



中华人民共和国国家标准

GB 20682—2006

杀扑磷原药

Methidathion technical

2006-09-01 发布

2007-06-01 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:杭州大地农药有限公司。

本标准主要起草人:许来威、邢红、王强、李云华、顾少麟。

杀 扑 磷 原 药

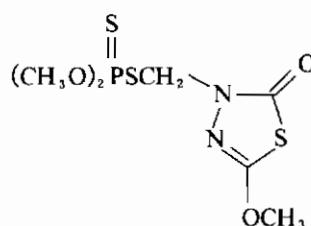
该产品有效成分杀扑磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：methidathion

CIPAC 数字代码：193

化学名称：S-2,3-二氢-5-甲氧基-2-氧代-1,3,4-噻二唑-3-基-甲基-O,O-二甲基二硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$

相对分子质量：302.3(按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫、杀螨

熔点：39℃~40℃

密度(20℃)：1.495 g/cm³

蒸气压(20℃)：0.186 mPa

溶解度(20℃, g/kg)：水中 0.25 g/L, 丙酮 690、环己酮 850、乙醇 260、正辛醇 53、二甲苯 600

稳定性：在弱酸性和中性介质中稳定；25℃, pH=13 时水解半衰期为 30 min。

1 范围

本标准规定了杀扑磷原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由杀扑磷和生产中产生的杂质组成的杀扑磷原药。

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 1600—2001, eqv CIPAC MT 30)

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法(GB/T 19138—2003, CIPAC MT 27 MOD)

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 外观：白色至黄色固体或无色至黄色液体。

3.2 杀扑磷原药应符合表 1 要求。

表 1 杀扑磷原药质量控制项目指标

项 目		指 标
杀扑磷质量分数/%	≥	95.0
水分/%	≤	0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤	0.5
丙酮不溶物质量分数/%	≤	0.2

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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 250 g。

4.2 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与杀扑磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中杀扑磷色谱峰的保留时间，其相对差值分别应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与杀扑磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中杀扑磷色谱峰的保留时间，其相对差值分别应在 1.5% 以内。

4.3 杀扑磷质量分数的测定

4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样以甲醇溶解，以甲醇-水为流动相，在以 ODS Hypersil、粒径为 5 μm 填料的色谱柱和紫外可变波长检测器，对试样中的杀扑磷进行液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

杀扑磷标样：已知质量分数 ≥ 98.0%。

4.3.1.3 仪器

液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器和定量进样阀；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：4.6 mm(i. d.) × 250 mm 不锈钢柱，内装 ODS Hypersil、粒径为 5 μm 的填充物(或具有相同柱效的其他反相色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：50 μL。

4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相：体积比 $\phi(\text{CH}_3\text{OH} : \text{H}_2\text{O}) = 55 : 45$ ；

流动相流量：1.0 mL/min；

柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

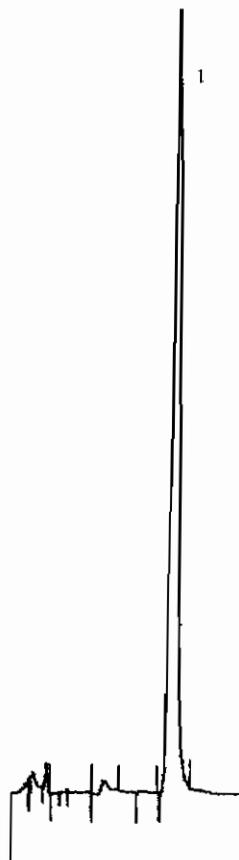
检测波长：235 nm；

进样体积：10 μL；

保留时间：杀扑磷约 11 min。

上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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。典型的杀扑磷原药的液相色谱图见图 1。



1——杀扑磷。

图 1 杀扑磷原药的液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取杀扑磷标样 0.15 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解并定容,摇匀;用移液管吸取 5 mL,置于另一 50 mL 容量瓶中,加甲醇定容,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.16 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解并定容,摇匀;用移液管吸取 5 mL,置于另一 50 mL 容量瓶中,加甲醇定容,摇匀。

4.3.1.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针杀扑磷峰面积相对变化小于 1.2%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

4.3.1.6 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杀扑磷的峰面积分别进行平均。试样中杀扑磷的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中杀扑磷峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中杀扑磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
 w ——杀扑磷标样的质量分数,%。

4.3.1.7 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。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物,使用5%SE-30/Gas Chrom Q为填料的色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的杀扑磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

杀扑磷标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二正戊酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取2.0 g的邻苯二甲酸二正戊酯,置于1 000 mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:1 m \times 3 mm(i. d.)玻璃柱;

柱填充物:5%SE-30/Gas Chrom Q(147 μ m \sim 175 μ m);

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱温 190,气化室 220,检测器室 220;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30,氢气 30,空气 300;

进样量(μ L):1.0;

保留时间(min):杀扑磷约 3.6,内标物约 4.5。

上述操作参数是典型的,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。典型的杀扑磷原药气相色谱图见图2。

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取杀扑磷标样0.10 g(精确至0.000 2 g),置于一15 mL具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入10 mL内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取试样0.10 g(精确至0.000 2 g),置于一15 mL具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入10 mL内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针杀扑磷与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针杀扑磷与内标物峰面积比的相对变化小于1.2%时,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。

4.3.2.6 计算

试样中杀扑磷的质量分数 w_1 (%)按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,杀扑磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,杀扑磷与内标物峰面积比的平均值;

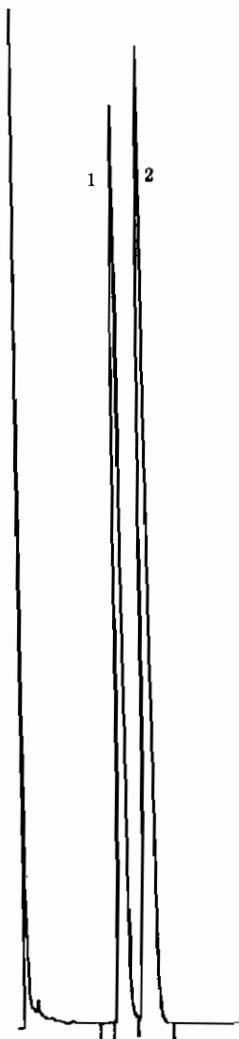
m_1 ——杀扑磷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中杀扑磷的质量分数,%。

4.3.2.7 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。



1——杀扑磷;

2——内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)。

图2 杀扑磷原药气相色谱图

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;

甲基红:1 g/L 乙醇溶液;

溴甲酚绿:1 g/L 乙醇溶液;

混合指示剂:取 2 mL 甲基红乙醇溶液和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液,混合均匀。

4.5.2 测定步骤

称取试样 1.2 g(精确至 0.002 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 6 滴混合指示剂,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为亮绿色即为终点。同时做空白测定。

4.5.3 计算

试样的酸度 w_2 (%)按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{c \cdot M \cdot (V_1 - V_0)}{1\,000\,m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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), $[M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 49]$ 。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收,应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。杀扑磷原药应用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装,注意不能使其直接接触金属。每桶净含量一般 50 kg 或 200 kg。

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

5.3 杀扑磷原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

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:本品属高毒有机磷酸酯类农药,吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。中毒症状为头晕、昏厥、目眩、呕吐、视力减弱、抽搐等。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即用盐水或芥末水催吐并立即送医院急救。本品的有效解毒剂是阿托品和解磷定。

5.6 验收期:杀扑磷原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。