

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 56354—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3626—2016
代替 HG 3626—1999

丙溴磷乳油

Profenofos emulsifiable concentrates

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG 3626—1999《丙溴磷乳油》。与 HG 3626—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了 20 %、500 g/L 和 720 g/L 3 个规格；

——增加了 2-氯-4-溴苯酚质量分数控制指标。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：江苏宝灵化工股份有限公司、山东科源化工有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司。

本标准主要起草人：张雪冰、黎娜、金明华、张明宇、毛堂富。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG 3626—1999。

丙溴磷乳油

1 范围

本标准规定了丙溴磷乳油的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由丙溴磷原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的丙溴磷乳油。

注：丙溴磷、2-氯-4-溴苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

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/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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丙溴磷原药制成，为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 技术指标

丙溴磷乳油还应符合表 1 的要求。

表 1 丙溴磷乳油控制项目指标

项 目	指 标			
	20 %	40 %	500 g/L	720 g/L
丙溴磷质量分数 ^a / % 或丙溴磷质量浓度(20 ℃)/(g/L)	20.0 ^{+1.8} _{-1.2} —	40.0 ^{+3.0} _{-2.0} —	45.0 ^{+3.3} _{-2.2} 500 ⁺³⁸ ₋₂₅	59.0 ^{+3.8} _{-2.5} 720 ⁺³⁸ ₋₂₅
2-氯-4-溴苯酚质量分数 ^b / % ≤	0.4	0.8	1.0	1.2
pH 值范围	3.0~7.0			
水分/ % ≤	0.4			
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格			
低温稳定性 ^b	合格			
热贮稳定性 ^b	合格			
^a 当质量发生争议时,以质量分数测定结果为仲裁。				
^b 正常生产时,2-氯-4-溴苯酚质量分数、低温稳定性和热贮稳定性每 3 个月至少测定一次。				

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 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。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与丙溴磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中丙溴磷的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 丙溴磷质量分数（质量浓度）的测定

4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以磷酸三苯酯为内标物，使用 DB-1701 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的丙溴磷进行气相色谱分离，以内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

丙酮；
丙溴磷标样：已知质量分数， $w \geq 95.0\%$ ；

内标物：磷酸三苯酯，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 2.5 g 磷酸三苯酯，置于 500 mL 容量瓶中，加丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，键合 DB-1701，膜厚 0.25 μm (或具有同等效果的色谱柱)；

微量进样器：10 μL。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度：色谱柱 230 ℃，汽化室 250 ℃，检测器室 300 ℃；

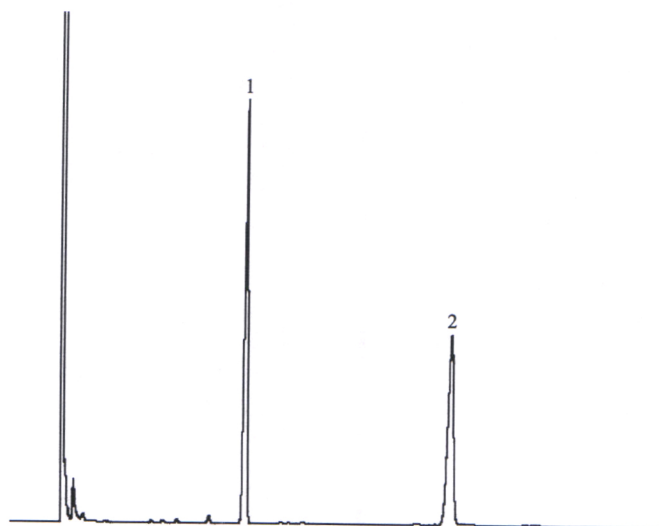
气体流量：载气 (N₂) 2.0 mL/min，分流比 30 : 1，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min，补偿气 (N₂) 25 mL/min；

进样量：1.0 μL；

保留时间：丙溴磷约 5.5 min，内标物约 10.3 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的丙溴磷乳油与内标物气相色谱图见图 1。



说明：

1——丙溴磷；

2——内标物。

图 1 丙溴磷乳油与内标物气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 丙溴磷标样，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 丙溴磷的试样（精确至 0.000 1 g），置于一具塞玻璃瓶中，用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针丙溴磷与内标物峰面积相对变化小于 1.2 % 后，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。

4.4.5.4 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丙溴磷与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中丙溴磷质量分数按公式（1）计算，丙溴磷质量浓度按公式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{r_2 m_1 w \rho \times 10}{r_1 m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——试样中丙溴磷质量分数，以 % 表示；

w ——标样中丙溴磷质量分数，以 % 表示；

r_2 ——试样溶液中丙溴磷与内标物峰面积比的平均值；

r_1 ——标样溶液中丙溴磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——试样中丙溴磷质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 4472 进行测定）。

4.4.6 允许差

丙溴磷质量分数（质量浓度）两次平行测定结果之差应不大于 0.5 %（5 g/L），取其算术平均值作为测定结果。

4.5 2-氯-4-溴苯酚质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 236 nm 下对试样中的 2-氯-4-溴苯酚进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。本方法中 2-氯-4-溴苯酚的最低定量限为 12 mg/kg。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水；

冰乙酸；

2-氯-4-溴苯酚标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C₁₈ 填充物（或具有同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

定量进样管：10 μ L；

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：水：冰乙酸)=75：25：0.3，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C）；

检测波长：236 nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间：2-氯-4-溴苯酚约 5.5 min，丙溴磷约 15.7 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

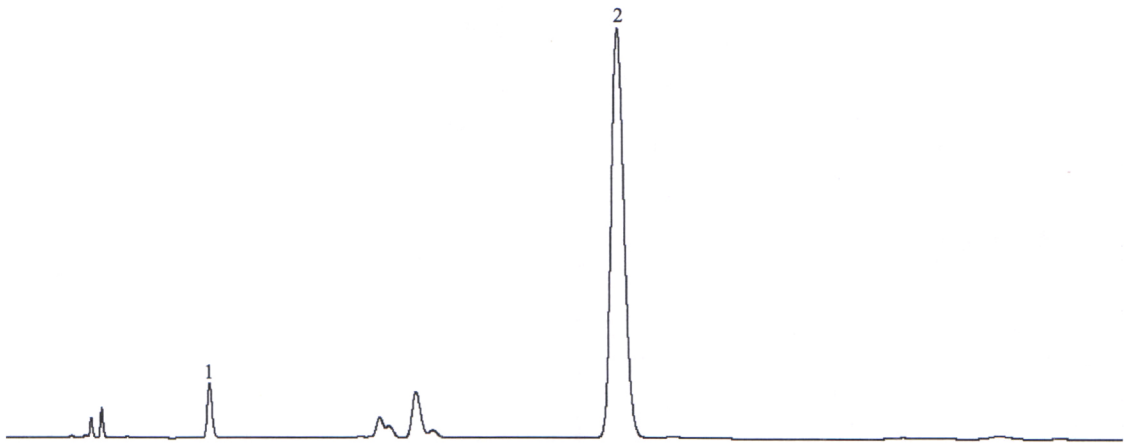
典型的 2-氯-4-溴苯酚标样的高效液相色谱图见图 2；典型的丙溴磷乳油中 2-氯-4-溴苯酚测定高效液相色谱图见图 3。



说明：

1——2-氯-4-溴苯酚。

图 2 2-氯-4-溴苯酚标样高效液相色谱图



说明：

1——2-氯-4-溴苯酚；

2——丙溴磷。

图 3 丙溴磷乳油中 2-氯-4-溴苯酚测定高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 2-氯-4-溴苯酚标样于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 冰乙酸, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.2 g 丙溴磷的试样 (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 冰乙酸, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针 2-氯-4-溴苯酚峰面积相对变化小于 5.0 % 后, 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。

4.5.5.4 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 2-氯-4-溴苯酚峰面积分别进行平均。试样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数按公式 (3) 计算:

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 n} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- w_2 ——试样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数, 以 % 表示;
- w ——标样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数, 以 % 表示;
- A_2 ——试样溶液中 2-氯-4-溴苯酚峰面积的平均值;
- A_1 ——标样溶液中 2-氯-4-溴苯酚峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);
- n ——稀释因子 ($n=50$)。

4.5.6 允许差

2-氯-4-溴苯酚质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600 中 “卡尔·费休法” 进行。

4.8 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍, 按 GB/T 1603 进行试验。量筒中无浮油 (膏)、沉油和沉淀析出为合格。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。无固体析出为合格。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，丙溴磷质量分数不低于热贮前测得质量分数的 95 %，pH 值和乳液稳定性仍应符合本标准要求。

4.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签和包装

丙溴磷乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

丙溴磷乳油的包装应用清洁、干燥的带外盖的塑料瓶包装，每瓶净含量 80 g、100 g、200 g 等，外包装有钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量应不超过 15 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 4838 的规定。

5.2 贮运

丙溴磷乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。

5.3 安全

丙溴磷属中等毒性的有机磷杀虫、杀螨剂，吞噬或吸入均有毒。使用本品时应戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。喷雾时要顺风方向进行，防止由口、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，应及时送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，丙溴磷乳油的保证期从生产日期起为 2 年。

附录 A
(资料性附录)

丙溴磷、2-氯-4-溴苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

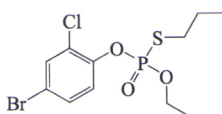
A.1 本产品有效成分丙溴磷的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Profenofos

CAS 登录号: 41198-08-7

化学名称: O-乙基-O-(2-氯-4-溴苯基)-S-丙基硫代磷酸酯

结构式:



实验式: $C_{11}H_{15}BrClO_3PS$

相对分子质量: 373.6

生物活性: 杀虫、杀螨

沸点: $100\text{ }^{\circ}\text{C}/1.80\text{ Pa}$

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): $1.24 \times 10^{-1}\text{ mPa}$

溶解度 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水中 28 mg/L , 能与大多数有机溶剂互溶

稳定性: 中性或微酸条件下相对稳定, 碱性条件下不稳定

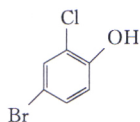
A.2 2-氯-4-溴苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: 4-Bromo-2-chlorophenol

CAS 登录号: 3964-56-5

化学名称: 2-氯-4-溴苯酚

结构式:



实验式: C_6H_4BrClO

相对分子质量: 207.45

熔点: $47\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 49\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解性: 可溶于苯、甲苯、四氯化碳等有机溶剂中