

前 言

本标准所确定的产品质量控制项目,参考了联合国粮农组织(FAO)农药乳油规格编写指南。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草,湖北沙隆达股份有限公司、浙江仙居农药厂参加起草。

本标准主要起草人:姜敏怡、李秀杰、胡晓明。

中华人民共和国化工行业标准

三唑磷乳油

HG 2847—1997

Triazophos emulsifiable concentrates

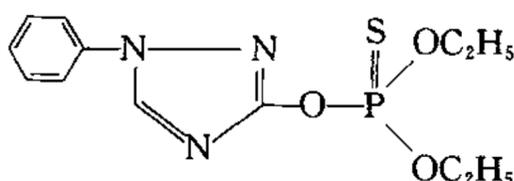
该产品有效成分三唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Triazophos

CIPAC 数字代号：353

化学名称：O,O-二乙基-O-1-苯基-1,2,4-三唑-3-基硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $C_{12}H_{16}N_3O_3PS$

相对分子质量：313.3(按1993年国际相对原子质量计)；

生物活性：具有杀虫、杀螨的性能；

熔点：2~5℃；

蒸气压(20℃)： 1×10^{-4} Pa；

溶解度：可溶于大多数有机溶剂；

稳定性：在碱性条件下不稳定，在微酸性介质中较稳定，易水解。样品和标样应在5℃(最好是在-18℃)以下保存。

1 范围

本标准规定了三唑磷乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用由符合标准的三唑磷原药(或苯油)与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的三唑磷乳油。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方都应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600—79(89) 农药水分测定方法

GB/T 1603—79(89) 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—79(89) 商品农药采样方法

GB 3796—83 农药包装通则

GB/T 4838—84 乳油农药包装

HG/T 2467.2—1996 农药乳油产品标准编写规范

中华人民共和国化学工业部 1997-03-11 批准

1998-01-01 实施

3 要求

3.1 外观:应是稳定的均相液体。

3.2 三唑磷乳油应符合表 1 要求。

表 1 三唑磷乳油控制项目指标

项 目	指 标
三唑磷含量, %	≥ 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	合格
热贮稳定性	合格

注: 低温、热贮稳定性试验, 至少每三个月做一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中乳液和液体状态的采样方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件, 最终抽样量一般应不少于 250 mL。

4.2 鉴别试验

气相色谱法: 本鉴别试验可与三唑磷含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液主峰的保留时间与标样溶液三唑磷色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

薄层色谱法: 试样溶液经展开得到的主斑点与同时展开的标样溶液的斑点其 R_f 值应一致。展开条件: 流动相, 苯+丙酮=9+1(V/V); 固定相, 硅胶 HF₂₅₄。

4.3 三唑磷含量的测定

4.3.1 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 3%OV-101/Chromosorb WAW DMCS (150~180 μm) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的三唑磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

丙酮;

三唑磷标样: 已知含量;

内标物: 邻苯二甲酸二环己酯, 应没有干扰分析的杂质;

固定液: OV-101;

载体: Chromosorb WAW DMCS(150~180 μm);

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二环己酯 2.43 g, 置于 250 mL 容量瓶中, 加丙酮溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪: 具有 FID 检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 1.5 m×3.2 mm(id)玻璃柱;

柱填充物:OV-101 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS(150~180 μm)上,固定液:(固定液+载体)
=3:100(m/m);

4.3.4 色谱柱的制备

a) 固定液的涂渍

准确称取 0.10 g OV-101 固定液于 250 mL 烧杯中,加入适量(略大于 3.2 g 载体体积)三氯甲烷使其完全溶解,倒入 3.2 g 载体,轻轻振荡,使之混合均匀并使溶剂挥发近干,再将烧杯放入 120℃ 的烘箱中干燥 1 h,取出放在干燥器中冷却至室温。

b) 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,通过橡胶管接到真空泵上,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。

c) 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 280℃,并在此温度下老化 36 h。

d) 色谱柱的钝化

待色谱柱老化完毕,将柱温降至约 140℃,向气化室内注入 5% 二甲基二氯硅烷甲苯溶液,每次 20 μL ,间隔 30 min,共进 8 次,最后一次,至少要停留 2 h。钝化完毕,将柱出口端与检测器相连。

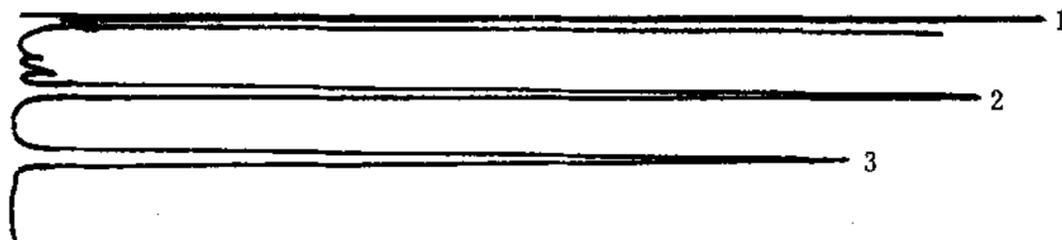
4.3.5 气相色谱操作条件

温度(℃):柱温 220,气化室 250,检测器室 250;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30,氢气 30,空气 300;

保留时间(min):三唑磷 7.5,内标物 13.5。

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(见图 1)。



1—溶剂; 2—三唑磷; 3—内标物

图 1 三唑磷乳油的气相色谱图

4.3.6 测定步骤

a) 标样溶液的配制

称取三唑磷标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

b) 试样溶液的配制

称取含三唑磷约 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于具塞玻璃瓶中,用与 a) 中同一支移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

c) 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,待相邻两针的相对响应值变化小于 2.0% 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三唑磷与内标物峰面积之比,分别进行平均。以质量百分数表示的三唑磷含量 X_1 ,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot P}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中: r_1 ——标样溶液中,三唑磷与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中,三唑磷与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——三唑磷标样的质量,g;
 m_2 ——试样的质量,g;
 P ——标样中三唑磷的质量百分数。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于0.6%。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·费休法测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

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

指示液:一体积 2 g/L 甲基红乙醇溶液与五体积 2 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液相混合。

4.5.2 测定步骤

称取 1 g 试样,(精确至 0.000 2 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 95%乙醇,振摇使试样溶解,滴加 3~4 滴指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由橙黄色变为绿色为终点。同时作空白测定。

以质量百分数表示的试样的酸度 X_2 (以 H_2SO_4 计),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 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, mL;
 V_0 ——滴定空白溶液,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 1.00 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 中的方法进行。上无浮油下无沉油或沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

取试样 50 mL 于 100 mL 烧杯中,用适当方法冷却至 $0^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$,并在此温度下,保持 1 h。其间,不时地用玻璃棒缓缓搅拌。无固体物或油状物析出为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴): $54^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;

安瓿(或 54°C 仍能密封的具塞玻璃瓶): 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致冷,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 $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温箱(或水浴)中,放置 14 d。取出冷至室温将安瓿外面拭净后分别称量,质量未发生变化的试样,于 24 h 内,对三唑磷含量和乳液稳定性进行检验。热贮后,20%三唑磷乳油中的有效成分含量允许降至热贮前测得平均含量的 95%,乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 有关规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 三唑磷乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 和 GB 4838 中的有关规定,并还应有商标和生产许可证号。

5.2 三唑磷乳油应用带有瓶塞及瓶盖的棕色玻璃瓶包装,每瓶净重为 500 mL,外用防震网套、泡沫塑料、草套或瓦楞纸作衬垫,紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中,以防撞击破损,每箱不多于 20 瓶。

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 中的有关规定。

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:三唑磷乳油是中等毒性的有机磷杀虫、杀螨剂,吞噬或吸入均有毒,还可通过皮肤渗入。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。如发生中毒现象,可用阿托品和解磷毒急救。必要时应请医生诊治。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,三唑磷乳油的保证期,从生产日期算起,为 2 年。在保证期内,三唑磷有效成分含量应不低于 19.0%。