ICS 65.100.30
G 25
备案号：65377—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5441—2018

丙森锌可湿性粉剂

Propineb wettable powders

2018-10-22发布　　2019-04-01实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

目　　次

前言 ..... Ⅱ
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　要求 1
3.1　外观 1
3.2　技术指标 1
4　试验方法 2
4.1　警示 2
4.2　一般规定 2
4.3　抽样 2
4.4　鉴别试验 2
4.5　丙森锌质量分数的测定 4
4.6　锌质量分数的测定 6
4.7　砷质量分数的测定 7
4.8　丙撑硫脲(PTU)质量分数的测定 9
4.9　水 分 的 测 定 11
4.10　pH范围的测定 12
4.11　悬浮率的测定 12
4.12　润湿时间的测定 12
4.13　湿筛试验的测定 12
4.14　持久起泡性的测定 12
4.15　热贮稳定性试验 12
5　验收和质量保证期 12
5.1　验 收 12
5.2　质量保证期 12
6　标志、标签、包装、贮运 13
6.1　标志、标签、包装 13
6.2　贮 运 13
附录 A（资料性附录） 丙森锌、丙撑硫脲(PTU)的其他名称、结构式和基本物化参数 14
A.1　本产品有效成分丙森锌的其他名称、结构式和基本物化参数 14
A.2　丙撑硫脲(PTU)的结构式和基本物化参数 14
附录B（资料性附录） 原子吸收法测定砷质量分数 15
B.1　方法提要 15
B.2　试剂和材料 15
B.3　仪器和设备 15
B.4　试验步骤 15

前　言

本标准按照GB/T　1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准起草单位：利民化工股份有限公司、拜耳作物科学(中国)有限公司、南通宝叶化工有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：马亚光、邢君、许梅、谢毅、王德泉、王信然、刘志勇。

丙森锌可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了丙森锌可湿性粉剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由丙森锌原药及适宜的助剂组成的丙森锌可湿性粉剂。

注：丙森锌、丙撑硫脲(PTU) 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

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 14825-2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 外观

本品为均匀疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

丙森锌可湿性粉剂还应符合表1的要求。

表 1 丙森锌可湿性粉剂控制项目指标

项　　目		指　标	
		70 %	80%
丙森锌质量分数/%		70.0±35	80.0±2
锌质量分数/%	≥	14.8	17.0
砷质量分数“/(μg/g)	≤	20	
丙撑硫脲(PTU)质量分数″/%	≤	0.4	
水分/%	≤	2.5	
pH范围		4.5～8.5	
悬浮率/%	≥	70	
润湿时间/s	≤	90	
湿筛试验(通过75 μm标准筛)/%	≥	98	
持久起泡性(1 min后泡沫量)/mL	≤	60	
热贮稳定性		合格	
• 正常生产时，锌质量分数、砷质量分数、PTU质量分数和热贮稳定性试验每3个月至少检测一次。			

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5.3.3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 g

4.4 鉴别试验

4.4.1 方法提要

丙森锌的鉴别试验是通过鉴定磺原酸盐和1,2-丙二胺完成的。

4.4.2 试剂

三氯甲烷。

1,2-丙二胺。

氢氧化钠溶液：c(NaOH)=1 mol/L。

氢氧化钾-甲醇溶液：p(KOH)=110 g/L。

乙酸溶液：ϕ=36 %。

硫酸溶液：$c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=2\ mol/L$。

硫酸铜溶液：$p(CuSO_4)$=100 g/L。

乙酸铅溶液：p=100 g/L。

碘标准滴定溶液：$c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.1\ mol/L$。

酚酞指示液：p=10 g/L,按 GB/T 603配制。

淀粉指示液：p=10 g/L,按 GB/T 603配制。

锌试剂：p=10 g/L。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 磺原酸盐的鉴定

取少量样品于反应瓶中，使用4.5丙森锌质量分数测定的图2装置，样品用硫酸溶液加热分解。在第一吸收管中加入乙酸铅溶液，有黑色沉淀产生。在第二吸收管中有刺激性气体放出。用氢氧化钾-甲醇溶液吸收，溶液显浅黄色，加入2滴～3滴酚酞指示液，用乙酸溶液中和并过量4滴～5滴后，把第二吸收管中的溶液分成两份于A、B两试管中。在A 试管中加入100 mL 水 及 5mL 淀粉指示液，用碘标准滴定溶液滴定，溶液呈现蓝色。在B 试管中加入硫酸铜溶液，有黄橙色沉淀生成(证实有二硫化碳存在)。

4.4.3.2 锌的鉴定

取少量样品，放进有氢氧化钠溶液的反应瓶中，调节溶液pH 值为9。取其少量溶液加入锌试剂，溶液变成蓝色(证实有锌存在)。

4.4.3.31,2-丙二胺的鉴定

4.4.3.3.1 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-WAX,膜厚0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)

微量注射器：10μL。

4.4.3.3.2 气相色谱操作条件

柱温：初温60℃,保持2 min, 以20℃/min的速率升温至240℃,保持8 min;

汽化室温度：250℃;

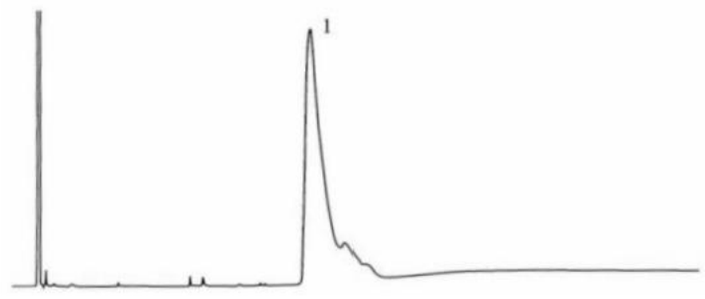
检测器温度：260℃;

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

进样量：1pL;

保留时间：1,2-丙二胺约6.2 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。典型的丙森锌可湿性粉剂分解后测定1,2-丙二胺的气相色谱图见图1。



说明：

1——1,2-丙二胺。

图 1 丙森锌可湿性粉剂分解后测定1,2-丙二胺的气相色谱图

4.4.3.3.3 测定步骤

取少量试样于反应瓶中，加入氢氧化钠溶液，调节 pH 值至9,用10 mL 三氯甲烷进行萃取，得到试样。在相同的色谱操作条件下对试样进行色谱分析，试样中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中1,2-丙二胺色谱峰的保留时间的相对差值在1.5 %以内，则证明丙二胺的存在。

如试验结果同时满足4.4.3.1、4.4.3.2和4.4.3.3,便可确认试样为丙森锌。

4.5 丙森锌质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-乙酸溶液中分解，生成丙二胺盐、二硫化碳及干扰分析的硫化氢气体。先用乙酸铅溶液吸收硫化氢，继之以氢氧化钾-甲醇溶液吸收二硫化碳，并生成甲基磺原酸钾，二硫化碳吸收液用乙酸中和后立即以碘标准滴定溶液滴定。

反应式如下：

$$(C_5H_8N_2S,Zn)。+4nH^{++}+2mI^{-}\rightarrow nIH_2NCH_2CH_2CH_2NH_3I+2nCS_2+nZn^{2+}$$

$$CS_2 + CH_3OK \longrightarrow CH_3O\overset{\overset{S}{\|}}{C}SK$$

$$2CH_3OCSSK + I_2 \longrightarrow CH_3O\overset{\overset{S}{\|}}{C}S\overset{\overset{S}{\|}}{C}OCH_3 + 2KI$$

4.5.2 试剂和溶液

甲醇。

乙酸。

乙酸溶液： ϕ=36%。

氢碘酸： ϕ=45 %。

氢氧化钾-甲醇溶液：p(KOH)=110 g/L。

氢碘酸-乙酸溶液： ψ(氢碘酸：乙酸)=13:87(使用前配制)。

乙酸铅溶液：p=100 g/L。

碘标准滴定溶液：$c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.1\ mol/L$，按GB/T 601 配制和标定。

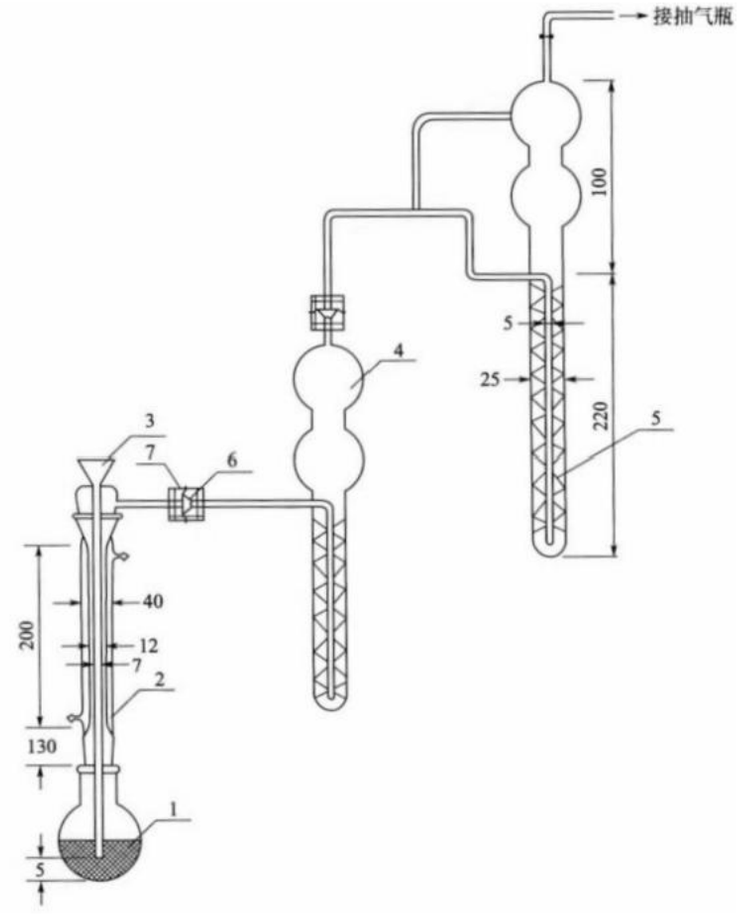
酚酞指示液：p=10 g/L,按 GB/T 603配制。

淀粉指示液：p=10 g/L,按 GB/T 603配制。

4.5.3 仪器

丙森锌质量分数测定的分解吸收装置见图2。

单位为毫米



说明：

1——150 mL烧瓶；

2——直形冷凝管；

_____长颈漏斗(加酸管)：

4——第一吸收管：

_____第二吸收管

6——球磨；

7——夹子。

图 2 丙森锌质量分数测定的分解吸收装置

4.5.4 测定步骤

称取约含0.2 g丙森锌的试样(精确至0.0001 g),置于圆底烧瓶中，第一吸收管加入50 mL乙酸铅溶液，第二吸收管加入50 mL氢氧化钾-甲醇溶液，连接分解吸收装置，检查装置的密封性。打开冷却水，开启抽气源，控制抽气速度，以每秒2个～4个气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶中加入50 mL氢碘酸-乙酸溶液，摇动均匀。同时立即加速加热，小心控制防止反应液冲出，保持微沸50 min。拆开装置，停止加热，取下第二吸收管，将内容物用200 mL水洗入500 mL锥形瓶中，以酚酞指示液检查吸收管，洗至管内无残留物，用乙酸溶液中和到由粉红色至黄色，再过量3滴～4滴，立即用碘标准滴定溶液滴定，同时不断摇动，近终点时加入

3 mL淀粉指示液，继续滴定至溶液呈蓝色。同时做空白测定。

4.5.5 计算

试样中丙森锌质量分数，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$w_1=\frac{c(V_1-V_2)M}{m\times 1\,000}\times 100 \quad . \quad (1)$$

式中：

w_1—— 试样中丙森锌质量分数，以%表示；

c——碘标准滴定溶液的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L):

V_1—— 滴定试样溶液所消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL);

V_2—— 滴定空白所消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL);

M—— $\frac{1}{2}$丙森锌单体的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)(M=144.9);

m——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

4.5.6 允许差

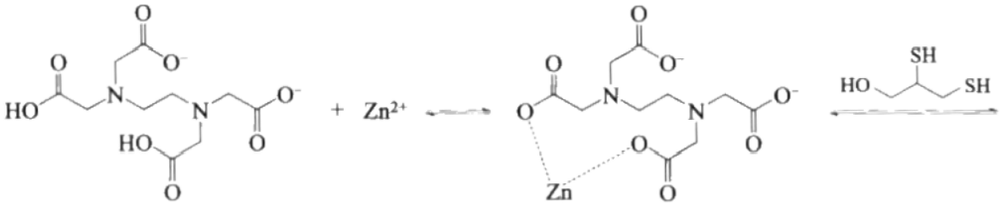
两次平行测定结果之差应不大于1.2 %,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 锌质量分数的测定

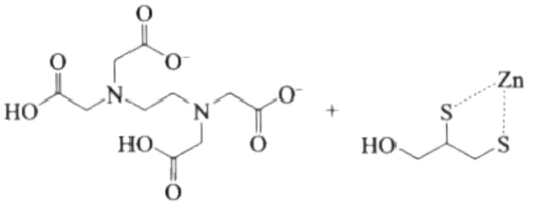
4.6.1 方法提要

将试样加热溶解在已知过量的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液中，以铬黑T 作指示剂，用硫酸镁标准滴定溶液滴定过量的EDTA 溶液，加入二巯基丙醇，用硫酸镁标准滴定溶液继续滴定至溶液为紫色。

反应式如下：



EDTA(H^2Y2-) ZnY2-



EDTA(H^2Y2-)

4.6.2 试剂

氯化铵。

氨水。

乙醇。

氨缓冲溶液：称取54 g 氯化铵，用水溶解，加入350 mL 氨水，用水稀释至1000 mL。

乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液：c(EDTA)=0.05 mol/L。

硫酸镁标准滴定溶液：$c(MgSO_4)$=0.05 mol/L。

铬黑T 溶液：p=5 g/L,按 GB/T 603 配制。此溶液使用时现配。

抗坏血酸。

二巯基丙醇乙醇溶液：Φ=2%。

4.6.3 仪器

锥形瓶：400 mL。

移液管：50 mL 。

滴定管：50 mL。

4.6.4 分析步骤

称取0.5g (精确至0.0001 g) 试样于锥形瓶中，加入50 mL 水，用移液管准确加入50 mL EDTA 溶液，加热至沸腾并搅拌使试样充分溶解。冷却至室温，加入1 g~1.5g 抗坏血酸，继续搅拌至试样全部溶解。加入10 mL 氨缓冲溶液、1 mL 铬 黑T 溶液，用硫酸镁标准滴定溶液滴定过量的EDTA 溶液，当滴定溶液由蓝绿色刚出现紫色时，加入5mL 二巯基丙醇乙醇溶液，继续滴定至溶液为稳定紫色不变为终点。

4.6.5 计算

试样中锌质量分数，数值以%表示，按公式(2)计算：

$$w_2=\frac{cVM}{m\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：

$W2$____试样中锌质量分数，以%表示；

c——硫酸镁标准滴定溶液的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)

V____滴定试样溶液所消耗的硫酸镁标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL);

M ____锌的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)(M=65.39);

n_____试样的质量的数值，单位为克 (g)。

4.6.6 允许差

两次平行测定结果的相对差应不大于5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.7 砷质量分数的测定

4.7.1 方法提要

在酸性介质中，用锌还原砷，生成砷化氢，导入二乙基二硫代氨基甲酸银 [Ag(DDTC)] 吡啶溶液中，生成紫红色的可溶性胶态银，在最大吸收波长540 nm 处对其进行吸光度的测量。砷质量分数的测定也可采用原子吸收法，原子吸收操作条件参见附录B。

生成胶态银的反应式：

$$AsH_3+6Ag(DDTC)\text{——}6Ag+3H(DDTC)+As(DDTC)_3$$

4.7.2 试剂和材料

硝酸。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/196031232050010211