

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 56353—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3625—2016

代替 HG 3625—1999

丙溴磷原药

Profenofos technical material

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 3625—1999《丙溴磷原药》。与 HG 3625—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——取消了分等分级，丙溴磷质量分数提高为不低于 92.0 %。

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：黎娜、张雪冰、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 3625—1999。

丙溴磷原药

1 范围

本标准规定了丙溴磷原药的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于由丙溴磷及其生产中产生的杂质组成的丙溴磷原药。

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 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 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

3 要求

3.1 外观

淡黄色液体。

3.2 技术指标

丙溴磷原药还应符合表 1 的要求。

表 1 丙溴磷原药控制项目指标

项 目	指 标
丙溴磷质量分数/%	≥ 92.0
2-氯-4-溴苯酚质量分数/%	≤ 1.0
水分/%	≤ 0.2

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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

HG/T 3625—2016

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“商品原药采样”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 100 g。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与丙溴磷标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。丙溴磷标样红外光谱图见图 1。

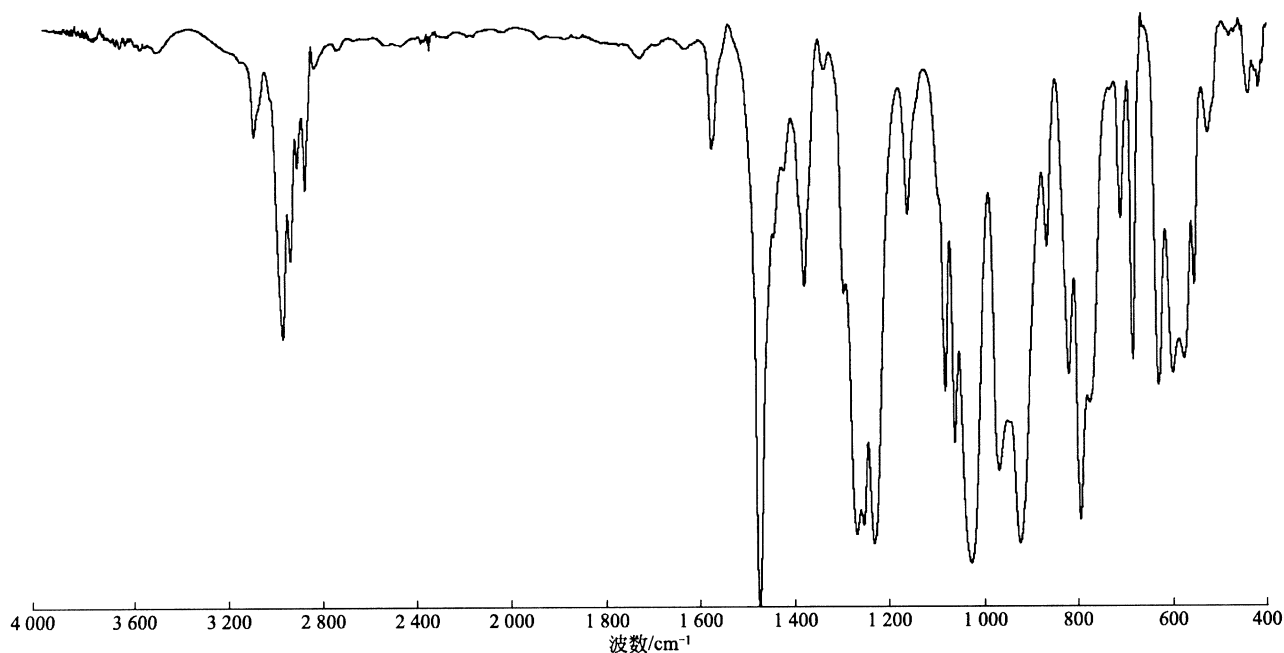


图 1 丙溴磷标样红外光谱图

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 °C，汽化室 250 °C，检测器室 300 °C；

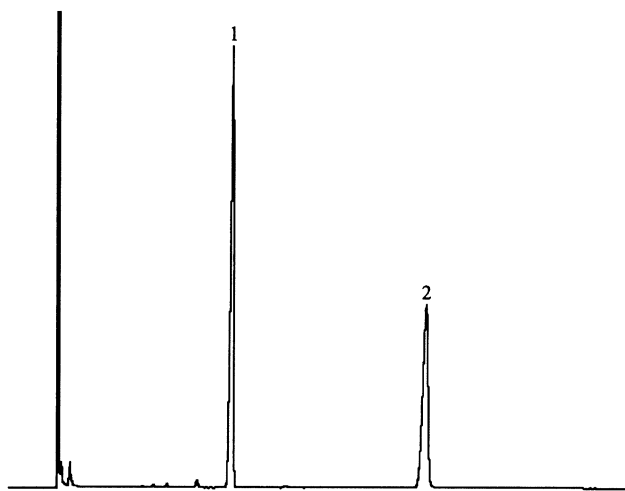
气体流量：载气（N₂）2.0 mL/min，分流比 30 : 1，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min，补偿气（N₂）25 mL/min；

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。

典型的丙溴磷原药与内标物气相色谱图见图 2。



说明：

1 丙溴磷；

2 内标物。

图 2 丙溴磷原药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。

HG/T 3625—2016

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。试样中的丙溴磷质量分数按公式 (1) 计算：

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

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)。

4.4.6 允许差

丙溴磷质量分数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。

4.5 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。2-氯-4-溴苯酚质量分数的测定也可采用气相色谱法，色谱操作条件参见附录 B。当发生质量争议时，以液相色谱法为仲裁法。

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 C_{18} 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；

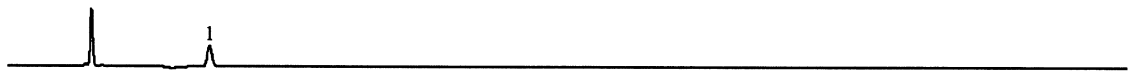
超声波清洗器。

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℃）；
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。

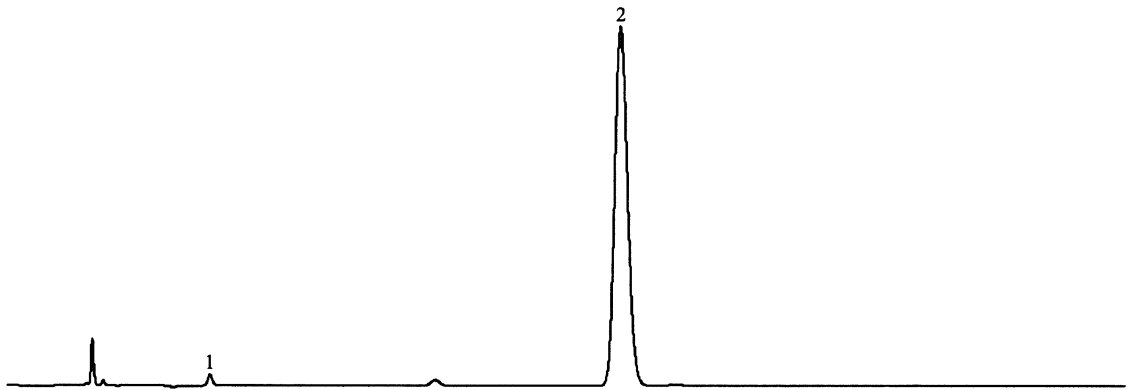
上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的 2-氯-4-溴苯酚标样高效液相色谱图见图 3；典型的丙溴磷原药中 2-氯-4-溴苯酚测定高效液相色谱图见图 4。



说明：
1——2-氯-4-溴苯酚。

图 3 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 4 丙溴磷原药中 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。

HG/T 3625—2016

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 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 n} \dots\dots\dots (2)$$

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 水分

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

丙溴磷原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

丙溴磷原药应用干净、清洁、内涂保护层的铁桶或塑料桶包装，每桶净含量一般为 200 kg 或 50 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 3796 的规定。

5.2 贮运

丙溴磷原药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 验收期

丙溴磷原药的验收期为 1 个月。从收货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

HG/T 3625—2016

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

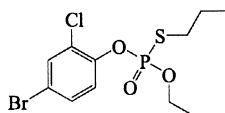
A.1 本产品有效成分丙溴磷的其他名称、结构式和基本物化参数

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 °C/1.80 Pa

蒸气压 (25 °C): 1.24×10^{-1} mPa

溶解度 (25 °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

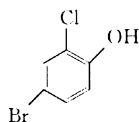
A.2 2-氯-4-溴苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

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 °C ~ 49 °C

溶解性: 可溶于苯、甲苯、四氯化碳等有机溶剂中

附录 B

(资料性附录)

2-氯-4-溴苯酚的气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以十二烷为内标物，使用 DB-1701 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的 2-氯-4-溴苯酚进行气相色谱分离，以内标法定量。本方法中 2-氯-4-溴苯酚的最低定量限为 93 mg/kg。

B.2 试剂和溶液

丙酮；

2-氯-4-溴苯酚标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

内标物：十二烷，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 6.25 g 十二烷，置于 500 mL 容量瓶中，加适量丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。

B.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 。

B.4 色谱操作条件

温度：色谱柱 50 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 200 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 260 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；汽化室 270 $^{\circ}\text{C}$ ；检测器 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

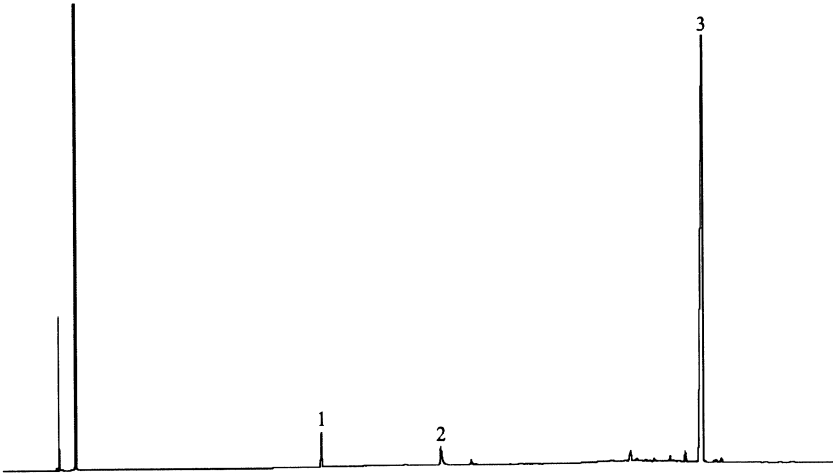
气体流量：载气 (N_2) 2.0 mL/min，分流比 5 : 1，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min，补偿气 (N_2) 25 mL/min。

进样量：1.0 μL 。

保留时间：内标物约 10.1 min，2-氯-4-溴苯酚约 13.8 min，丙溴磷约 22.0 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。

典型的丙溴磷原药中 2-氯-4-溴苯酚与内标物气相色谱图见图 B.1。



说明：
1 内标物；
2 2-氯-4-溴苯酚；
3 丙溴磷。

图 B. 1 丙溴磷原药中 2-氯-4-溴苯酚与内标物的气相色谱图

B. 5 测定步骤

B. 5. 1 标样溶液的配制

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）2-氯-4-溴苯酚标样于 10 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，摇匀。用移液管移取 2 mL 上述溶液于 10 mL 容量瓶中，加入 1 mL 内标溶液，用丙酮定容至刻度，摇匀。

B. 5. 2 试样溶液的配制

称取约含 0.1 g 2-氯-4-溴苯酚的丙溴磷原药试样（精确至 0.000 1 g），置于 10 mL 容量瓶中，用与 B. 5. 1 中相同的移液管加入 1 mL 内标溶液，摇匀。

B. 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，直至相邻两针 2-氯-4-溴苯酚与内标物峰面积比的相对变化小于 5.0 % 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。

B. 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 2-氯-4-溴苯酚与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数按公式（B. 1）计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 m_1 \omega}{r_1 m_2} \tag{B. 1}$$

式中：
 ω_1 ——试样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数，以 % 表示；
 ω ——标样中 2-氯-4-溴苯酚质量分数，以 % 表示；

- r_2 ——试样溶液中 2-氯-4-溴苯酚与内标物峰面积比的平均值；
 r_1 ——标样溶液中 2-氯-4-溴苯酚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）。

B.7 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。
