



# Q/LTSW

## 广西乐土生物科技有限公司企业标准

Q/LTSW 03—2017

代替 Q/ LTSW 03—2014

12% 马拉·杀螟松乳油

2017 - 03 - 08 发布

2017 - 04 - 08 实施

广西乐土生物科技有限公司 发布



## 前 言

本标准是以 HG/T 2743.2—2003《农药乳油产品标准编写规范》为基础，按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》的要求，对 Q/LTSW 03—2014《12% 马拉·杀螟松乳油》进行修订而成。修订时只对原标准编号进行了更改，主要技术内容没有改变。

本标准由广西乐土生物科技有限公司提出。

本标准由广西乐土生物科技有限公司负责起草。

本标准主要起草人：吕昆明、陆明光、周伟东、阮晓露、卢德超。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

Q/LTN 03—2001、Q/LTN 03—2005、Q/LTSW 03—2008、Q/LTSW 03—2011、Q/LTSW 03—2014。



# 12% 马拉·杀螟松乳油

## 1 范围

本标准规定了 12% 马拉·杀螟松乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。  
本标准适用于由符合标准的马拉硫磷原药、杀螟硫磷原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的 12% 马拉·杀螟松乳油。

## 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 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 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药PH值测定方法
- 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 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 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

## 3 要求

### 3.1 组成和外观

本品应由符合标准的马拉硫磷原药、杀螟硫磷原药制成，应为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

### 3.2 12% 马拉·杀螟松乳油应符合表 1 要求。

表1 12% 马拉·杀螟松乳油控制项目指标

| 项 目                                      | 指 标      |
|------------------------------------------|----------|
| 马拉硫磷质量分数，%                               | 10.0±1.0 |
| 杀螟硫磷质量分数，%                               | 2.0±0.3  |
| 水分，%                                     | ≤0.5     |
| 酸度（以 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计），% | ≤0.5     |



续上表

|                                      |    |
|--------------------------------------|----|
| 乳液稳定性                                | 合格 |
| 低温稳定性 <sup>a</sup>                   | 合格 |
| 热贮稳定性 <sup>a</sup>                   | 合格 |
| <sup>a</sup> 为抽检项目，正常生产期间每六个月至少检验一次。 |    |

4 试验方法

4.1 一般规定

除另外说明，本试验所用试剂均为分析纯试剂，水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水要求。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 “液体制剂采样”方法进行。用随机法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于 200 mL。

4.3 外观

用目视法检测。

4.4 鉴别试验

本鉴别试验可与马拉硫磷及杀螟硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中的某一色谱峰的保留时间与标样溶液中马拉硫磷或杀螟硫磷的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内，则可以认定试样溶液中的有效成份是马拉硫磷或杀螟硫磷。

4.5 马拉硫磷及杀螟硫磷质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物，使用3% 新戊二醇己二酸聚酯/Chromosorb W AW DMCS 填充的玻璃（不锈钢）柱和氢焰离子化检测器，对试样中的马拉硫磷及杀螟硫磷进行气相色谱分离和定量测定，内标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

马拉硫磷标样：已知质量分数≥99%。

杀螟硫磷标样：已知质量分数≥99%。

丙酮。

三氯甲烷。

内标物：邻苯二甲酸二异辛酯（不应含有干扰分析的杂质）。

固定液：新戊二醇己二酸聚酯。

载体：酸洗硅烷化白色硅藻土载体，Chromosorb W AW DMCS，粒度范围 0.18 mm~0.25 mm

内标溶液：20.0 mg/mL。准确称取邻苯二甲酸二异辛酯 2.000 g 置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀备用

4.5.3 仪器



气相色谱仪：具有氢焰离子化检测器和柱头进样器。

色谱数据处理机。

色谱柱：1.0 m×3 mm (i.d.) 玻璃柱。

柱填充物：新戊二醇己二酸聚酯涂在 Chromosorb W AW DMCS (0.18 mm~0.25 mm 粒径) 上，固定液：载体=3：100。

微量注射器：10 μL。

#### 4.5.4 气相色谱操作条件

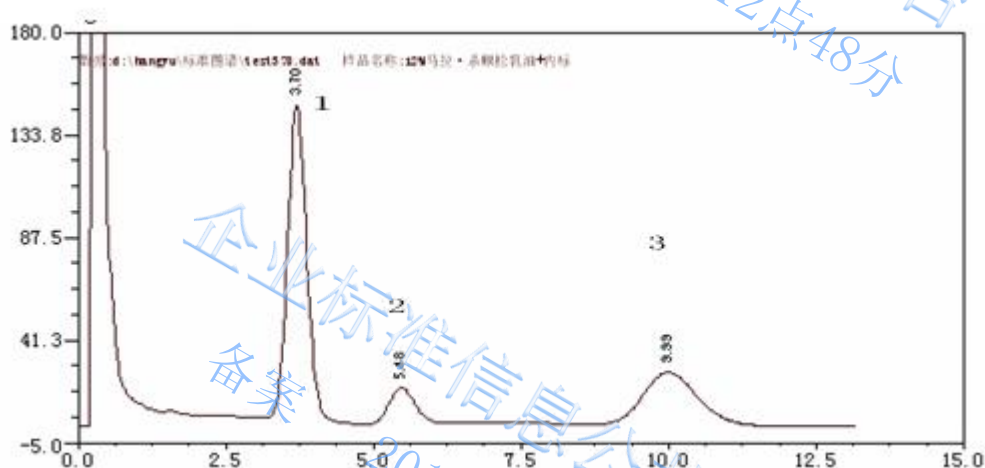
温度：柱室220℃；汽化及检测室240℃。

气体流量 (mL/min)：载气氮气50；氢气40；空气400。

进样体积：1.0 μL。

保留时间：马拉硫磷 3.70 min，杀螟硫磷 5.48 min，内标（邻苯二甲酸二异辛酯）9.99 min。

上述操作参数系典型的；可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。在上述操作条件下12% 马拉·杀螟松乳油中马拉硫磷及杀螟硫磷与内标物的气相色谱图如图 1 所示。



色谱图：

1— 马拉硫磷；

2— 杀螟硫磷；

3— 邻苯二甲酸二异辛酯。

图1 12%马拉·杀螟松乳油中马拉硫磷及杀螟硫磷与内标的气相色谱图

#### 4.5.5 测定步骤

##### 4.5.5.1 马拉硫磷及杀螟硫磷标样溶液的配制

称取含马拉硫磷约 0.25 g（精确至0.0002 g）的标样及含杀螟硫磷约 0.05 g（精确至 0.0002 g）的标样置于 10 mL 容量瓶中，用移液管准确加入内标溶液 2.0 mL，加丙酮至刻度，摇匀，贮存于冰箱中备用。

##### 4.5.5.2 试样溶液配制



称取试样约 2.5 g (精确至 0.0002 g) 置于 10 mL 容量瓶中, 用移液管准确加入内标溶液 2.0 mL, 并加丙酮至刻度, 摇匀。

#### 4.5.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针马拉硫磷及杀螟硫磷标样溶液, 计算各针色谱图中马拉硫磷或杀螟硫磷与内标峰面积比, 待相邻两针的峰面积比值基本稳定(变化小1.5% 以内), 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行气相色谱分析。

#### 4.5.6 计算

将测得的试样溶液以及试样前后标样溶液中马拉硫磷或杀螟硫磷与内标物峰面积之比, 分别进行平均。试样中马拉硫磷或杀螟硫磷的质量分数  $X_1$  (%), 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega_1}{r_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$r_1$  ——标样溶液中, 马拉硫磷或杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$  ——试样溶液中, 马拉硫磷或杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$  ——马拉硫磷或杀螟硫磷标样的质量, 单位为克 (g);

$m_2$  ——试样的质量, 单位为克 (g);

$\omega_1$  ——标样中马拉硫磷或杀螟硫磷的质量分数, 数值以 % 表示。

#### 4.5.7 允许差

两次平行测定结果之绝对差值, 应不大于 0.5%, 取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.6 水分测定

按 GB/T 1600—2001 中的“卡尔·费休法”测定。

#### 4.7 酸度的测定

##### 4.7.1 试剂和溶液

无水乙醇。

氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$ , 按 GB/T 601—2002 中规定的方法制备;

甲基红-溴甲酚绿混合指示液:  $\phi$  (2 g/L 甲基红乙醇溶液: 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液) = 1: 3, 按 GB/T 603—2002 中规定的方法配制。

##### 4.7.2 测定步骤

称取约 2 g 试样 (准确至 0.002 g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 无水乙醇和 5 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂, 摇匀, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液颜色呈亮绿色为终点。同时进行空白试验。

##### 4.7.3 计算

试样的酸度  $X_2$  (以  $\text{H}_2\text{SO}_4$  计) (%), 按式 (2) 计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m_3} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$





式中:

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

$V_1$  ——滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$V_0$  ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$m_b$  ——试样的质量, 单位为克 (g);

0.049 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的硫酸的质量。

#### 4.7.4 允许差

两次平行测定结果之绝对差值, 应不大于 0.05%, 取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.8 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍, 按 GB/T 1603—2001 进行试验, 上无浮油, 下无沉油或沉淀为合格。

#### 4.9 低温稳定性试验

##### 4.9.1 方法一 (仲裁法)

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 “乳剂和均相液体制剂” 方法进行测定。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

##### 4.9.2 方法二 (常检法)

将 50 mL 试样放入 100 mL 磨口三角瓶中, 塞上瓶塞, 放入  $0^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  冰箱中, 并在此温度下保持 7 d, 取出观察, 试样不分层, 不结晶为合格。

#### 4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 “液体制剂” 方法进行。按 4.5 规定的方法测定马拉硫磷或杀螟硫磷的质量分数, 计算马拉硫磷或杀螟硫磷的相对分解率, 同时按 4.8 测定乳液稳定性。

测定结果, 马拉硫磷的相对分解率  $\leq 8\%$ , 杀螟硫磷的相对分解率  $\leq 5\%$ , 乳液稳定性合格, 则热贮稳定性合格。

#### 4.11 产品的检验和验收

应符合 GB/T 1604—1995 有关规定。极限数值处理按 GB/T 8170—2008 修约值比较法处理。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 12% 马拉·杀螟松乳油标志、标签、包装应符合 GB 3796—2006 中的有关规定。

5.2 12% 马拉·杀螟松乳油用清洁、干燥的有色塑料瓶或玻璃瓶包装, 加内塞外盖。每瓶净含量为 100 mL、250 mL、500 mL 三种规格。外用钙塑箱或纸箱包装。也可根据用户要求或订货协议, 采取其他形式的包装, 但要符合 GB 3796—2006 中有关规定。

5.3 12% 马拉·杀螟松乳油包装件应存放在通风, 干燥的库房中, 堆码方式应符合安全要求。

5.4 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。



5.5 安全：在使用说明书或包装容器上除有相应的毒性标志外，还应说明：12% 马拉·杀螟松乳油吞噬或吸入均有毒，还可通过皮肤渗入。使用本品时应戴好劳动保护衣帽、口罩、手套等用具。施药后皮肤或身体裸露部分如接触本品，应立即用肥皂和水洗干净。如误服应清洗口部及诱呕吐。如发生中毒现象，应及时送医院治疗。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，12% 马拉·杀螟松乳油的保证期，从生产之日算起为 2 年。

企业标准信息公共服务平台  
备案  
2018年01月06日 12点48分

企业标准信息公共服务平台  
备案  
2018年01月06日 12点48分





## 附录 A (资料性附录)

本产品中有效成分的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

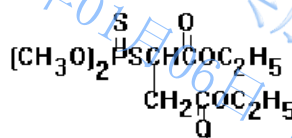
a) 马拉硫磷

ISO 通用名称：malathion

CIPAC 代号：12

化学名称：0, 0-二甲基-S- (1, 2-二乙酯基乙基) 二硫代磷酸酯

结构式：



实验式：C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>O<sub>6</sub>PS<sub>2</sub>

相对分子质量：330.35 (按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点 (°C)：2.85

沸点 (°C/93.3 Pa)：156~157

蒸气压 (30 °C)：5.3 mPa

溶解度 (g/L, 室温)：水 0.145, 与大多数有机溶剂, 如醇类、酯类、酮类、醚类、芳香烃类混溶, 微溶于石油醚和某些矿物油等。

稳定性：在 pH 7 以上或 5 以下迅速分解, 在 pH 5.26 缓冲水溶液中稳定, 不能与碱性农药混用。

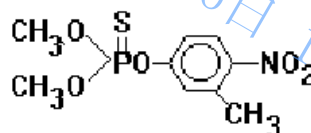
b) 杀螟硫磷

ISO 通用名称：fenitrothion

CIPAC 代号：35

化学名称：0, 0-二甲基-O (-3-甲基-4-硝基苯基) 硫逐磷酸酯

结构式：



实验式：C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>NO<sub>5</sub>PS

相对分子质量：272.24 (按 2007 年国际相对原子质量计)

生物性质：杀虫

沸点 (°C/13.3 Pa)：140~145 (分解)

蒸气压 (20 °C)：0.8 mPa

密度 (kg/cm<sup>3</sup>, 20 °C)：1.328

溶解性 (g/L, 30 °C)：水 0.021; 易溶于醇类、酯类、芳香烃类和氯代烃类, 己烷中为 24, 异丙醇为 138。

稳定性：一般条件下相当稳定, 遇高温易分解, 在碱性介质中水解。