

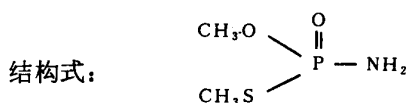
甲 胺 磷 乳 油

Methamidophos emulsifiable concentrates

本标准适用于甲胺磷原油、乳化剂、溶剂配制成的甲胺磷乳油。

有效成分：O, S - 二甲基硫代磷酰胺。

分子式：C₂H₈NO₂PS



分子量：141.1(按1979年国际原子量)

1 技术条件

1.1 外观：浅黄色透明液体，无明显沉淀物。

1.2 甲胺磷乳油应符合下列指标要求：

指 标 名 称		指 标
O, S - 二甲基硫代磷酰胺含量, %	>	50.0
乳液稳定性		合格
水分含量, %	<	0.30
酸度 (以H ₂ SO ₄ 计), %	<	0.50

2 检验规则

2.1 甲胺磷乳油应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证出厂的甲胺磷乳油符合本标准的要求。每批出厂的甲胺磷乳油都应附有一定格式的质量证明书。

2.2 每批甲胺磷乳油量应不超过每个调制锅的最大容量。

2.3 取样方法：每批样中任抽一瓶,取样量不少于0.5公斤,装入清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中,密封,并粘贴标签,注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期及地点,送交检验部门进行检验。

2.4 检验结果中,若有一项指标不符合本标准,应重新在同批中任抽两瓶再行核验。重新检验的结果即使有一项指标不符合本标准,则整批甲胺磷乳油不能验收。

2.5 产品出厂时,收购单位有权按本标准检验其质量是否符合本标准的要求。

2.6 当供需双方对产品质量发生争议时,可由双方协商解决,或由指定的仲裁机构,按本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

2.7 薄层碘量法为含量的仲裁检验方法。

3 检验方法

3.1 O, S - 二甲基硫代磷酰胺的含量测定

3.1.1 薄层碘量法

3.1.1.1 试剂和溶液

乙酸乙酯 (HG 3—1226—79): 分析纯;

丙酮 (GB 686—78): 分析纯;

甲醇 (GB 683—79): 分析纯;

冰乙酸 (GB 676—78): 分析纯;

氢氧化钠 (GB 629—77): 分析纯;

氢氧化钠-甲醇溶液: 2 N溶液;

碘标准溶液: 0.01 N水溶液, 先按GB 601—77《化学试剂 标准溶液制备方法》配制0.1 N溶液, 再稀释10倍;

展开剂: 乙酸乙酯: 丙酮: 水 = 8:4:1 (体积比);

硅胶G (薄层层析用): 青岛海洋化工厂生产;

样品溶液: 称取甲胺磷乳油约2.5克 (准确至0.0002克), 置于25毫升容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度。

3.1.1.2 仪器

层析缸;

吸滤器: 见图1;

抽滤瓶: 见图2, 硬质玻璃制, 壁厚2毫米。AB面磨平。

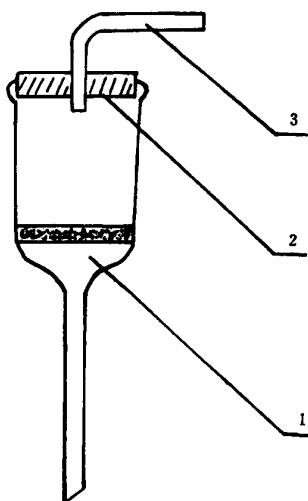


图1 吸滤器

1—砂芯漏斗, 3号; 2—橡皮塞;

3—玻璃管, 内径3毫米

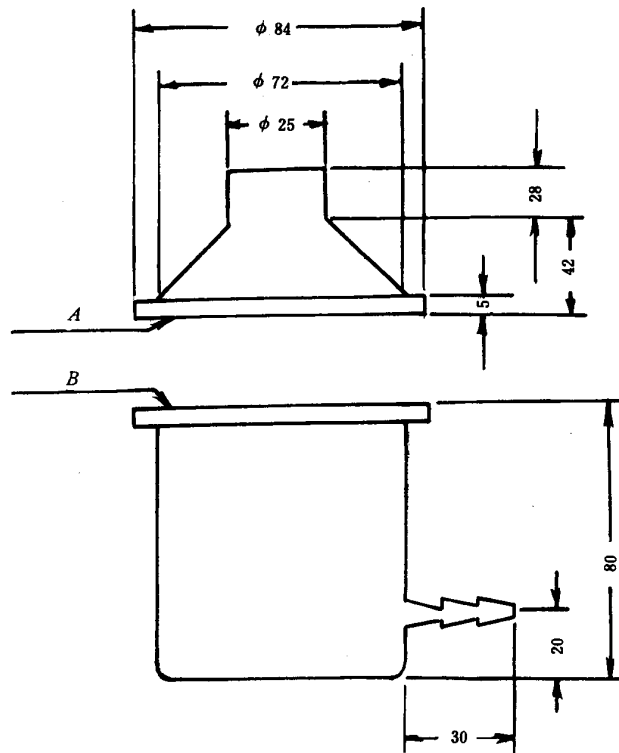


图 2 抽滤瓶

层析玻璃板：180毫米×150毫米×3毫米。

3.1.1.3 测定步骤

3.1.1.3.1 薄层板的制备

称取10克硅胶G，置于玻璃研钵中，加入25毫升蒸馏水(视每批硅胶G质量可适当增减)，仔细研磨至均匀糊状，立即倒在洁净的层析玻璃板上，轻轻振动玻璃板，使硅胶在板上分布均匀且无气泡，置板于水平处，在红外灯下或空气中固化后，放入130℃烘箱中活化40分钟，稍冷后，取出，贮存于装有硅胶干燥剂的干燥器中备用。

3.1.1.3.2 薄层分离

取一块已活化好的薄层板，用0.5毫升移液管吸取0.5毫升样品液，在离薄层板底边2.5厘米处成直线状点样(点样线两端离两边各1.5厘米)。风干除去溶剂后，直立于盛有展开剂的层析缸中展开(薄层板浸入溶剂约1厘米)，当溶剂前沿上升到距离点样线约13厘米时，把板取出，待溶剂挥发至近干，将板平置于装有40瓦电灯的无盖盒上，使光向上透射，用针划出甲胺磷谱带阴影前沿，继续让溶剂完全挥发，用吸滤器将甲胺磷谱带前沿以下4厘米宽的硅胶带吸入，用甲醇润湿的棉球擦净未吸入的硅胶，一放入吸滤器中，将吸滤器连接到内放有100毫升碘量瓶的抽滤装置上(如图3)，向吸滤器内加入10毫升甲醇，用玻璃棒搅动硅胶成糊状，减压下将滤液滤入碘量瓶中，每次用6毫升甲醇重复洗脱两次。

3.1.1.3.3 碱解碘量法测定

向上述滤液中加入7毫升2N氢氧化钠-甲醇溶液，于30℃水浴上碱解10分钟，取出后置于冰浴中冷却10分钟，加入10毫升冰乙酸，立即塞紧瓶塞，并用甲醇封口，继续冷却5分钟，取出，用少量甲醇洗涤瓶塞，立即用0.01N碘标准溶液滴定至浅黄色，并在1分钟内不消失为终点。同时另取薄层板在相应区域做空白分析。

甲胺磷含量% (X) 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{(V_2 - V_1) N \times 0.1411}{W} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

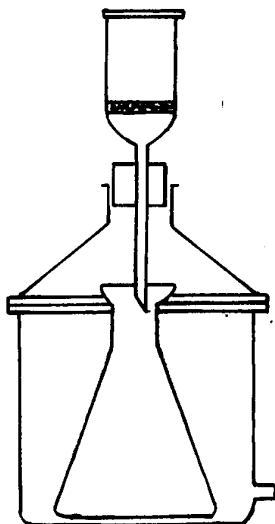


图3 抽滤装置

式中: V_2 —— 样品消耗碘标准溶液的体积, 毫升;
 V_1 —— 空白消耗碘标准溶液的体积, 毫升;
 N —— 碘标准溶液的当量浓度;
0.1411 —— 甲胺磷的毫克当量;
 W —— 点样所含甲胺磷样品的重量, 克。

3.1.1.4 方法偏差

本方法的平行偏差不得大于1%。

3.1.2 气相色谱法

3.1.2.1 试剂

聚新戊二醇己二酸酯;
正十六醇: 色谱标准;
三氯甲烷(氯仿)(GB 682—78): 分析纯;
甲醇(GB 683—79): 分析纯;
101白色硅烷化担体: 120~140目;
甲胺磷标准品: 含量>99%。

3.1.2.2 仪器

气相色谱仪: 102G(带氢火焰离子化检测器);
色谱柱: 长42厘米、内径2毫米的聚四氟乙烯管;
微量注射器: 10微升。

3.1.2.3 色谱柱制备

3.1.2.3.1 固定液的涂布

称取2.22克聚新戊二醇己二酸酯，置于小烧杯中，加入适量三氯甲烷（正好能浸没要涂的全部担体），搅拌使之溶解完全。将担体20克一次倒入上述溶液中，轻轻搅拌，混合均匀，倒入培养皿中，在红外灯下使溶剂完全挥发，过筛，取100~120目筛分备用。

3.1.2.3.2 色谱柱的填充

将色谱柱一端连接玻璃小漏斗，另一端塞干净纱布包裹的硅烷化玻璃棉，用洁净橡皮管与真空泵相连，开启真空泵，从漏斗中分批加入已涂好的担体，不断轻轻振动色谱柱，待担体均匀紧密地填满后，取下漏斗，在入口端也塞以硅烷化的玻璃棉。

3.1.2.3.3 色谱柱的老化

将色谱柱填充担体时的入口端与色谱仪的气化室相接，出口端先不与检测器相连，以每分钟15毫升的载气流量，于175℃的柱温下老化24小时，然后将柱出口端与检测器相接。

3.1.2.4 色谱操作条件

柱温：160℃（水银温度计实测值）；

气化温度：175℃（表头示值）；

检测器温度：165℃（表头示值）；

载气（N₂）流量：28毫升/分；

柱前压：0.8~1.2公斤/厘米²；

氢气流量：35毫升/分；

空气流量：450毫升/分；

灵敏度：1000；

衰减：1/4；

记录仪满标：5毫伏；

记录仪纸速：5毫米/分；

进样量：0.4微升；

甲胺磷保留时间：约5分钟；

正十六醇保留时间：约8分30秒。

3.1.2.5 测定步骤**3.1.2.5.1 甲胺磷标准溶液的配制**

称取甲胺磷标准品约1克（准确至0.0002克），内标物正十六醇约0.3克（准确至0.0002克），用50毫升三氯甲烷溶解，盛于具塞容量瓶中，在冰箱或放有冰块的冷藏瓶中存放，每次分析时倒出数毫升备用。

3.1.2.5.2 甲胺磷乳油样品溶液的配制

在10毫升具塞瓶中，称取内标物正十六醇约0.1克（准确至0.0002克）和甲胺磷乳油约0.6克（准确至0.0002克），加入10毫升甲醇-三氯甲烷混合溶剂（体积比约4:1），溶解后备用。

3.1.2.5.3 测定

在3.1.2.4的色谱条件下，待仪器稳定后，先注入两针标准溶液，使色谱柱饱和，如甲胺磷的响应基本稳定，则按下列顺序进样分析：

- a. 标准溶液；
- b. 样品溶液；
- c. 样品溶液；
- d. 标准溶液。

3.1.2.5.4 计算

根据a、d两针标准溶液所得的色谱图，分别测量甲胺磷和内标物的峰高，按式（2）计算甲胺磷的定量校正因子 \bar{f} ：

$$\bar{f} = \frac{W_i \cdot \bar{h}_s}{W_s \cdot \bar{h}_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中： W_i 、 W_s ——标准溶液中甲胺磷和内标物的重量，克；

\bar{h}_i 、 \bar{h}_s ——两针标准溶液色谱图上甲胺磷和内标物峰高的平均值，毫米。

根据b.、c.两针样品溶液所得的色谱图，分别测量甲胺磷和内标物的峰高，按式(3)计算甲胺磷含量% (X)：

$$X = \bar{f} \cdot \frac{W'_s \cdot \bar{h}'_i}{W_T \cdot \bar{h}'_s} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： \bar{f} ——甲胺磷的定量校正因子；

W'_s 、 W_T ——样品溶液中内标物和样品的重量，克；

\bar{h}'_i 、 \bar{h}'_s ——两针样品溶液色谱图上甲胺磷和内标物峰高的平均值，毫米。

3.1.2.6 方法偏差

本方法的平行偏差不得大于1.2%。

3.2 乳油稳定性的测定

取342ppm标准硬水(见GB 1603—79《农药乳液稳定性测定方法》)100毫升，置于1000毫升的量筒中，吸取甲胺磷乳油1毫升，从液面上1厘米处自由滴下，滴完后至溶液呈透明真溶液的时间在20~30秒之间即为合格。

3.3 酸度测定

3.3.1 试剂

氢氧化钠(GB 629—77)：分析纯，0.02N标准溶液；

无水乙醇(GB 678—78)：分析纯；

甲基红指示剂：0.1%溶液。

3.3.2 测定步骤

称取甲胺磷乳油约2克(准确至0.002克)，放入150毫升锥形瓶中，加入无水乙醇25毫升、甲基红指示剂两滴，用0.02N氢氧化钠标准溶液滴定至黄色即为终点，同时做空白试验。

酸度(以 H_2SO_4 计)% (X)按式(4)计算：

$$X = \frac{N(V_2 - V_1) \times 0.049}{G} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

V_2 ——样品所耗氢氧化钠标准溶液体积，毫升；

V_1 ——空白所耗氢氧化钠标准溶液的体积，毫升；

G ——样品重量，克。

3.4 水分含量的测定

按GB 1600—79《农药水分测定方法》中化学滴定法(卡尔·费休法)进行。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 甲胺磷乳油用有色玻璃瓶装，每瓶净重0.5公斤或1公斤，瓶外用草套、草垫或瓦楞纸作衬垫，紧密排列在包装箱中，每箱净重不得超过15公斤。

4.2 每批包装好的成品，瓶塞必须密封，外盖紧密，箱子牢固，并应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、出厂日期、净重和产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

4.3 每箱和每瓶都应注明：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净重和本标准编号及使用方

法，并标有“高毒”、“易碎”、“易燃”、“不可倒置”等运输标志。

4.4 贮存时严防潮湿、受热和日晒，保持良好通风，不得与皮肤接触，防止由口、鼻吸入。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由沈阳化学工业研究院技术归口。

本标准由浙江省化学工业研究所和浙江省菱湖化学厂负责起草。

本标准主要起草人陈文森、方菊芬、戚加桂。