

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2464.1—93

甲 拌 磷 原 药

1993—07—05 发布

1994—01—01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

甲 拌 磷 原 药

1 主题内容与适用范围

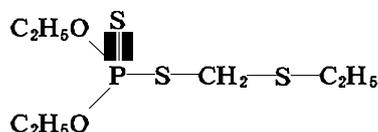
本标准规定了甲拌磷原药的各项技术指标及其检验方法和检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由 O,O-二乙基二硫代磷酸,乙硫醇,甲醛缩合成的甲拌磷原药。

有效成分:甲拌磷

化学名称:O,O-二乙基-S-(乙硫基甲基)二硫代磷酸酯

结构式:



分子式: $\text{C}_7\text{H}_{17}\text{O}_2\text{PS}_3$

相对分子质量:260.38(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装贮运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

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:黄棕色至棕色透明液体。

3.2 甲拌磷原药应符合下列要求:

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
甲拌磷	\geq	90	85	80
酸度(以 H_2SO_4 计)	\leq	0.5	1.0	1.0
水分	\leq	0.5	1.0	1.0

中华人民共和国化学工业部 1993-07-05 批准

1994-01-01 实施

4 检验方法

4.1 甲拌磷含量的测定

4.1.1 方法提要:试样溶解于丙酮中以林丹作内标物,在 12%DC-550 柱上进行分离,用氢火焰离子化检测器测定。

4.1.2 试剂和溶液

丙酮(GB 686);

林丹(GB 9559-88);内标物(无干扰该气相色谱分析的杂质);

甲拌磷标样:已知含量 $\geq 98\%$ (m/m);

色谱固定液:硅酮 DC-550

载体:chromosorb W AW DMCS(或具有相同性能的其他载体)180~250 μm (60~80 目);

内标物溶液:称取内标物林丹 1.2g(精确至 0.000 2g)置于 100mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.1.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

记录仪或积分仪;

色谱柱:2 000 \times 2mm(内径)玻璃或不锈钢柱管,柱内填充物为 12%硅酮 DC-550/chromosorb W AW DMCS。

微量进样器:10 μL

4.1.4 操作步骤

4.1.4.1 色谱柱的制备

(1) 固定液的涂渍

准确称取 1.2g 的 DC-550 置于一个 250mL24 号标准口的圆底烧瓶中,加入足够量的三氯甲烷使其溶解,按固定液的配比加入确定量的载体使其正好被固定液溶液所浸没,然后用旋转蒸发器进行涂渍。在减压下启动旋转蒸发器用水浴或红外线灯加热直至溶剂近干时,将它置于 120 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 2h 取出并冷却后过筛备用。

(2) 色谱柱的填充

将洗净烘干的柱管入口端接一小漏斗,出口端塞入适量的玻璃棉并裹以纱布后通过橡皮管与真空泵相连。启动真空泵从漏斗处分次加入柱填充物,同时不断轻敲柱管,使填充物均匀,紧密地填满色谱柱后停真空泵。在入口端也塞入一小团玻璃棉,并适当压紧,使填充物不被移动。

(3) 色谱柱的“老化”

将色谱柱的入口端与气相色谱仪的气化室连接好,出口端暂不接检测器,以大约 15mL/min 载气(氮气)流速分阶段升温至 230 $^{\circ}\text{C}$ 并在此温度下“老化”24h,降温后将柱出口端与检测器连接好。

4.1.4.2 色谱操作条件

温度

柱箱:180 $^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$;

气化:250 $^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$;

检测:250 $^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$;

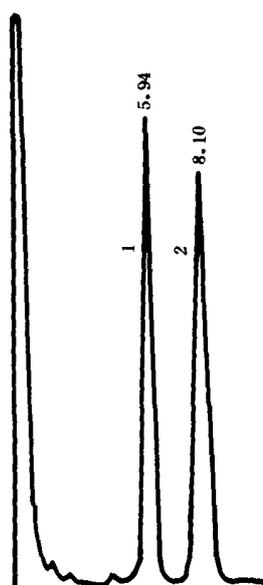
气体流速

载气(N_2):50mL/min;

氢气:40mL/min;

空气:300~400mL/min;

放大与衰减:调节放大与衰减,使甲拌磷和内标物的色谱峰高为记录仪满量程的 60~80%。



甲拌磷气相色谱图

1—甲拌磷;2—内标物。

保留时间:甲拌磷约 6min,内标物林丹约 8min。

分析者可根据仪器性能和色谱柱的差异适当调整色谱操作条件以期获得最佳效果。

4.1.4.3 测定步骤

(1) 标样溶液的配制

称取甲拌磷标样 0.1g(精确至 0.000 2g)置于一带塞的玻璃瓶中,用移液管准确吸取内标物溶液 10mL 加入同一瓶中,再加入适量丙酮充分溶解摇匀。

(2) 试样溶液的配制

称取甲拌磷原药试样 0.1g(精确至 0.000 2g)置于另一带塞的玻璃瓶中,用移液管准确吸取内标物溶液 10mL 加入同一瓶中,再加入适量丙酮充分溶解摇匀。

(3) 测定

在上述色谱条件下,待仪器基线稳定后连续注入数针标样溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针相对响应值基本接近时,按下列顺序进行色谱分析。进样量为 1 μ L。

a. 标样溶液;b. 试样溶液;c. 试样溶液;d. 标样溶液。

4.1.4.4 计算

将测得的 a、d 和 b、c 甲拌磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲拌磷质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\bar{r}_2 m_1 w}{\bar{r}_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: \bar{r}_1 ——标样溶剂甲拌磷与内标物峰面积之比的平均值;

\bar{r}_2 ——试样溶液甲拌磷与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 ——甲拌磷标样的质量,g;

m_2 ——甲拌磷试样的质量,g;

w ——甲拌磷标样的质量百分含量。

4.1.4.5 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。取其平均值作为报出结果。

4.2 酸度的测定

4.2.1 试剂和溶液

95%乙醇(GB 679);

氢氧化钠(GB 629)标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02\text{mol/L}$,按 GB 601 配制;

甲基红(HG 3-958): 1g/L 乙醇溶液。

4.2.2 测定步骤

准确称取 1~2g(精确至 0.000 2g)试样置于 250mL 锥形瓶中加入 25mL 95%乙醇,混匀加入 3 滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至刚呈现黄色为终点。

试样酸度质量百分含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{cV \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度, mol/L ;

V ——氢氧化钠标准滴定溶液消耗的体积, mL ;

m ——试样的质量, g ;

0.049——与 1.000mL 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质量。

4.3 水分的测定

按 GB/T 1600 中卡尔·费休法进行测定。

5 检验规则

5.1 甲拌磷原药应由生产厂的质检部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的甲拌磷原药都符合本标准的要求。每批出厂的甲拌磷原药都应附有质量证明书。

5.2 甲拌磷原药的验收规则按 GB 1604 进行。

5.3 取样方法按 GB 1605 进行。

5.4 每批甲拌磷原药的量应不超过包装贮罐(计量罐)的容量,检验批号、生产批号和包装批号必须一致。

5.5 若检验结果中有一项指标不符合本标准规定,则应重新加倍取样,重新检验结果,即使一项不符合本标准规定,则整批产品不能验收。

5.6 对产品质量发生异议时可由供需双方协商解决,或由选定仲裁机构按本标准进行仲裁检验。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 每桶都应标明:生产厂名称、产品名称、商标、批号、净重、等级、准产证号、农药登记号和本标准编号,并按 GB 190、GB 191 和 GB 3796 的规定,注明有关标志。

6.2 甲拌磷原药应由清洁干燥和牢固的加涂层铁桶(桶皮厚 1.2~1.5mm)包装,不得渗漏,每桶净重 200kg。

6.3 每批包装好的成品都应附有质量证明书,证明书内容包括:生产厂名称、产品名称、批号、出厂日期、净重以及本标准编号和质量等级。

6.4 贮运时,不得猛烈撞击和倒置,严防潮湿、受热和日晒,保持通风良好,不得与食物、种子、饲料混放,避免由口、鼻吸入及与皮肤接触。

6.5 保证期:在规定的贮运条件下,甲拌磷原药的保证期从生产之日算起为 2 年。

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。

本标准由化工部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由天津农药总厂负责起草。

本标准主要起草人苗天增、王玉兰、李俊阁、侯伟。