

甲 基 异 柳 磷 乳 油

1 主题内容与适用范围

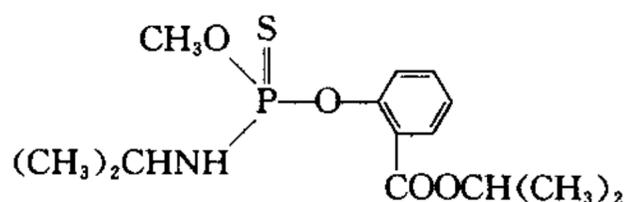
本标准规定了甲基异柳磷乳油的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于由甲基异柳磷原药与适宜的乳化剂和溶剂配制成的甲基异柳磷乳油。

有效成分：甲基异柳磷

化学名称：N-异丙基-O-甲基-O-[(2-异丙氧基羰基)苯基]硫代磷酰胺酯

结构式：



分子式： $C_{14}H_{22}O_4PSN$

相对分子质量：331.3(1987年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 1600 农药水分测定方法
- GB 1603 农药乳剂稳定性测定方法
- GB 1604 农药验收规则
- GB 1605 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB 4838 乳油农药包装

3 技术要求

3.1 外观：棕黄色油状液体。

3.2 甲基异柳磷乳油应符合下列技术要求：

		%(m/m)
项	目	指 标
有效成分含量	≥	35.0
水分	≤	0.4
酸度(按 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计)	≤	0.3
乳液稳定性		合格

中华人民共和国化学工业部 1991-11-18 批准

1992-07-01 实施

续表		%(m/m)
项	目	指 标
热稳定性 <sup>1)</sup>		合格
低温稳定性 <sup>1)</sup>		合格

注：1) 为型式检验项目，检验周期为半年。

## 4 试验方法

### 4.1 甲基异柳磷含量的测定

#### 4.1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以癸二酸二正丁酯为内标物，用氢火焰离子化检测器，在5%OV-3填充柱上进行气相色谱测定。

#### 4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 乙酸乙酯(HG 3—1226)；

4.1.2.2 甲基异柳磷标样：已知含量；

4.1.2.3 癸二酸二正丁酯：不得含有干扰该色谱分析的杂质；

4.1.2.4 固定液：OV-3；

4.1.2.5 载体：101 硅烷化白色担体(180~250 $\mu$ m)；

4.1.2.6 二甲基二氯硅烷：色谱用；

4.1.2.7 内标溶液：称取5g(精确至0.0001g)癸二酸二正丁酯于250mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，混匀；

4.1.2.8 标样溶液：称取甲基异柳磷标样约含0.2g(精确至0.0001g)于10mL容量瓶中，用移液管准确加入5mL内标溶液，以乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，混匀。

#### 4.1.3 仪器

4.1.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

4.1.3.2 色谱柱：长1m、内径3mm玻璃柱(或不锈钢柱)，内装5%OV-3/101硅烷化白色担体(180~250 $\mu$ m)填充物；

4.1.3.3 记录器：5mV(或用数据处理机)；

4.1.3.4 微量进样器：5 $\mu$ L。

#### 4.1.4 操作步骤

##### 4.1.4.1 色谱柱的制备

4.1.4.1.1 固定液的涂渍：称取0.50gOV-3固定液，于200mL烧杯中，加入约30mL三氯甲烷，用玻璃棒搅拌，使OV-3完全溶解。再加入10.0g101硅烷化白色担体，用手轻轻振荡烧杯，使担体完全浸入溶液中，将烧杯置于红外灯下加热，边加热边振荡烧杯。至溶剂挥发近干，再置于120 $^{\circ}$ C烘箱中干燥2h，取出放入干燥器中，备用。

4.1.4.1.2 玻璃柱(或不锈钢柱)及汽化室玻璃衬件硅烷化处理：用5%硅烷化试剂(DMCS)的甲苯溶液，注入空的、洁净、干燥的玻璃柱及衬件中，浸泡15min，然后放出硅烷试剂甲苯溶液。该柱及衬件依次用甲苯、甲醇及蒸馏水清洗，最后再用丙酮清洗，在110 $^{\circ}$ C烘箱中干燥2h。

4.1.4.1.3 色谱柱的填充：在硅烷化处理并烘干的玻璃柱(或不锈钢柱)入口端接一小漏斗，出口端裹以纱布，用胶管与真空泵相连。开启真空泵，从漏斗处分次加入柱填充物，同时不断轻敲色谱柱壁，使填充物均匀、紧密地填满色谱柱。取下该柱，柱两端用适量的经硅烷化处理的玻璃棉塞紧。

4.1.4.1.4 色谱柱的老化：将色谱柱的入口端与汽化室相连，出口端暂不接检测器，以大约15mL/min的载气流速，分阶段升温至260 $^{\circ}$ C，并在此温度下至少老化24h，降温后，将柱出口端与检测器相连。

## 4.1.4.2 色谱操作条件

温度:

柱室 210℃;

汽化室 270℃;

气体流速:

载气(N<sub>2</sub>) 60mL/min;

氢气 45mL/min;

空气 450mL/min;

衰减:

16×10<sup>2</sup>(数据处理机 4×10<sup>2</sup>);

纸速:

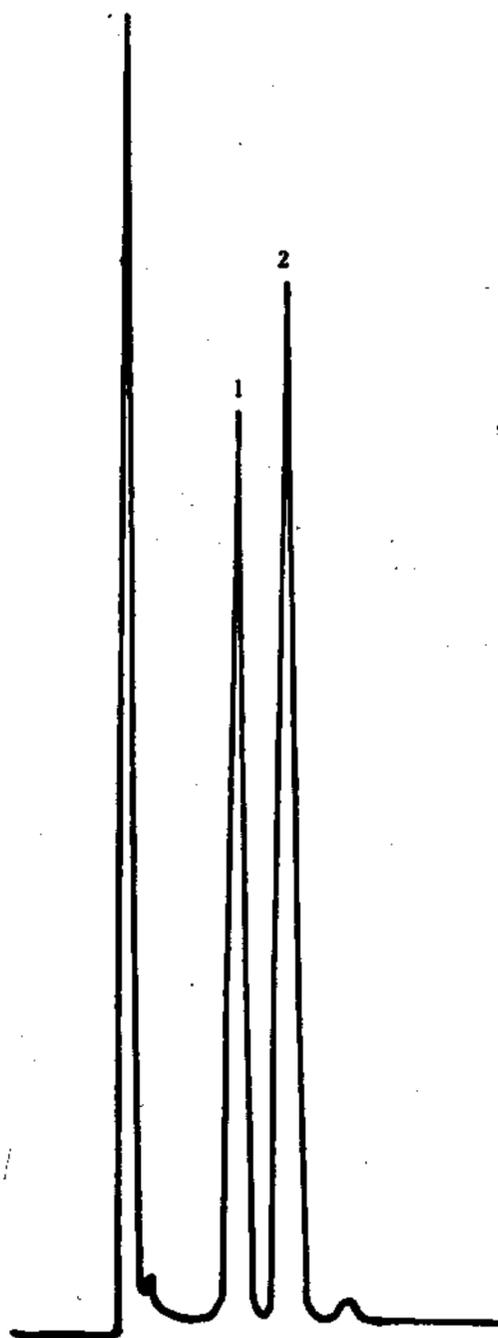
2.5mm/min(数据处理机 2mm/min);

进样量:

0.6μL;

保留时间:

甲基异柳磷约 6.9min,内标物约 9.7min。



甲基异柳磷乳油气相色谱图

1—甲基异柳磷;2—癸二酸二正丁酯

以上色谱操作条件为 GC-7A 型气相色谱仪典型条件,对不同型号的仪器可作适当调整,以获得最佳效果。

#### 4.1.4.3 试样溶液的制备

称取含甲基异柳磷约 0.2g 的乳油试样(精确至 0.0001g)于 10mL 容量瓶中,用移液管准确加入 5mL 内标溶液,以乙酸乙酯稀释至刻度,混匀。

#### 4.1.4.4 测定

待仪器稳定后重复注入 0.6 $\mu$ L 甲基异柳磷标样溶液,直至相邻两针响应值之比(甲基异柳磷峰面积/内标物峰面积的比值)基本稳定(其变化在 2%以内)后,按下列顺序进样分析:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

#### 4.1.4.5 计算:

将求得的 a、d 和 b、c 响应值之比平均,试样中甲基异柳磷质量百分含量  $X_1$  按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\bar{r}_2 \cdot m_1 \cdot w}{\bar{r}_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $\bar{r}_1$ ——标样溶液中甲基异柳磷与内标物响应值之比的平均值;

$\bar{r}_2$ ——试样溶液中甲基异柳磷与内标物响应值之比的平均值;

$m_1$ ——甲基异柳磷标样的称样量, g;

$m_2$ ——甲基异柳磷试样的称样量, g;

$w$ ——甲基异柳磷标样的质量百分含量。

#### 4.1.5 允许差

二次测定结果相差不应大于 1.0%。

#### 4.2 水分的测定

按 GB 1600 农药水分测定方法中卡尔·费休法进行测定。

#### 4.3 酸度测定

##### 4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 无水乙醇(GB 678);

4.3.1.2 氢氧化钠(GB 629)标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.02\text{mol/L}$ ;

4.3.1.3 0.1%溴酚蓝指示液:称取 0.100g 溴酚蓝,溶于乙醇,并用乙醇稀释至 100mL。

##### 4.3.2 操作步骤

称取 2~3g 试样(精确至 0.001g)置于 150mL 锥形瓶中,加入无水乙醇 20mL,溴酚蓝指示液 3 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色即为终点。同时作空白测定。

##### 4.3.3 计算

以质量百分数表示的甲基异柳磷乳油的酸度  $X_2$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——滴定试样时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——滴定空白时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

$m$ ——试样的质量,g;

0.049——与1.00mL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。

#### 4.4 乳液稳定性的测定

按GB 1603农药乳剂稳定性测定方法进行,稀释倍数为500倍。恒温水浴温度控制在 $30\pm 1^\circ\text{C}$ 。

#### 4.5 热贮稳定性试验

##### 4.5.1 仪器

4.5.1.1 烘箱或水浴:温度控制精度为 $54\pm 2^\circ\text{C}$ ;

4.5.1.2 安瓿:容量约50mL,长颈。

##### 4.5.2 测定

将约30mL试样注入干净的安瓿中,用煤气灯封口,置于 $54\pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱或水浴中,贮存14天。热贮后的试样,较热贮前有效成分相对分解率不大于5%。

#### 4.6 低温稳定性试验

##### 4.6.1 仪器

冰水浴或冰箱:控制温度为 $0\pm 1^\circ\text{C}$ 。

##### 4.6.2 操作步骤

取约50mL试样于100mL烧杯中,放入冰箱或冰水浴中,保持温度在 $0\pm 1^\circ\text{C}$ ,放置1h。放置期间约15min搅拌一次,每次搅拌0.5min。然后观察杯内是否有固体或油状物析出。若没有,即为合格。

### 5 检验规则

5.1 按GB 1604农药验收规则进行。在保证期二年内,甲基异柳磷质量百分含量不得低于标明含量的95%。

5.2 按GB 1605商品农药采样方法进行。

5.3 本产品的性能与原化学法分析的40%甲基异柳磷乳油相当。

### 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 甲基异柳磷乳油包装、标志按GB 3796和GB 4838中有关规定进行。

6.2 甲基异柳磷乳油在运输、贮存时,必须保持干燥、通风、严防潮湿及日晒,且不得与食物、种子、饲料等混放。

#### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院、青岛第二农药厂负责起草。

本标准主要起草人陈建立、徐振环、孙思萍、张启忠。