

ICS 65.100

G 25

备案号:15020—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3765—2004

炔螨特原药

Propargite technical

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。

炔螨特原药

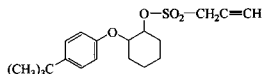
该产品有效在分炔螨特的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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°C

蒸气压(25°C): 0.006 mPa

相对密度(d_4^{25}): 1.085~1.115

溶解度(25°C): 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 DT₅₀ 为 40 d。

1 范围

本标准规定了炔螨特原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由炔螨特及其生产中产生的杂质组成的炔螨特原药。

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 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观: 浅棕色至深棕色黏稠液体, 无可见的外来杂质。

3.2 炔螨特原药应符合表 1 要求。

表1 炔螨特原药控制项目指标

项 目	指 标
炔螨特质量分数, %	≥ 90.0
水分, %	≤ 0.4
丙酮不溶物 ^a , %	≤ 0.2
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计), %	≤ 0.3

^a 正常生产时,丙酮不溶物试验每3个月至少进行一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 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 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。

4.2.2 红外光谱法

试样中分离的有效成分与标样在 4000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。炔螨特标样的红外标准谱图见图 1。

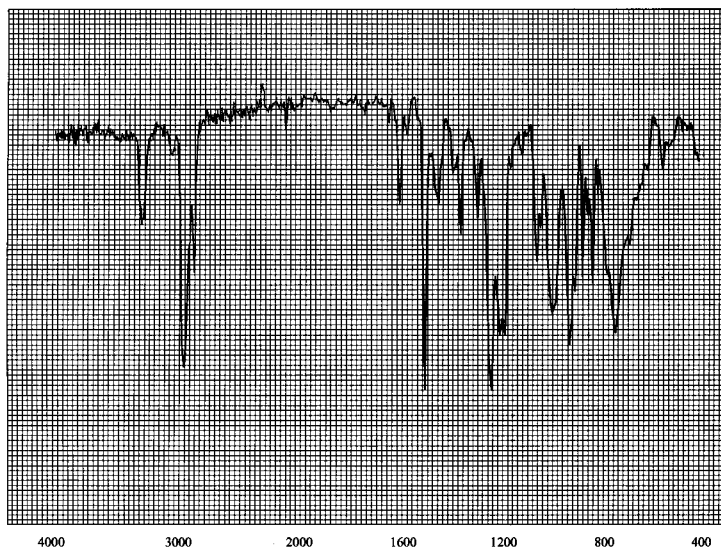


图1 炔螨特标样的红外光谱图

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: $\Psi(\text{甲醇}:\text{水})=85:15$,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(id) \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。

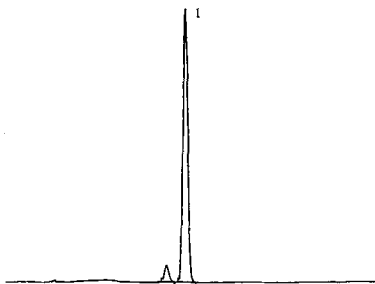
柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

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。典型的炔螨特原药试样高效液相色谱图见图 2。



1—炔螨特。

图 2 炔螨特原药高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 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。

4.3.1.5.2 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。

4.3.1.6 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。

4.3.1.7 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炔螨特的峰面积分别进行平均。试样中炔螨特的质量分数 X_1 (%),按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 m_1 p}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

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);

p ——炔螨特标样的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.1.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.2%,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 μm ~250 μm)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 μm ~250 μm)。

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 m \times 3.2 mm(id)玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物:OV-210涂渍在Chromosorb WAW DMCS(180 μm ~250 μm)上,固定液:(固定液+载体)=3:100。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

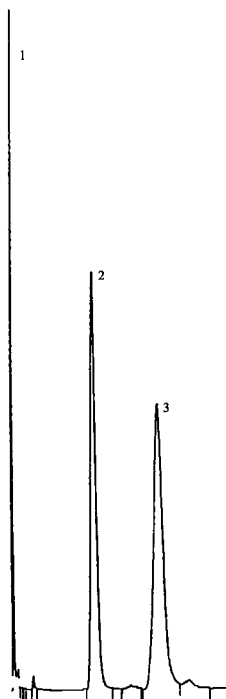
温度($^{\circ}\text{C}$):柱温180,气化室250,检测器室250。

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。典型的炔螨特原药气相色谱图见图3。



- 1—溶剂；
2—邻苯二甲酸二戊酯；
3—炔螨特。

图3 炔螨特原药气相色谱图

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 X_2 (%), 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{r_2 m_1 p}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

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);

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, 应不大于 1.2%, 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 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 酸度的测定

4.6.1 试剂和溶液

95%乙醇。

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

甲基红溶液: 2 g/L 乙醇溶液。

溴甲酚绿溶液: 2 g/L 乙醇溶液。

混合指示液: 取 10 mL 甲基红溶液和 30 mL 溴甲酚绿溶液混合均匀。

4.6.2 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 滴混合指示液, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至亮绿色即为终点。同时做空白测定。

试样的酸度 X_3 (%), 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{cM(v_1 - v_0)}{1000 m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

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);

M ——硫酸的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 49$]。

4.7 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 炔螨特原药的标志、标签和包装, 应符合 GB 3796 的规定。

5.2 炔螨特原药应用干净、内涂保护层的铁桶包装, 每桶净含量 200 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 3796 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。使用本品应带防护手套。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 验收期:炔螨特原药的验收期为一个月。从交货之日起,在一个月内完成产品质量验收,各项指标应符合标准要求。
-