

前 言

本标准的第3章、第5章是强制的,其余是推荐的。

本标准是对强制性国家标准 GB 5452—1985《56%磷化铝片剂》修订的版本。

本标准与 GB 5452—1985《56%磷化铝片剂》的主要差异为:

- 1 在3.2节中增加每片质量 $(2.5\pm 0.1)\text{g}$ 、 $(0.6\pm 0.03)\text{g}$ 两项控制规格。
- 2 在“试验方法”一章中,检验方法中等比例减少了试剂和溶液的使用量及试样的称样量。
- 3 5.2包装中的内衬一层塑料袋的马口铁筒,每筒中放吸附剂一袋(铝瓶可不放)删掉。

本标准自实施之日起代替 GB 5452—1985。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

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:江苏双菱化工集团有限公司、济宁化工实验厂、沈阳农药厂、安徽省宁国市农药化工总厂、济宁市益民化工厂。

本标准主要起草人:张丕龙、管艳坤、周仕胜、魏绿原、程金龙、岳宪平。

本标准于1985年10月4日首次发布。

本标准为第一次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB 5452—2001

56%磷化铝片剂

代替 GB 5452—1985

56% Aluminium phosphide tablets

该产品有效成分磷化铝的其它名称、结构和基本物化参数如下：

ISO 通用名称: Aluminium Phosphide

CIPAC 数字代号: 227

化学名称: 磷化铝

结构式: AIP

实验式: AIP

相对分子质量: 57.96(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: >1 000℃

蒸气压: 1 000℃ 以下很小, 1 100℃ 升华。

稳定性: 干燥时稳定, 易吸潮分解, 释放的磷化氢气体具有坏大蒜味或电石气味; 遇酸剧烈反应, 当触及水时, 发生爆炸和着火; 在潮湿空气中可自燃。

1 范围

本标准规定了 56% 磷化铝片剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由符合标准的磷化铝原药和氨基甲酸铵及其它填料所压制成的 56% 磷化铝片剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

3 要求

3.1 外观: 灰绿色或黄绿色圆片。

3.2 56% 磷化铝片剂应符合表 1 要求。

表1 56%磷化铝片剂控制项目指标

项 目	指 标		
磷化铝的质量分数/%	≥	56.0	
每片质量/g		3.2±0.1	2.5±0.1 0.60±0.03
立面强度/MPa	≥	0.7 0.5	
粉末和碎片/%	≤	1.5	
注：不超过片剂质量 1/4 者，视为碎片。			

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.4 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 600 g。

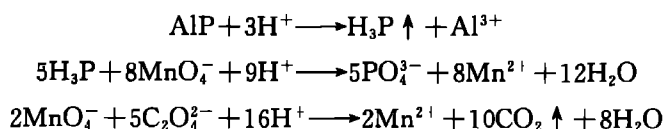
4.2 鉴别试验

称取少量试样于烧杯中，加适量水，再缓慢加入过量的 40% 硫酸，用硝酸银试纸接触产生的气体，滤纸变黑。加热微沸至无气泡，冷却至室温，加 8 g/L 氢氧化钠溶液调至 pH 值约 12 过滤，滤液用 40% 硫酸溶液调至有大量白色沉淀产生，再加入茜素-S，溶液变成玫瑰红色。

4.3 磷化铝含量测定

4.3.1 方法提要

磷化铝与酸生成磷化氢气体，用过量的 高锰酸钾溶液氧化吸收，再加入过量的草酸溶液，用高锰酸钾溶液回滴草酸。反应方程式如下：



4.3.2 试剂和溶液

高锰酸钾标准滴定溶液： $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液，按 GB/T 601 配制；

草酸标准溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液，按 GB/T 601 配制；

硫酸溶液： $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 40\%$ ，按 GB/T 603 配制。

4.3.3 仪器

电动振荡机：国际型，100 次/min。

4.3.4 测定步骤

将抽取的试样全部倒出，轻轻混匀，用四分法快速选取试样约 100 g，装入塑料袋中，将样品砸碎至粒径不超过 3 mm，转入 250 mL 磨口瓶中，混匀。选取约 10 g 试样置于研钵中迅速研细，装入磨口瓶中。用称量瓶迅速称量试样 0.14 g~0.16 g（精确至 0.000 2 g），置于预先准确加入 50 mL 高锰酸钾标准滴定溶液的 500 mL 具有磨口塞的锥形瓶中，加入硫酸溶液 25 mL，立即严密盖好，放于振荡机上，振荡 25 min 将瓶取下，准确滴加 30 mL 草酸标准溶液至紫色消失，立即用高锰酸钾标准滴定溶液滴定过量的草酸，近终点时加热至 70℃，继续滴定至微红色即为终点。

残渣和空白测定：在相同条件下，迅速称量研细的磷化铝 0.14 g~0.16 g（精确至 0.000 2 g），置于 200 mL 烧杯中，在通风橱中加入 5 mL 水，再缓慢加入硫酸溶液 25 mL，搅拌至无气泡发生后，加热微沸（2~3）min 取出冷却，全部移入预先准确加入 50 mL 高锰酸钾标准滴定溶液的 500 mL 具有磨口塞的锥形瓶中，其它操作同试样测定，准确加入草酸标准溶液 60 mL。

4.3.5 计算

试样中磷化铝的质量分数 $X_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$X_1 = \left(\frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{m_1} - \frac{c_1 V_3 - c_2 V_4}{m_2} \right) \times 0.007\ 244 \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

- 式中: c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
- c_2 ——草酸标准溶液的实际浓度, mol/L;
- V_1 ——测定试样时加入和滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液的总体积, mL;
- V_2 ——测定试样时加入草酸标准溶液的体积, mL;
- V_3 ——滴定残渣和空白时加入和滴定消耗高锰酸钾溶液的总体积, mL;
- V_4 ——滴定残渣和空白时加入草酸溶液的体积, mL;
- m_1 ——试样质量, g;
- m_2 ——残渣和空白试样质量, g;

0.007 244——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=1.000\text{ mol/L}$]相当的以克表示磷化铝的质量。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果的之差不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 每片质量的测定

4.4.1 仪器

工业天平,感量 0.01 g。

4.4.2 测定步骤

任取试样 10 片,称量(精确至 0.01 g)。

4.4.3 计算

试样每片质量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m}{10} \quad \dots\dots\dots(2)$$

- 式中: m ——10 片试样质量, g;
- 10——试样片数。

4.5 立面强度测定

4.5.1 仪器

强度测定仪:精度 0.1N。

4.5.2 测定步骤

任取试样 10 片,室温下用强度测定仪分别测试每片磷化铝片剂立面承受的压力值,再相加(F)。

4.5.3 计算

试样的立面强度 X_3 按式(3)计算

$$X_3 = \frac{F}{10} \quad \dots\dots\dots(3)$$

- 式中: F ——10 片试样所承受的压力之和, MPa;
- 10——试样片数。

4.6 粉末和碎片测定

4.6.1 仪器

工业天平

4.6.2 测定步骤

打开抽取试样的包装罐,收集全部粉末和碎片,称量(精确至 0.01 g)。

4.6.3 计算

以质量分数表示的试样中粉末和碎片 $X_4(\%)$ 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——粉末和碎片质量, g;

m_2 ——每个包装罐内磷化铝的试样质量, g。

4.7 产品的检验与验收

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

5 安全

5.1 磷化铝是高毒杀虫剂, 吸潮或遇水自行分解, 释放出的磷化氢气体对人剧毒, 空气中磷化氢气体含量达 0.14 MR/L 时, 使人呼吸困难, 以至死亡。磷化氢气体爆炸极限量为 (26.1~27.1)MR/L。

5.2 磷化氢对人体主要损害神经系统、心脏及肝脏。急性中毒症状: 轻度中毒的病人有头痛, 乏力, 恶心, 失眠, 口渴, 鼻咽发干, 胸闷, 咳嗽和低热等。中度中毒的病人出现轻度意识障碍, 呼吸困难, 心肌损伤。重度中毒则出现肺水肿, 心肌, 肝脏及肾脏损伤。

5.3 施药人员要经过严格培训, 施药过程要戴防毒面具, 穿防护服, 戴防护手套。开筒与检验时应在通风橱内与人隔离进行。工作现场禁止吸烟、进食和饮水。

5.4 如发生中毒应迅速脱离现场至空气新鲜处, 保持呼吸通畅, 呼吸困难时给予输氧并迅速送医院治疗。

5.5 发生火灾时, 应使用泡沫, 二氧化碳灭火剂。禁止使用含水的灭火剂。

6 标志、标签、包装和贮运

6.1 56%磷化铝片剂是一级 I 类危险品, 其标志, 标签, 包装和贮存应符合 GB 3796 的规定。

6.2 箱和筒上应注明“怕热”、“防火”和“遇湿易燃物品”标记。

6.3 56%磷化铝片剂装入完全密封的具丝扣盖的马口铁筒、铝筒。每筒净含量为 16 g、32 g、250 g、500 g、1.0 kg、1.5 kg。100 g 以下也可采用完全密封的具丝扣的硬酯塑料筒。外包装采用防潮阻燃纸箱、钙塑箱等, 中间采用减震材料做衬垫, 每箱净含量不超过 20 kg。每个包装单位与每片质量用清晰醒目字体标示。

6.4 根据用户要求或订货协议, 可以采用其它形式的包装, 但需符合 GB 3796 的规定。

6.5 包装件应贮存在通风、干燥的库房中, 远离火种和热源。

6.6 贮运时, 严防潮湿和日晒, 保证通风良好, 远离火源, 并不得与食物、种子和饲料混放, 避免与皮肤接触, 防止由口鼻吸入。

6.7 在规定的贮运条件下, 56%磷化铝片剂的保证期自生产日期起为 2 年。