



中华人民共和国国家标准

GB 9556—2008
代替 GB 9556—1999

辛 硫 磷 原 药

Phoxim technical

2008-07-11 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准代替 GB 9556—1999《辛硫磷原药》。

本标准与 GB 9556—1999 的主要差异为:

——取消了分等分级。

——删去了氯化物控制项目。

本标准自实施之日起,代替并废止 GB 9556—1999。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏宝灵化工股份有限公司、山东胜邦鲁南农药有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、李秀杰、丁亮、俞建平、刘棠林、殷汉军。

本标准于1988年6月首次发布,1999年第一次修订,本次为第二次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

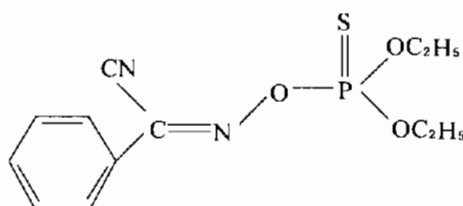
辛 硫 磷 原 药

该产品有效成分辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：phoxim

化学名称：*o,o*-二乙基-*o-o'*-氰基亚苄胺基硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$

相对分子质量：298.3(按 2005 国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫剂

熔点： $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 6\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解性(室温)：水 7 mg/L, 二氯甲烷大于 500 g/kg, 异丙醇大于 600 g/kg, 稍溶于石油醚

稳定性：原药在室温为浅红色油状物。蒸馏时分解, 对水和酸性介质稳定

1 范围

本标准规定了辛硫磷原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由辛硫磷及其生产中产生的杂质组成的辛硫磷原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准, 然而, 鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

3 要求

3.1 外观

浅黄色至棕红色油状液体。

3.2 技术指标

辛硫磷原药还应符合表 1 要求。

表 1 辛硫磷原药控制项目指标

项 目	指 标
辛硫磷质量分数(以顺式辛硫磷计)/%	≥ 90.0
水分/%	≤ 0.5
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	≤ 0.3

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法 本鉴别试验可与辛硫磷含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中顺式辛硫磷的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 辛硫磷质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 Capcell-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中的辛硫磷进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

辛硫磷标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 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;

色谱柱:150 mm \times 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Capcell-Pak C_{18} 、5 μ m 填充物(或具等效效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水)=75:25,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

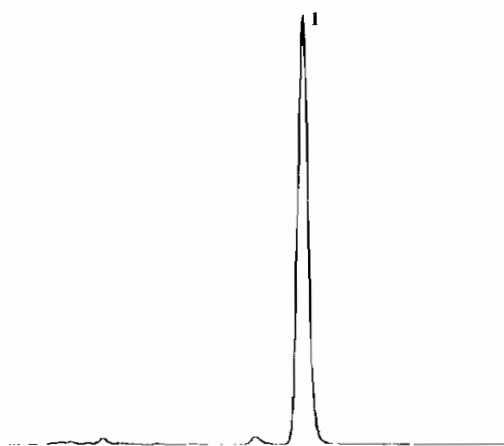
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:254 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:8.6 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的辛硫磷原药高效液相色谱图见图 1。



1 —顺式辛硫磷。

图1 辛硫磷原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 辛硫磷标样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含辛硫磷 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针辛硫磷峰面积相对变化小于 1.5% 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。

4.3.6 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辛硫磷峰面积分别进行平均。试样中辛硫磷的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,辛硫磷峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,辛硫磷峰面积的平均值;

m_1 ——辛硫磷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——辛硫磷标样的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

辛硫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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

95%乙醇;

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定;

甲基红乙醇溶液： $\rho(\text{甲基红}) = 1 \text{ g/L}$ ；

溴甲酚绿乙醇溶液： $\rho(\text{溴甲酚绿}) = 1 \text{ g/L}$ ；

混合指示剂： $\psi(\text{甲基红乙醇溶液} : \text{溴甲酚绿乙醇溶液}) = 1 : 5$ 。

4.5.2 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 2 g)，置于一个 250 mL 锥形瓶中，加入 95%乙醇 50 mL，摇动使试样溶解。加入 2 mL 混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为浅绿色即为终点。同时做空白测定。

4.5.3 计算

试样的酸度 $w_2(\%)$ 按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \cdot M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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 ——试样的质量，单位为克(g)；

M ——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 49 \text{ g/mol}]$ 。

4.6 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 辛硫磷原药的标志、标签、包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 辛硫磷原药应用清洁、干燥、坚固内衬保护层的铁桶包装，每桶净含量应不大于 200 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 辛硫磷原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

5.6 安全：辛硫磷为低毒。它是一种抑制胆碱酯酶的有机磷杀虫剂，吞噬或吸入均会中毒。它还可通过皮肤渗入。使用本品应戴防护手套、防毒面具，穿干净的防护服。施药后，应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象，应请医生。阿托品和解磷毒是特效解毒剂。必要时作人工呼吸。

5.7 验收期：辛硫磷原药验收期为 1 个月。从交货之日起，在一个月內，完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。