

ICS 65.100.10
G 25
备案号：65357—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5421—2018



2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

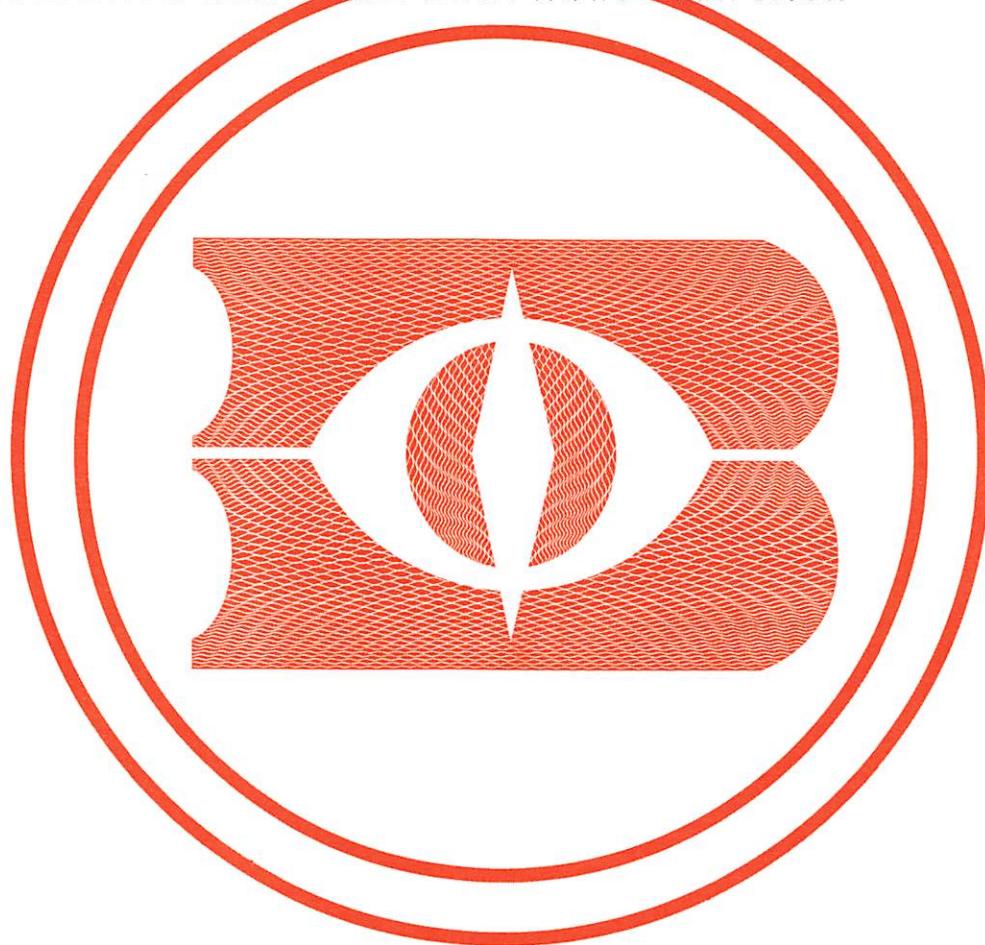
本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：河北三农农用化工有限公司、河北威远生物化工有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、徐焕文、侯德粉、杨锦蓉、王春燕、次素英。



噻唑膦原药

1 范围

本标准规定了噻唑膦原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻唑膦及其生产中产生的杂质组成的噻唑膦原药。

注：噻唑膦的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1600—2001 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

无色至浅金黄色液体。

3.2 技术指标

噻唑膦原药还应符合表 1 的要求。

表 1 噻唑膦原药控制项目指标

项 目		指 标
噻唑膦质量分数/%	≥	93.0
水分/%	≤	0.4
丙酮不溶物 ^a /%	≤	0.1
pH 范围		3.0~7.0
^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 警示

使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

4.4 鉴别试验

红外光谱法——试样与噻唑膦标样在 $4\ 000\text{ cm}^{-1}\sim400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。噻唑膦标样的红外光谱图见图 1。

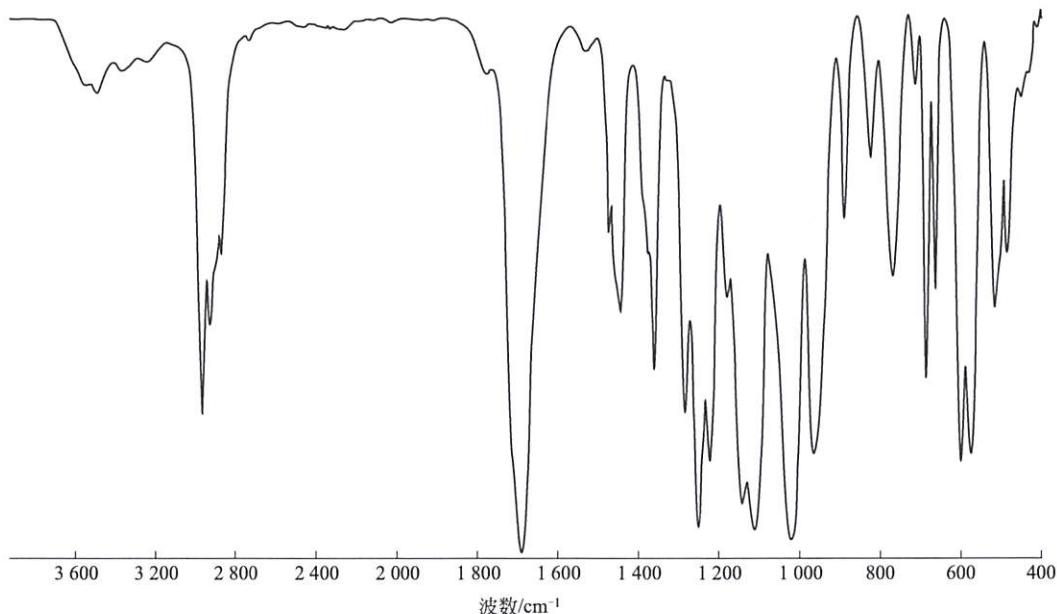


图 1 噻唑膦标样的红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与噻唑膦质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中噻唑膦的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 噻唑膦质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇 + 水为流动相，使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（波长 220 nm）对试样中的噻唑膦进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

噻唑膦标样：已知噻唑膦质量分数， $w \geqslant 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\varphi(\text{甲醇} : \text{水}) = 70 : 30$ ，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

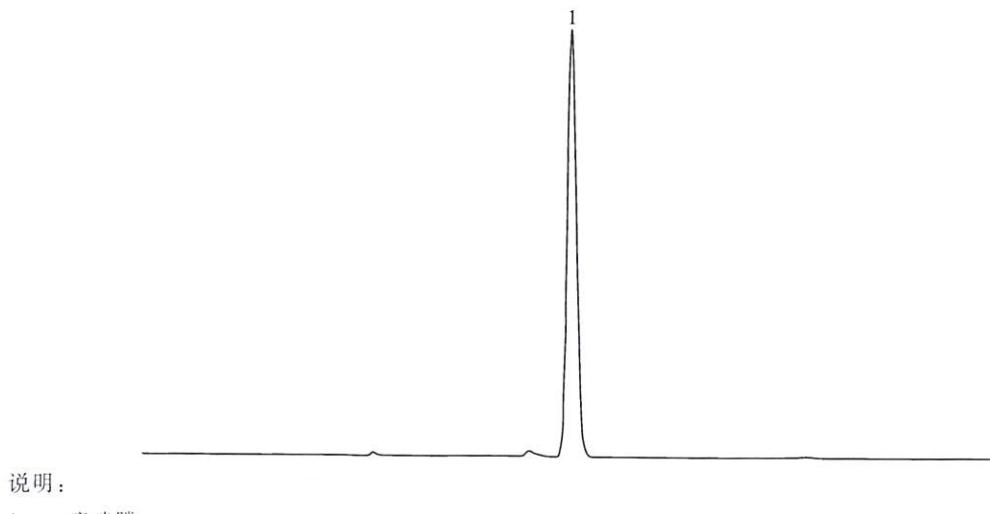
柱温：室温（温差变化应不大于 2 °C）；

检测波长：220 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：噻唑膦约 5.2 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果。典型的噻唑膦原药的高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——噻唑膦。

图 2 噻唑膦原药的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）噻唑膦标样于 50 mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 噻唑膦的噻唑膦原药（精确至 0.0001 g）于 50 mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.3 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，直至相邻两针噻唑膦峰面积的相对变化小于 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测定。

4.5.5.4 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噻唑膦峰面积分别进行平均。试样中噻唑膦质量分数按公式(1)计算：

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

式中：

w_1 —试样中噻唑膦质量分数，以%表示；

A_2 —试样溶液中噻唑膦峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克(g)；

w ——噻唑膦标样中噻唑膦质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中噻咤膦峰面积的平均值；

m_2 —试样的质量的数值，单位为克(g)。

4.5.6 允许差

噻唑膦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。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.8 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。噻唑膦原药验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

噻唑膦原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。噻唑膦原药用清洁、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。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。

6.2 贮运

噻唑膦原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。



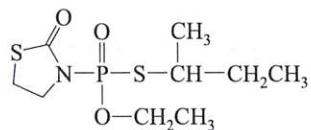
附录 A
(资料性附录)
噻唑膦的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分噻唑膦的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称：Fosthiazate

CAS 登录号：98886-44-3

化学名称：(RS)-S-仲丁基-O-乙基-2-氧化-1,3-噻唑烷-3-基硫代磷酸酯
结构式：



实验式：C₉H₁₈NO₃PS₂

相对分子质量：283.3

生物活性：杀虫

沸点：198 °C (67 Pa)

溶解度 (20 °C)：水中 9.85 g/L。正己烷中 15 g/L，与二甲苯、N-甲基吡咯烷酮和异丙醇混溶

稳定性：在水中 DT₅₀ 3 d