2 仪器

制冷器: 保持 0℃ ± 2℃。

离心管: 100 mL, 管底刻度精确至 0.05 mL。

离心机: 与离心管配套。

4.7.3 试验步骤

取 100 mL±1.0 mL 的样品加入离心管中,在制冷器中冷却至 0℃±2℃,让离心管及其内容物在 0℃±2℃下保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌一次,每次 15 s,检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器,在 0℃±2℃继续放置 7 d,之后将离心管取出,在室温(不超过 20℃)下静置 3 h,离心分离 15 min(管子顶部相对离心力为 500 g~600 g,g 为重力加速度)。记录管子底部析出物的体积(精确至 0.05 mL)。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴):54℃±2℃。

安瓿(或 54℃仍能密封的具塞瓶):50 mL。

医用注射器 50 mL。

4.8.2 测定步骤

用注射器将约 30 mL 乳油试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中,(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中至冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发),至少封 3 瓶,分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内,再将金属容器放入 54℃±2℃恒温箱(或水浴)中,放置 14 d。取出冷至室温,将安瓿外部擦净后分别称量,质量未发生变化的试样,于 24 h 内对异稻瘟净质量分数和乳液稳定性进行检验,异稻瘟净乳油贮后含量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

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 异稻瘟净乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 异稻瘟净乳油应用带有瓶塞及瓶盖的棕色玻璃瓶包装,每瓶净含量为 500 g、1 000 g 等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 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:异稻瘟净属低毒杀菌剂。使用本品应带防护手套。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,异稻瘟净乳油的保证期,从生产日期算起为二年。出厂时各项指标均应符合标准要求。在保证期内,40%和 50%异稻瘟净乳油中异稻瘟净质量分数应不低于 39.0%和 48.5%,其他指标均符合标准要求。