

中华人民共和国国家标准

对 硫 磷 原 药

Parathion technical

GB 2897—1995

代替 GB 2897—82

对硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

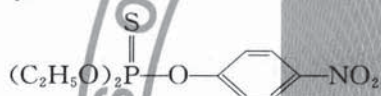
ISO 通用名称: Parathion

商品名称: 对硫磷

CIPAC 数字代号: 10.6

化学名称: *O,O*-二乙基-*O*-(4-硝基苯基)硫代磷酸酯

结构式:



经验式: $C_{10}H_{14}NO_5PS$

相对分子质量: 291.26 (按 1989 年国际相对原子质量计)

生物性质: 对硫磷是一种高效、广谱的有机磷杀虫剂和杀螨剂。它具有强大的胃毒和触杀作用, 也有渗透和熏蒸作用。

熔点: 6.1℃

沸点: 113℃/6.67 Pa

蒸气压: 5.04×10^{-3} Pa/20℃

溶解度: 25℃时, 水中溶解度为 24 mg/L; 微溶于石油醚、石脑油和矿物油; 可与大多数有机溶剂混溶。

稳定性: 对硫磷在中性或微酸性介质中较为稳定, 在 pH5~6 和 25℃时, 水解 1% 需要 62 天; 在碱性介质中易分解失效, 不能与碱性农药混用; 在 100℃以上, 较长时间加热, 会发生异构化, 变成 *O,S*-二乙基异构体。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了对硫磷原药的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存的要求。本标准适用于由对硫磷及其生产中产生的杂质组成的对硫磷原药, 应无外来杂质。

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 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/T 1604 农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

国家技术监督局 1995-06-12 批准

1996-02-01 实施

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观:棕色至褐色液体。

3.2 对硫磷原药还应符合下列指标要求:

%(m/m)

项 目		指 标	
		一 等 品	合 格 品
对硫磷含量	$\geq$	95.0	90.0
水分	$\leq$	0.2	0.3
酸度(以 H_2SO_4 计)	$\leq$	0.2	0.2

4 试验方法

除另有说明,本试验所使用的试剂均为分析纯;所用的水应符合 GB/T 6682 中的三级水规格。

4.1 对硫磷含量的测定

4.1.1 鉴别试验

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑时,至少要用另外一种方法进行鉴别。

本鉴别试验可与对硫磷含量的测定同时进行。试样溶液主(色谱)峰的保留时间与标样溶液在相同条件下对硫磷的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

另一种鉴别方法是 IR 法。试样与标样的红外光谱图,应无明显的差异。

4.1.2 对硫磷含量的测定

4.1.2.1 方法提要

试样用二硫化碳溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物,使用 1.5%SE-30+1.5%OV-210/Gas Chrom Q 为填充物的玻璃(不锈钢)柱和 FID 检测器,对对硫磷进行气相色谱分离和测定。

4.1.2.2 试剂和溶液

二硫化碳;

对硫磷标样:已知含量 $\geq 98.0\%$ (m/m);

内标物:邻苯二甲酸二正戊酯,不应含有干扰分析的杂质;

固定液:硅酮 SE-30 和 OV-210;

载体:Gas Chrom Q,150~180 μm (80~100 目)或 Chromosorb W-HP;

内标溶液:称取 4.0 ± 0.1 g 邻苯二甲酸二正戊酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用二硫化碳(需分液和用无水硫酸钠干燥)溶解并稀释至刻度,混匀。

4.1.2.3 仪器

气相色谱仪:具有 FID 检测器;

色谱数据处理机(或记录仪、满量程 10 mV);

色谱柱:2 m $\times$ 2 mm(id)玻璃(或不锈钢)柱;

柱填充物:SE-30 和 OV-210 涂在 Gas Chrom Q(150~180 μm)或 Chromsorb W-HP 上;

SE-30:OV-210:载体=1.5:1.5:100(m/m)。

4.1.2.4 色谱柱的制备

a. 固定液的涂渍:准确称取 SE-30 和 OV-210 各约 0.12 g,置于一个 250 mL 24 标准口的圆底

烧瓶中,加入足够量的三氯甲烷-丙酮(3+2)混合溶剂,使固定液全部溶解。按固定液的配比,加入确定量的载体(约8 g),使其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,直到溶剂挥发至近干时,按常规停止上述操作,将柱填充物置于120℃的烘箱中干燥2 h,取出并冷却后,过筛,备用。

b. 色谱柱的填充:将一小漏斗接到经洗净、烘干的色谱柱的出口,分次把制备好的柱填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直至填到离柱出口1.5 cm处为止。将漏斗移至色谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理过的玻璃棉后,使出口端通过橡皮管接入真空系统,开启真空泵,在入口端继续缓慢地加入柱填充物,并不断轻敲柱壁,使填充物均匀、紧密地填满色谱柱。填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以使柱填充物不被移动。

c. 色谱柱的老化:将色谱柱的入口端与气相色谱仪的汽化室相连,出口端先不接检测器,以大约15 mL/min的流量通入载气(N_2),分阶段升温至240℃,并在此温度下至少老化24 h。降温后,将柱出口端与检测器相连。

4.1.2.5 气相色谱操作条件

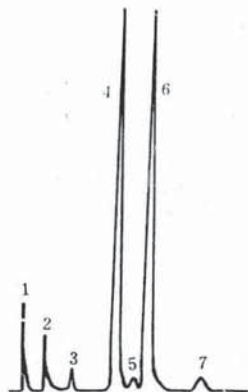
温度:柱室,180℃;汽化室,220℃;检测器室,250℃。

气体流速:载气(N_2),40 mL/min;氢气,35 mL/min;空气,300~400 mL/min。

进样量:2 μ L。

保留时间:对硫磷约7 min;内标物约9.5 min;*O,S*-二乙基异构体约12.3 min;对硝基酚约1.8 min。

上述操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器的特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。



对硫磷原药气相色谱图

1—杂质;2—对硝基酚;3—内标物的杂质;4—对硫磷;
5—内标物的杂质;6—内标物;7—*O,S*-二乙基异构体

4.1.2.6 测定步骤

a. 标样溶液的配制:称取对硫磷标样约0.12 g(精确至0.0002 g),置于一个25 mL的具塞玻璃瓶中,用移液管加入20 mL内标溶液,混匀。

b. 试样溶液的配制:称取约含0.12 g(精确至0.0002 g)对硫磷的试样,置于另一个25 mL的具塞玻璃瓶中,用同一支移液管加入20 mL内标溶液,混匀。

c. 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,计算各针相对响应值的重复性。待相邻两针的相对响应值变化小于1.2%时,按照下列顺序进行气相色谱分析:

标样溶液;试样溶液;试样溶液;标样溶液。

4.1.2.7 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中,对硫磷与内标物峰面积之比,分别进行平均。对硫磷的质量百分含量(X_1)按式(1)计算:

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

式中: r_1 ——标样溶液中,对硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,对硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——对硫磷标样的称样量,g;

m_2 ——试样的称样量,g;

P ——对硫磷标样的纯度,%(m/m)。

4.1.2.8 允许差

二次平行测定结果之差,应不大于1.0%(m/m)。取其平均值,作为报出结果。

4.2 水分的测定

按 GB 1600 中的卡尔·费休法(当水分小于1.0%时)或共沸蒸馏法(当水分大于1.0%时)进行测定(允许使用精度相当的微量水分测定仪测定)。

4.3 酸度的测定

4.3.1 试剂和溶液

95%乙醇(GB 679);

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

混合指示液:取2 mL 甲基红乙醇溶液(1 g/L)和10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)混合均匀。

4.3.2 测定步骤

称取约5 g(精确至0.01 g)试样,置于一个250 mL的锥形瓶中,加入30 mL 95%乙醇,摇匀后,加入2 mL 混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由橙黄色变为亮绿色为终点。同时做空白测定。

以质量百分数表示的试样的酸度(X_2)按式(2)计算:

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

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 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, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的称样量,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。

如试样溶液颜色较深,用指示液难以指示终点时,可采用电位滴定法测定。

5 检验规则

5.1 取样方法

按照 GB 1605 中“乳剂和液体状态的采样”取样。用随机方法确定取样的包装件。最终取样量一般应不少于250 g(或250 mL)。

5.2 验收规则

按照 GB/T 1604 进行验收。

6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 对硫磷原药的包装及其标志应符合 GB 3796、GB 190 及 GB 191 中的有关规定。
- 6.2 对硫磷原药应用清洁、干燥(内涂耐对硫磷原药侵蚀的保护层)的大铁桶包装,不得渗漏。每桶净质量应不大于 200 kg。
- 6.3 根据用户的要求或供需双方达成的协议,可以采取其他形式的包装,但要符合 7.1 条的规定。
- 6.4 贮运时,严防潮湿和日晒,保持通风良好。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。
- 6.5 安全:在使用说明书或包装容器上,除有相应的毒性标志外,还应有毒性说明、使用注意事项、解毒方法和抢救措施等。对硫磷是一种抑制胆碱酯酶的有机磷杀虫剂,吞噬或吸入均有毒。它可通过皮肤渗入。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。
- 6.6 保证期:在规定的储运条件下,对硫磷原药的保证期,从生产日期算起为 2 年。保证期内,各项指标均应符合标准要求。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。
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。
本标准主要起草人谢冉祥、郭桂玲、李凤英。