ICS 65.100.10
G 25

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

水胺硫磷原药

Isocarbophos technical

（报批稿）

200×-××-××发布　　200×-××-××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章是强制性的，其余是推荐性的。

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(SAC/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：湖北仙隆化工股份有限公司、河北威远生物化工股份有限公司。

本标准主要起草人：姜敏怡、于亮、张雪、杨锦蓉、高永民。

水胺硫磷原药

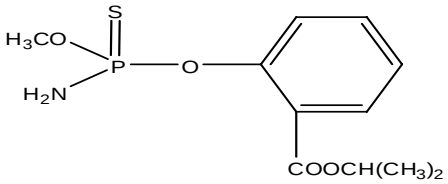
该产品有效成分水胺硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Isocarbophos

CAS登录号：24353-61-5

化学名称：*O*-甲基-*O*-(2-异丙氧基甲酰基苯基)硫代磷酰胺

结构式：



实验式：$C_{11}H_{16}NO_4PS$

相对分子质量：288.0（按2003年国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫、杀螨

熔点：45℃~46℃

溶解性：能溶于乙醇、乙醚、苯、丙酮及乙酸乙酯，不溶于水和石油醚

稳定性：在中性及微酸性条件下比较稳定，遇碱易分解

1 范围

本标准规定了水胺硫磷原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由水胺硫磷和生产中产生的杂质组成的水胺硫磷原药。

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

GB/T 19138　农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至浅黄色晶体。

3.2　水胺硫磷原药应符合表 1 要求。

表1　水胺硫磷原药质量控制项目指标

项　　目	指　　标
水胺硫磷质量分数/% ≥	95.0
水分/% ≤	0.3
丙酮不溶物[a]/% ≤	0.5
酸度(以H_2SO_4计)/% ≤	0.3
a 正常生产时丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

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100 g。

4.2　鉴别试验

红外光谱法——试样与水胺硫磷标样在4000cm^{-1}～400cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。水胺硫磷标样红外光谱图见图1。

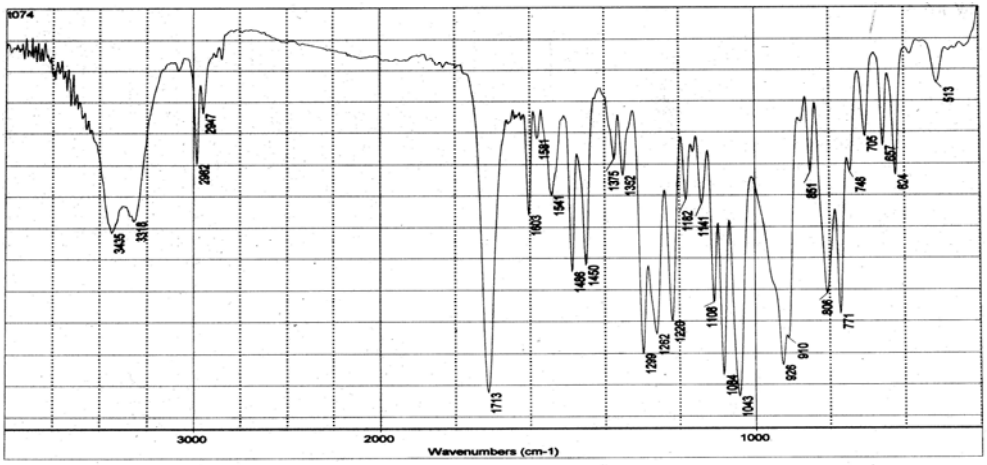


图 1 水胺硫磷标样红外光谱图

液相色谱法—本鉴别试验可与水胺硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中水胺硫磷的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5％ 以内。

4.3　水胺硫磷质量分数的测定

4.3.1　高效液相色谱法（仲裁法）

4.3.1.1　方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相，使用以 BDS Hypersil C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器（225 nm），对试样中的水胺硫磷进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2　试剂和溶液

甲醇；

水：新蒸二次蒸馏水；

水胺硫磷标样：已知质量分数， ω≥97.5%。

4.3.1.3　仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：150 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 BDS Hypersil C_{18} 5μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50μL；

定量进样管：5μL；

超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（CH_3OH∶H_2O）=60∶40；

流速：1.0 mL/ min；

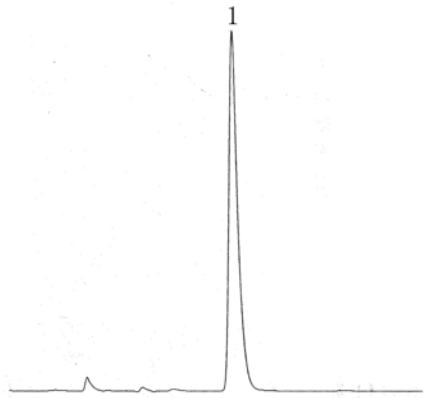
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；

检测波长：225 nm；

进样体积：5μL；

保留时间：水胺硫磷 约5.6 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。典型的水胺硫磷原药高效液相色谱图见图2。



1—水胺硫磷。

图 2 水胺硫磷原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g水胺硫磷标样（精确至0.0002 g），置于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含水胺硫磷0.1 g的试样（精确至0.0002 g），置于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.1.6 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，直至相邻两针水胺硫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、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.1.7 计算

试样中水胺硫磷的质量分数ω_1（%），按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

A_1——标样溶液中，水胺硫磷峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，水胺硫磷峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω ——水胺硫磷标样的质量分数，以%表示。

4.3.1.8　允许差

水胺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。

4.3.2　气相色谱法

4.3.2.1　方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以癸二酸二正丁酯为内标物，使用5% OV-3填充柱，和氢火焰离子化检测器，对试样中的水胺硫磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2　试剂和溶液

乙酸乙酯；

癸二酸二正丁酯：不含有干扰分析的杂质；

水胺硫磷标样：已知质量分数，ω≥97.5%；

内标溶液：称取5 g的癸二酸二正丁酯于250 mL的容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

固定液：OV-3；

载体：101硅烷化担体（180μm ~250μm）。

4.3.2.3　仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：1 m×3 mm (i.d.) 玻璃柱（或不锈钢柱），内装5% OV-3/101硅烷化白色担体（180μm~250μm）填充物。

4.3.2.4　气相色谱操作条件

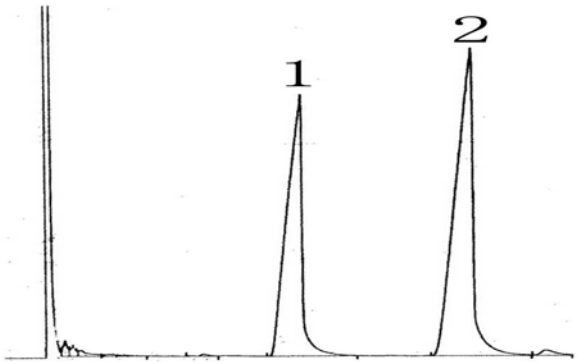
温度(℃)：柱室 210、气化室 270、检测室 270；

气体流量(mL/min)：载气 (N_2) 60、氢气40、空气400；

进样体积：0.6 μL；

保留时间：水胺硫磷 约6.1 min、内标物 约9.5 min。

上述气相色谱操作条件，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。典型的水胺硫磷原药与内标物的气相色谱图见图3。



1—水胺硫磷；

2—内标物。

图 3 水胺硫磷原药与内标物的气相色谱图

4.3.2.5　测定步骤

4.3.2.5.1　标样溶液的配制

称取水胺硫磷标样0.2 g(精确至0.0002 g)，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.2.5.2　试样溶液的配制

称取含水胺硫磷0.2 g的试样 (精确至0.0002 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用与4.3.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.2.6　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，直至相邻两针水胺硫磷与内标物的峰面积比的相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

4.3.2.7　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水胺硫磷与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中水胺硫磷质量分数ω2(%)按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \cdots\cdots (2)$$

式中：

r_1——标样溶液中水胺硫磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中水胺硫磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中水胺硫磷的质量分数，以%表示。

4.3.2.8　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。

4.4　水分的测定

按GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5　丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.6　酸度的测定

4.6.1　试剂和溶液

无水乙醇；

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

溴酚兰乙醇溶液：ρ（溴酚兰）=1g/L。

4.6.2　测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.002g)，置于一个 250 mL 锥形瓶中，加入无水乙醇 20 mL，摇动使试样溶解。加入 3 滴溴酚兰指示剂，用 0.02 mol / L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至兰色即为终点。同时做空白测定。

4.6.3　计算

试样的酸度 ω_3(%)，按式(3)计算：

$$\omega_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \times M}{m \times 1000} \times 100 \cdots\cdots (3)$$

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($\frac{1}{2}$ H_2SO_4) = 49 g/mol]。

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 水胺硫磷原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 水胺硫磷原药应用清洁、干燥坚固的塑料（铁）桶包装，每桶净含量应不超过 200 kg。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 水胺硫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**：本品属高毒有机磷杀虫剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后，应立即用肥皂和大量清水冲洗。如发生中毒时，应立即送医院对症治疗。可用阿托品或解磷定解毒。

5.6 **验收期**：水胺硫磷原药的验收期为 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。