

ICS 65.100.10

G 25

备案号: 60545~60546—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3765~3766—2017

代替 HG/T 3765~3766—2004

炔螨特原药和乳油 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 3765—2017	炔螨特原药	(1)
HG/T 3766—2017	炔螨特乳油	(13)

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 60546—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3766—2017
代替 HG/T 3766—2004

炔螨特乳油

Propargite emulsifiable concentrates

2017-11-07 发布

2018-04-01 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/T 3766—2004《炔螨特乳油》。与 HG/T 3766—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 炔螨特质量分数指标由不低于标示值改为规定具体指标；
- 增加持久起泡性控制项目；
- 气相色谱法中色谱柱由填充柱改为毛细管柱。

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：浙江禾田化工有限公司、湖北仙隆化工股份有限公司、江苏剑牌生化股份有限公司、青岛瀚生生物科技股份有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、江苏瑞邦农药厂有限公司。

本标准主要起草人：李秀杰、马亚光、顾旭东、张航、汤勇、郭前坤、徐开云、胡俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 3766—2004；HG/T 3766—2004。

炔螨特乳油

1 范围

本标准规定了炔螨特乳油的要求、试验方法、验收和保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由炔螨特原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的炔螨特乳油。

注：炔螨特的其他名称、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—2001 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 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—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 外观

稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 技术指标

炔螨特乳油还应符合表 1 的要求。

表 1 炔螨特乳油控制项目指标

项 目	指 标		
	40 %	57 %	73 %
炔螨特质量分数/%	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}	57.0 ^{+2.5} _{-2.5}	73.0 ^{+2.5} _{-2.5}
水分/%	≤	0.4	
pH 值范围		5.0～8.0	
乳液稳定性（稀释 200 倍）		合格	
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL	≤	60	
低温稳定性试验 ^a		合格	
热贮稳定性试验 ^a		合格	
^a 正常生产时低温稳定性试验、热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。			

4 试验方法

4.1 警示

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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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。

4.4 鉴别试验

高效液相色谱法——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，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中炔螨特的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

气相色谱法——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，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中炔螨特的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 炔螨特质量分数的测定

4.5.1 高效液相色谱法（仲裁法）

4.5.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以甲醇+水为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 275 nm 下对试样中的炔螨特进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

4.5.1.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

炔螨特标样：已知质量分数， $w \geq 98.5\%$ 。

4.5.1.3 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 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

4.5.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：水)=85：15，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

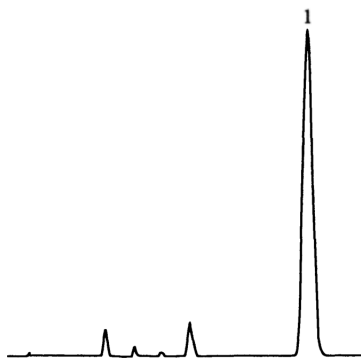
柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：275 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：炔螨特约 11.7 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。典型的炔螨特乳油的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——炔螨特。

图 1 炔螨特乳油的高效液相色谱图

4.5.1.5 测定步骤

4.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.06 g 炔螨特标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

4.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.06 g 炔螨特的乳油试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

4.5.1.6 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，直至相邻两针炔螨特峰面积相对变化小于 1.5 % 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。

4.5.1.7 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峰面积分别进行平均。试样中炔螨特质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——试样中炔螨特质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中炔螨特峰面积的平均值；

m_1 ——炔螨特标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中炔螨特质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中炔螨特峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.5.1.8 允许差

炔螨特质量分数两次平行测定结果之差，40 %、57 %、73 % 炔螨特乳油应分别不大于 0.6 %、0.8 %、1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5.2 气相色谱法

4.5.2.1 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 DB-5 毛细管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，以内标法定量。

4.5.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

炔螨特标样：已知质量分数， $w \geq 98.5\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二戊酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取 5 g 邻苯二甲酸二戊酯，置于 500 mL 容量瓶中，加三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱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-5，膜厚 0.25 μm（或具同等效果的色谱柱）。

微量进样器：10 μL 。

4.5.4 气相色谱操作条件

温度：色谱柱 210 $^{\circ}\text{C}$ ，气化室 250 $^{\circ}\text{C}$ ，检测室 280 $^{\circ}\text{C}$ ；

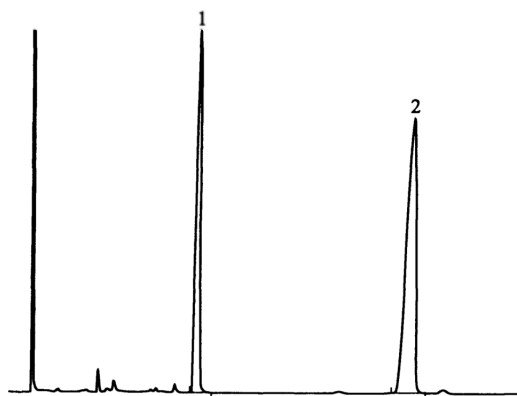
气体流量：载气 (N_2) 2.0 mL/min，氢气 40 mL/min，空气 300 mL/min；

分流比：20 : 1；

进样量：1.0 μL ；

保留时间：炔螨特约 11.6 min，内标物约 5.9 min。

上述操作条件系典型操作系数，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整，以期获得最佳效果。典型的炔螨特乳油与内标物的气相色谱图见图 2。



说明：

1——内标物；

2——炔螨特。

图 2 炔螨特乳油与内标物的气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的配制

称取 0.05 g 炔螨特标样（精确至 0.000 1 g）于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的配制

称取含 0.05 g 炔螨特的乳油试样（精确至 0.000 1 g）于一具塞玻璃瓶中，用与 4.5.5.1 相同的移液管准确加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.5.5.3 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。待相邻两针相对响应值变化小于 1.5 % 时，按照下列顺序进行气相色谱分析：标样溶液，试样溶液，试样溶液，标样溶液。

4.5.6 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的炔螨特与内标物峰面积之比分别进行平均。炔螨特质量分数按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_2 ——试样中炔螨特质量分数，以%表示；
- r_2 ——试样溶液中炔螨特与内标物峰面积之比的平均值；
- m_1 ——炔螨特标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中炔螨特质量分数，以%表示；
- r_1 ——标样溶液中炔螨特与内标物峰面积之比的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.5.7 允许差

炔螨特质量分数两次平行测定结果之差，40%、57%、73%炔螨特乳油应分别不大于0.6%、0.8%、1.0%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 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。量筒中无浮油（膏）、无沉油和沉淀析出为合格。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。析出物≤0.3 mL 为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热贮后，炔螨特质量分数应不低于热贮前的 95%，pH 值范围、乳液稳定和持久起泡性仍应符合标准要求。

5 验收和保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 保证期

在规定的贮运条件下，炔螨特乳油的保证期从生产日期算起为 2 年。保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

炔螨特乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

炔螨特乳油应用玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量为 500 mL、1 000 mL。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。

6.2 贮运

炔螨特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。

附 录 A

(资料性附录)

炔螨特的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分炔螨特的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

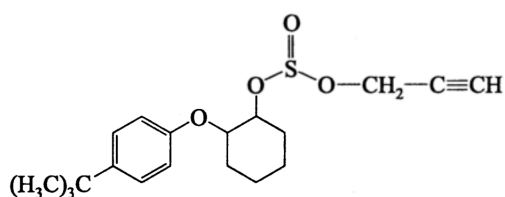
ISO 通用名称: Propargite

CIPAC 数字代码: 216

CAS 登录号: 2312-35-8

化学名称: 2-(4-叔丁基苯氧基) 环己基 2-丙炔基亚硫酸酯

结构式:



实验式: $C_{19}H_{26}O_4S$

相对分子质量: 350.5

生物活性: 杀螨

闪点: 28 °C

蒸气压 (25 °C): 0.04 mPa

溶解度 (25 °C): 水中 0.215 mg/L, 易溶于正己烷、甲苯、二氯甲烷、甲醇和丙酮

稳定性: 在强酸强碱条件下分解

中华人民共和国
化工行业标准
炔螨特原药和乳油
(2017)

HG/T 3765~3766—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2 字数39.7千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2407

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：28.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2018年8月22日

