ICS 65.100.10
G 25
备案号:38708—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2845—2012
代替 HG 2845—1997

甲氰菊酯乳油

Fenpropathrin emulsifiable concentrates

2012-12-28 发布　　2013-06-01 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 2845—1997《甲氰菊酯乳油》，与 HG 2845—1997 相比，主要技术变化如下：

——甲氰菊酯质量分数指标值的表示方法不同，由原标准的≥10.0 %、≥20.0 %改为 $10.0^{+1.0}_{-1.0}$%、$20.0^{+1.2}_{-1.2}$%。

——增加了毛细管柱气相色谱分析方法。

——低温稳定性试验：试样由 0 ℃±1 ℃下贮存 1 h 改为贮存 7 d。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准自实施之日起，代替并废止 HG 2845—1997《甲氰菊酯乳油》。

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：浙江省东阳市金鑫化学工业有限公司、山东大成农药股份有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司。

本标准主要起草人：高晓晖、谷兵、程益民、王峰、祝宇锋、毛堂富、王天斌。

本标准于 1997 年 3 月 11 日首次发布，本次为第一次修订。

甲氰菊酯乳油

1 范围

本标准规定了甲氰菊酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、保证期。

本标准适用于由甲氰菊酯原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的甲氰菊酯乳油。

注：甲氰菊酯的其他名称、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，仅所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 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(mod ISO 3696：1987)

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

GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法——指示剂法

3 要求

3.1 组成与外观

本品应由符合标准的甲氰菊酯原药制成，外观为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

甲氰菊酯乳油还应符合表1要求。

表1 甲氰菊酯乳油控制项目指标

项目		指标	
甲氰菊酯质量分数/%		$20.0^{+1.2}_{-1.2}$	$10.0^{+1.0}_{-1.0}$
水分/%	≤	0.5	
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	≤	0.3	
乳液稳定性(稀释200倍)		合格	
低温稳定性[a]		合格	
热贮稳定性[a]		合格	
[a] 正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 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 100 mL。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与甲氰菊酯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甲氰菊酯的保留时间，其相对差值应在 1.0 %以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时，可采用其他有效方法进行鉴别。

4.4 甲氰菊酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以磷酸三苯酯为内标物，使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的甲氰菊酯进行气相色谱分离和测定，内标法定量。也可使用填充柱气相色谱法测定，色谱操作条件参见附录 B。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

甲氰菊酯标样：已知质量分数，$w \geqslant 98.0\ \%$；

内标物：磷酸三苯酯，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取磷酸三苯酯 5.0 g，置于 250 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，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 HP-5(5 %苯甲基硅酮)，膜厚 0.25 μm。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温 230，汽化室 280，检测器室 290；

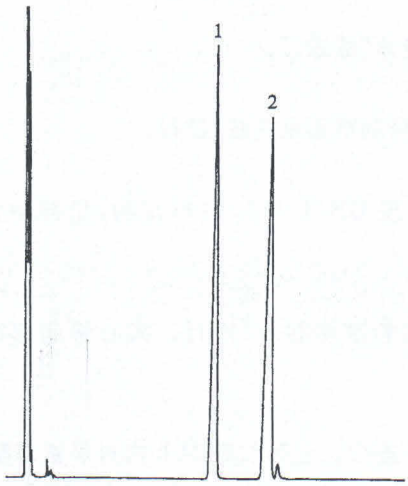
气体流量(mL/min)：载气(N_2)2.0，氢气 30，空气 300，补偿气 25；

分流比：20∶1；

进样量：1.0 μL；

保留时间(min)：甲氰菊酯 10.4，内标物 8.3。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲氰菊酯乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



1——内标物；
2——甲氰菊酯。

图 1　甲氰菊酯乳油与内标物的气相色谱图

4.4.5　测定步骤

4.4.5.1　标样溶液的制备

称取甲氰菊酯标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g)，置于具塞玻璃瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2　试样溶液的制备

称取含甲氰菊酯 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g)，置于具塞玻璃瓶中，用与 4.4.5.1 同一支移液管加入 5mL 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，计算各针甲氰菊酯与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针甲氰菊酯与内标物峰面积的比的相对变化小于 1.2 %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。

4.4.6　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甲氰菊酯与内标物的峰面积之比，分别进行平均。试样中甲氰菊酯的质量分数，按式(1)计算：

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

式中：

w_1——试样中甲氰菊酯的质量分数，以%表示；

r_2——试样溶液中，甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

w——标样中甲氰菊酯的质量分数，以%表示；

r_1——标样溶液中，甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.7　允许差

甲氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差，10 %甲氰菊酯质量分数应不大于 0.6 %，20 %甲氰菊酯质量分数应不大于 0.8 %，分别取其算术平均值作为测定结果。

4.5　水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.6 酸度的测定

按 GB/T 28135—2011 中“农药制剂测定方法”进行。

4.7 乳液稳定性的试验

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。

4.8 低温稳定性

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。于热贮后 24 h 内对甲氰菊酯质量分数、乳液稳定性项目进行检测，检验结果应符合本标准规定。

4.10 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、保证期

5.1 标志、标签、包装

甲氰菊酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

甲氰菊酯乳油的包装应用清洁、干燥的带外盖的玻璃瓶或塑料瓶包装，每瓶净含量 100 mL、250 mL。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

甲氰菊酯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

在使用说明书或包装容器上，除应有相应的毒性标志外还应说明，甲氰菊酯是一种拟除虫菊酯类杀虫、杀螨剂。吞噬或吸入均有毒，还可通过皮肤渗入。使用本品时应穿戴防护用品，如有接触用肥皂和大量清水清洗。一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，甲氰菊酯乳油的保证期，从生产日期算起为两年。

附 录 A
（资料性附录）
甲氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分甲氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

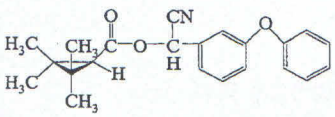
ISO 通用名称：Fenpropathrin

CAS 登记号：64257-84-7

CIPAC 数字代码：426

化学名称：(*RS*)-*α*-氰基-3-苯氧基苄基-2,2,3,3-四甲基环丙烷羧酸酯

结构式：



实验式：$C_{22}H_{23}NO_3$

相对分子质量：349.43

生物活性：杀虫、杀螨

熔点：49 ℃～50 ℃

蒸气压(20 ℃)：7.33×10^{-4} Pa

溶解度(20 ℃，g/L)：水 0.34×10^{-3}，易溶于二甲苯、己烷等有机溶剂

稳定性：在酸性介质中相当稳定，对光和热稳定，在碱性条件下不稳定

附 录 B
（资料性附录）
甲氰菊酯质量分数填充柱气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以磷酸三苯酯为内标物，使用 3 %OV-101/Chromosorb W-HP 为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的甲氰菊酯进行气相色谱分离和测定，内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

甲氰菊酯标样：已知质量分数，$w \geqslant 98.0$ %；

内标物：磷酸三苯酯，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取磷酸三苯酯 5.0 g，置于 250 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

B.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：2.0 m×3.2 mm(i. d.)玻璃柱；

填充物：OV-101 涂渍在 Chromosorb W-HP(180 μm～250 μm)上，固定液：(载体＋固定液)＝3：1。

B.4 气相色谱操作条件

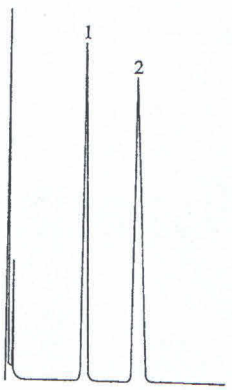
温度(℃)：柱温 210，汽化室 280，检测器室 280；

气体流量(mL/min)：载气(N_2)45，氢气 50，空气 500；

进样量：0.6 μL；

保留时间(min)：甲氰菊酯 13.4，内标物 10.5。

上述气相色谱操作条件系典型操作参数。可根据不同仪器特点对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的甲氰菊酯乳油与内标物的气相色谱图见图 B.1。



1——内标物；

2——甲氰菊酯。

图 B.1 甲氰菊酯乳油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

称取甲氰菊酯标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含甲氰菊酯 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,用与 B.5.1 同一支移液管加入 5 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,计算各针甲氰菊酯与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针甲氰菊酯与内标物峰面积的比的相对变化小于 1.2 %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甲氰菊酯和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中甲氰菊酯的质量分数,按式(B.1)计算:

$$w_1=\frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \qquad \text{(B.1)}$$

式中:

w_1——试样中甲氰菊酯的质量分数,以%表示;

r_2——试样溶液中,甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1——标样的质量,单位为克(g);

w——标样中甲氰菊酯的质量分数,以%表示;

r_1——标样溶液中,甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_2——试样的质量,单位为克(g)。

B.7 允许差

甲氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差,10 %甲氰菊酯质量分数应不大于 0.6 %,20 %甲氰菊酯质量分数应不大于 0.8 %,分别取其算术平均值作为测定结果。