# 中华人民共和国化工行业标准

# 农药增效剂 增效磷乳油

HG 2313—92

## 1 主题内容和适用范围

本标准规定了增效磷乳油的技术条件、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于增效磷工业品与适宜的乳化剂和溶剂配制成的增效磷乳油。

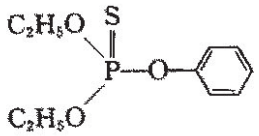
该产品作为农药增效剂用。

有效成分：增效磷

化学名称：O,O-二乙基-O-苯基硫代磷酸酯。

分子式：$C_{10}H_{15}O_3SP$

结构式：



相对分子质量 246.27(按 1989 年国际相对原子质量)。

## 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 1600 农药水分测定方法

GB 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

## 3 技术要求

3.1 外观：淡黄色至浅棕色油状液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 增效磷乳油还应符合下列指标要求：

| 项目 | | 指标 |
|---|---|---|
| O,O-二乙基-O-苯基硫代磷酸酯，%(m/m) | ≥ | 40.0 |
| 酸度(以 $H_2SO_4$ 计)，%(m/m) | ≤ | 0.05 |
| 水分，%(m/m) | ≤ | 0.4 |

中华人民共和国化学工业部 1992-06-01 批准　　1993-01-01 实施

续表

| 项　　目 | 指　　标 |
|---|---|
| 乳液稳定性(稀释 200 倍) | 合格 |
| 低温稳定性[1] | 合格 |
| 热贮稳定性[2] | 合格 |

注:1)、2)至少半年检验一次。

## 4　试验方法

### 4.1　增效磷含量的测定

#### 4.1.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二甲酯为内标物,在 3%OV-101 柱上,用氢火焰离子化检测器进行气相色谱测定。

#### 4.1.2　试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682):分析纯;

邻苯二甲酸二甲酯:内标物(无干扰该气相色谱分析的杂质);

增效磷标准样:已知含量,≥98 %;

色谱固定液:OV-101;

载体:Chromosorb W-HP(或具有相同性能的其他载体),150～180μn(80～100 目);

内标溶液:准确称取约 2.5g 邻苯二甲酸二甲酯置于 150mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀;

标样溶液:称取增效磷标准样 0.1g(精确至 0.000 2g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5mL 内标溶液,摇匀。

#### 4.1.3　仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

记录仪或电子数字积分仪;

色谱柱:2 000mm×2.0mm(内径)玻璃柱;

柱填充物:3%OV-101/Chromosorb W-HP,150～180μm(80～100 目);

微量进样器:10μL。

#### 4.1.4　操作步骤

##### 4.1.4.1　色谱柱的制备

a.　固定液的涂渍:准确称取 OV-101　0.6g 置于一个 250mL 烧杯中,加入适量的三氯甲烷搅拌使其溶解,按固定液欲配制的比例,加入确定量的载体,使其正好被固定液溶液所浸没,用蒸气浴或红外灯加热至溶剂挥发近干,于 105℃烘箱中干燥 2h。

b.　色谱柱的填充:将洗净烘干的色谱柱入口端接一个小漏斗,出口端塞适量的玻璃棉(经硅烷化处理)并裹以纱布,通过橡皮管与真空泵相连,开启真空泵,从漏斗处分次加入柱填充物,同时,不断轻敲管壁,使填充物均匀紧密地填满色谱柱,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以保持填充物不被移动。

c.　色谱柱的老化:将色谱柱的入口端与气相色谱仪的汽化室相连,出口端暂不接检测器,以大约 15mL/min 的载气流速,将柱温逐步升至 230℃,并在此温度下至少老化 24h。降温后,将柱出口端与检测器相连。

##### 4.1.4.2　气相色谱操作条件

温度:

柱室　150±5℃，

汽化室　210℃，

检测室　250℃；

气体流速：

载气($N_2$)　约 25mL/min，

氢气　约 30mL/min，

空气　约 300mL/min；

进样体积：

0.4～0.6μL；

纸速：

0.2cm/min；

保留时间：

增效磷　约 7min，

邻苯二甲酸二甲酯　约 4min。




增效磷乳油气相色谱图

1—溶剂；2—邻苯二甲酸二甲酯；3—增效磷

上述操作条件，系 SP-3700 型气相色谱仪典型操作参数。可根据仪器特点，对操作参数作适当调整，以获最佳效果。

4.1.4.3　试样溶液的配制

称取含增效磷 0.1g 的试样(精确至 0.000 2g)，置于具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 5mL 内标溶液，摇匀。

4.1.4.4　测定

待仪器稳定后，注入数针标样溶液，直到相邻两针增效磷与内标物的峰面积比变化不大于 1.5% 后，按下列顺序进样分析：

a.　标样溶液；

b.　试样溶液；

c.　试样溶液；

d.　标样溶液。

用微量进样器每次注入 0.4～0.6μL 试、标样溶液，两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液。色谱图上，增效磷与内标物的峰面积比之差，除以其平均值，应不大于 1.5%，否则需重复进样。

4.1.4.5 计算

将求得的 a、d 和 b、c 的峰面积比分别进行平均，增效磷质量百分含量 $x_1$ 按式(1)计算：

$$x_1=\frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：$r_1$——标样溶液中增效磷与内标物峰面积比的平均值；

$r_2$——试样溶液中增效磷与内标物峰面积比的平均值；

$m_1$——增效磷标样的质量，g；

$m_2$——增效磷试样的质量，g；

$w$——增效磷标准样质量百分含量，%

4.1.5 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。

4.2 酸度的测定

4.2.1 试剂和溶液

95%乙醇(GB 679)；

氢氧化钠标准滴定溶液：$c$(NaOH)=0.02mol/L，按 GB 601 规定配制与标定；

甲基红-溴甲酚绿混合指示液：取 2mL 1g/L 甲基红乙醇溶液和 10mL 1g/L 溴甲酚绿乙醇溶液相混合，摇匀。

4.2.2 操作步骤

称取约 10g 试样(精确至 0.01g)，放入 250mL 三角瓶中，加入 95%乙醇 50mL，充分摇匀，加入混合指示液 1mL，用 0.02mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至试液由黄色变成暗绿色为终点。记下氢氧化钠标准滴定溶液消耗的体积，同时做空白测定。

增效磷乳油的酸度质量百分含量 $x_2$，按式(2)计算：

$$x_2=\frac{c(V_1-V_2)\times 0.049}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：$c$——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V_1$——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

$V_2$——滴定空白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 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔$c$(NaOH)=1.000mol/L〕相当的，以克表示的硫酸的质量。

4.3 水分的测定

按 GB 1600 中的卡尔·费休法测定。

4.4 乳液稳定性试验

试样稀释 200 倍，按 GB 1603 测定。上无浮油，下无沉淀(或沉油)为合格。

4.5 低温稳定性试验

量取约 40mL 试样于 100mL 烧杯中，放入 0±1℃的冰箱或冰-水浴中，放置 1h，并不时加以搅拌，观查杯内是否有固体或油状物析出。没有，为合格。

4.6 热贮稳定性试验

4.6.1 仪器

恒温箱或恒温水浴；

安瓿：50mL，长颈；

注射器：50mL。

4.6.2 操作条件

用注射器将约 20mL 的试样，注入干净的安瓿中（避免样品接触安瓿颈），将安瓿于冰浴中冷却，用煤气灯封口。将封好的安瓿放入金属容器内，再将该容器放入 54±2℃恒温箱中（或将安瓿放入恒温水浴中），贮存 14 天。从恒温箱（或恒温水浴）取出安瓿后，应在 24h 内完成所有检验项目。热贮后，增效磷含量允许降至贮前测得含量的 96%。

## 5 检验规则

5.1 增效磷乳油验收规则按 GB 1604 执行。

5.2 取样方法按 GB 1605 进行。

## 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 农药增效剂增效磷乳油的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 增效磷乳油采用压边铁桶包装，每桶净重 200kg，桶口盖应有垫圈，拧紧后不渗漏。

6.3 桶上印刷牢固标志：注明生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、商标、净重和本标准编号。

6.4 每批包装好的成品内，都应附有质量证明书，证明书的内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、出厂日期、净重、产品质量符合本标准的证明。

6.5 贮运时，防止潮湿、日晒，保持通风良好；不得与食物、种子、饲料混放；避免与皮肤接触，防止由口鼻吸入。

---

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草、技术归口。

本标准主要起草人袁春凤、姜敏怡、李秀杰、顾景文、高秀兰。