

ICS 65.100.10
G 25
备案号:13187—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2212—2003
代替 HG 2212—1991

乙酰甲胺磷乳油

Acephate emulsifiable concentrates

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 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。

本标准代替 HG 2212—1991《乙酰甲胺磷乳油》。

本标准与 HG 2212—1991 相比主要变化如下:

- 乙酰甲胺磷含量分析保留了薄层-溴化法,将气相色谱法改为高效液相色谱法,并作为仲裁法;
- 增加了 40%乙酰甲胺磷乳油规格;
- 增加了相关杂质乙酰胺、甲胺磷控制项目及指标;
- 水分由原标准中 $\leq 1.0\%$ 降低至 $\leq 0.6\%$;
- 将原标准中测定酸度的氢氧化钠标准滴定溶液浓度 0.05 mol/L 改为 0.02 mol/L。

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(CSBTS/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:浙江嘉化实业股份有限公司、杭州庆丰农化有限公司、武进农药厂。

本标准主要起草人:高晓晖、咎艳坤、傅凤菊、童婉儿、偶国建。

原标准 HG 2212 于 1991 年首次发布。

乙酰甲胺磷乳油

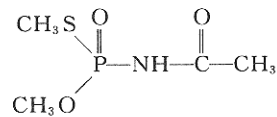
该产品有效成分乙酰甲胺磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称: acephate

CIPAC 数字代号:338

化学名称: *O,S*-二甲基-*N*-乙酰基硫代磷酰胺

结构式：



实验式: $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{NO}_3\text{PS}$

相对分子质量:183.2(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性:杀虫

熔点: $88^{\circ}\text{C} \sim 89^{\circ}\text{C}$

蒸气压(24℃):0.226 mPa

相对密度(20℃):1.35

溶解度(室温):水中 650 g/L;丙酮、乙醇>100 g/L;芳烃溶剂<50 g/L

稳定性:在微酸性条件下稳定,半衰期 DT_{50} (40℃) 60 h (pH9), 710 h (pH3)

1 范围

本标准规定了乙酰甲胺磷乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于乙酰甲胺磷原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的乙酰甲胺磷乳油。

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 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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

3 要求

3.1 组成和外观:本品应由符合标准的乙酰甲胺磷原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成。应为稳定的均相液体。

3.2 乙酰甲胺磷乳油应符合表 1 要求。

表 1 乙酰甲胺磷乳油控制项目指标

项 目		指 标	
		30%乳油	40%乳油
乙酰甲胺磷质量分数,%	≥	30.0	40.0
乙酰胺质量分数 ^a ,%	≤	0.3	0.4
甲胺磷质量分数 ^a ,%	≤	0.8	1.0
水分,%	≤	0.6	
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计),%	≤	0.5	
乳液稳定性(稀释 200 倍)		合格	
低温稳定性 ^a		合格	
热贮稳定性 ^a		合格	
^a 乙酰胺质量分数、甲胺磷质量分数、低温稳定性、热贮稳定性等项目在正常生产情况下,至少每三个月检验一次。			

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”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 200 mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 液相色谱法——本鉴别试验可与乙酰甲胺磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中乙酰甲胺磷色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5%以内。

4.2.2 红外光谱法——将乙酰甲胺磷用薄层色谱法从干扰成分中分离出来 [硅胶,展开剂:三氯甲烷+乙醇+氨水=10+3+1;(R_f=0.5)],试样中分离的有效成分与标样在 4 000 cm⁻¹~800 cm⁻¹波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。乙酰甲胺磷标样的红外标准谱图见图 1。

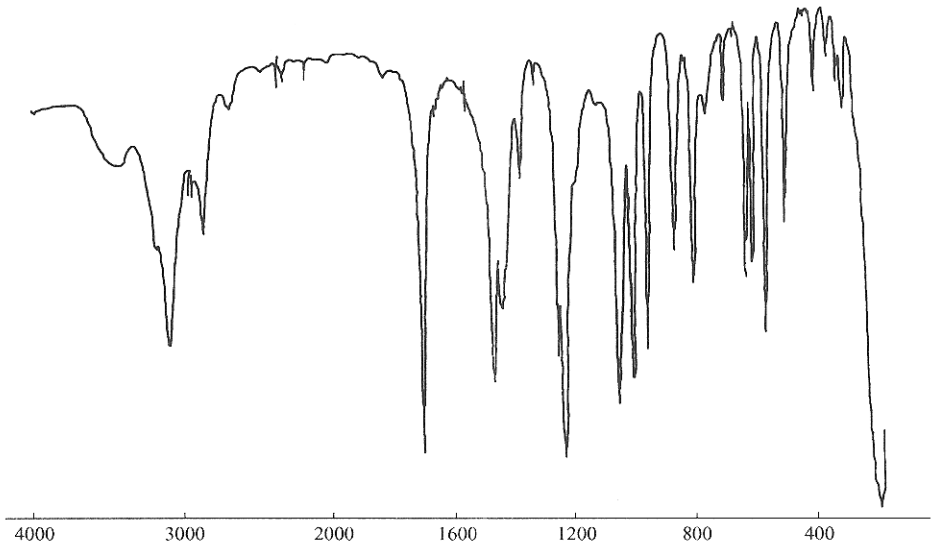


图 1 乙酰甲胺磷标样的红外光谱图

4.3 乙酰甲胺磷、乙酰胺和甲胺磷质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈-水（用磷酸将水的 pH 值调至 3）为流动相，使用以 CAPCELL PAK C₁₈、5 μm 为填料的色谱柱和可变波长紫外检测器，对试样中的乙酰甲胺磷、乙酰胺和甲胺磷进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器和定量进样阀；

色谱数据处理机；

色谱柱：4.6 mm (id) × 250 mm 不锈钢柱，内装 CAPCELL PAK C₁₈、5 μm 的填充物（或具有相同柱效的其他反相色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：250 μL。

4.3.1.3 试剂和溶液

乙腈：色谱级；

磷酸；

水：新蒸二次蒸馏水；

乙酰甲胺磷标样：已知乙酰甲胺磷质量分数 ≥ 99.0%（无干扰分析的杂质）；

乙酰胺标样：已知乙酰胺质量分数 ≥ 98.0%；

甲胺磷标样：已知甲胺磷质量分数 ≥ 98.0%；

流动相：Ψ（乙腈：水）= 10：90，用磷酸将水的 pH 值调至 3，混合均匀后，用 0.45 μm 滤膜过滤；超声脱气 10 min。

乙酰胺标样溶液的制备：称取乙酰胺标样 0.03 g（精确至 0.000 2 g），置于 50 mL 容量瓶中，加流动相溶解，并稀释至刻度，摇匀。

甲胺磷标样溶液的制备：称取甲胺磷标样 0.08 g（精确至 0.000 2 g），置于 50 mL 容量瓶中，加流动相溶解，并稀释至刻度，摇匀。

4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相流速：1.0 mL/min；

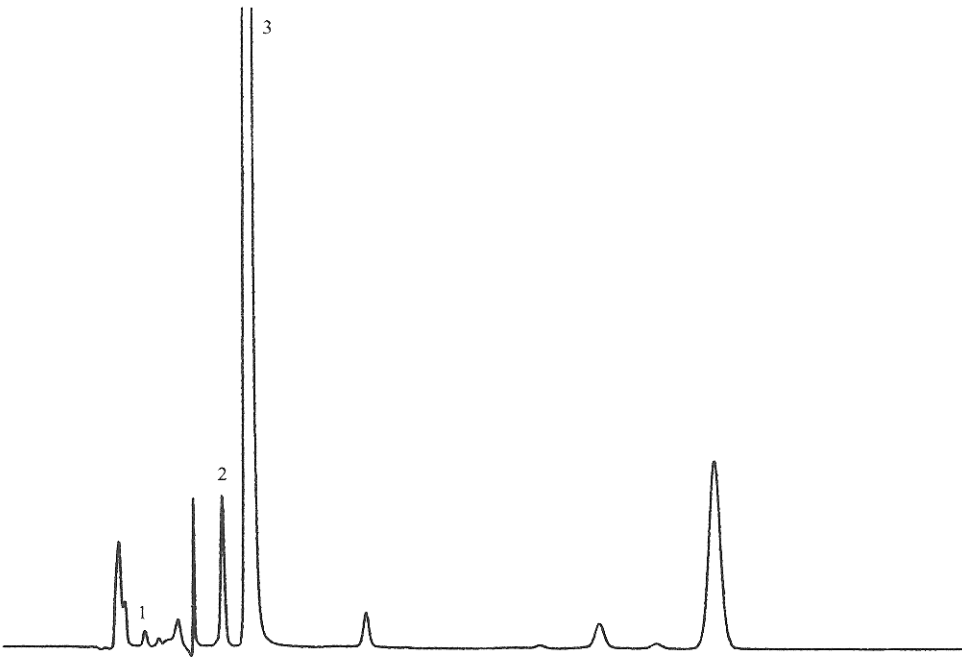
柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）；

检测波长：210 nm；

进样体积：20 μL；

保留时间：乙酰胺 2.7 min、甲胺磷 3.9 min、乙酰甲胺磷 4.3 min。

上述液相色谱操作条件，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。典型的乙酰甲胺磷乳油试样高效液相色谱图见图 2。



1—乙酰胺；2—甲胺磷；3—乙酰甲胺磷
图2 乙酰甲胺磷乳油高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取乙酰甲胺磷标样 0.06 g (精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用移液管分别移取 1.0 mL 乙酰胺标样溶液和甲胺磷标样溶液于同一容量瓶中，加流动相溶解并定容，摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取含乙酰甲胺磷 0.06 g 的试样 (精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加流动相溶解并定容，摇匀。

4.3.1.6 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，直至相邻两针乙酰甲胺磷峰面积相对变化小于 1.5% 后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

4.3.1.7 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乙酰甲胺磷的峰面积 (乙酰胺、甲胺磷的峰面积或峰高) 分别进行平均。试样中乙酰甲胺磷 (乙酰胺、甲胺磷) 的质量分数 w_1 (%) 按式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中乙酰甲胺磷的峰面积 (乙酰胺、甲胺磷的峰面积或峰高) 的平均值；

A_2 ——试样溶液中乙酰甲胺磷的峰面积 (乙酰胺、甲胺磷的峰面积或峰高) 的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

P ——乙酰甲胺磷 (乙酰胺、甲胺磷) 标样的质量分数，数值以 % 表示；

f ——稀释因子，对乙酰甲胺磷 $f=1$ ，乙酰胺和甲胺磷 $f=0.02$ 。

4.3.1.8 允许差

两次平行测定结果之差，对乙酰甲胺磷应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 薄层-溴化测定方法（测定乙酰甲胺磷质量分数）

4.3.2.1 方法提要

试样经薄层层析，将乙酰甲胺磷与杂质分离，刮下含有乙酰甲胺磷的谱带，用溴化法测定乙酰甲胺磷的含量。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

乙醇；

氨水；

硫酸溶液： Ψ （硫酸：水）=1：4；

碘化钾水溶液： w （KI）=30%；

溴酸钾-溴化钾溶液：称取 4.2 g 溴酸钾和 40 g 溴化钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀；

氯化钯显色液： ρ （PdCl₂）=5 g/L，称取 0.5 g 氯化钯，用 1 mL 浓盐酸溶解，用水稀释至 100 mL；

硫代硫酸钠标准滴定溶液： c （Na₂S₂O₃）=0.05 mol/L；

可溶性淀粉指示液：5 g/L；

展开剂： Ψ （三氯甲烷：乙醇：氨水）=10：3：1；

硅胶 G（薄层层析用）。

4.3.2.3 仪器

层析缸；

研钵；

干燥器；

层析板：18 cm×15 cm×0.3 cm 平滑玻璃板；

移液管（按实际操作条件对容量进行校正）：0.5 mL。

4.3.2.4 测定步骤

4.3.2.4.1 层析板的制备

称取 12 g 硅胶 G，置于研钵中，加入 30 mL 水，研磨至均匀糊状，立即倒在干净的层析板上，轻轻振动层析板，使硅胶在板上分布均匀且无气泡，置板于水平处。固化后，置此层析板于 130℃ 烘箱中，活化 40 min，稍加冷却后，移入干燥器中备用。

4.3.2.4.2 试样溶液的配制

称取含乙酰甲胺磷约 0.5 g 的试样，精确至 0.000 2 g，置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.2.4.3 薄层分离

用移液管吸取 0.5 mL 试样溶液，在离层析板底边 2.5 cm 处成直线状点样（点样线两端离两边各 1.5 cm），待溶剂干后，直立于盛有展开剂的层析缸中展开（薄层板浸入溶剂约 1 cm），当溶剂前沿上升到距离点样线约 13 cm 时，将板取出，待溶剂挥发干后，喷氯化钯显色液显色，将乙酰甲胺磷谱带区（R_f 约 0.5）的硅胶刮入一个 500 mL 碘量瓶中，用少量水冲洗瓶壁，加水约 80 mL。

4.3.2.5 测定

向上述溶液中准确加入溴酸钾-溴化钾溶液 15 mL，硫酸溶液 10 mL，即塞紧瓶塞摇匀，并用少量水封口，于 40℃ 恒温水浴中放置 20 min。取出后置于冰浴中冷却 5 min，取出后，加入 10 mL 碘化钾溶液，立即塞紧瓶塞，并用水封口，摇匀，放置 2~3 min，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色，加入淀粉指示液 3 mL，继续滴至蓝色消失，即为终点。同时另取层析板在相应区域做

空白测定。

4.3.2.6 计算

试样中乙酰甲胺磷的质量分数 w_2 (%) 按式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{[(V_1 - V_0) / 1000] cM}{\frac{m}{10} \times 0.5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定空白溶液, 消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定试样溶液, 消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

M ——乙酰甲胺磷的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=30.533$)。

4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差, 应不大于 1.0%, 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。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

95%乙醇;

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$; 按 GB/T 601 配制;

甲基红指示液: 2 g/L 乙醇溶液。

4.5.2 测定步骤

称取试样 1~2 g (精确至 0.002 g), 置于一个 100 mL 锥形瓶中, 加入 95%乙醇 25 mL, 摇动使试样溶解。加入 3 滴指示液, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。同时做空白测定。

试样的酸度以硫酸 (H_2SO_4) 的质量分数 w_3 (%) 计, 按式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{[(V_1 - V_0) / 1000] cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定试样溶液, 消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 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的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试样质量的数值, 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) ($M=49.04$)。

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。试验结果, 上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

4.7.1 方法提要

试样在 0℃保持 1 h, 记录有无固体和油状物析出, 继续在 0℃下贮存 7 d, 离心将固体析出物沉降, 记录其体积。

4.7.2 仪器

制冷器: 保持 0℃±2℃;

离心管: 100 mL, 管底刻度精确至 0.05 mL;

离心机: 与离心管配套。

4.7.3 试验步骤

取 100 mL $\pm$ 1.0 mL 的样品加入离心管中，在制冷器中冷却至 0℃ $\pm$ 2℃，让离心管及其内容物在 0℃ $\pm$ 2℃下保持 1 h，其间每隔 15 min 搅拌一次，每次 15 s，检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器，在 0℃ $\pm$ 2℃继续放置 7 d，之后将离心管取出，在室温（不超过 20℃）下静置 3 h，离心分离 15 min（管子顶部相对离心力为 500 G $\sim$ 600 G，G 为重量力加速度）。记录管子底部析出物的体积（精确至 0.05 mL）。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器

恒温箱（或恒温水浴）：54℃ $\pm$ 2℃；

安瓿（或 54℃仍能密封的具塞瓶）：50 mL；

医用注射器，50 mL。

4.8.2 测定步骤

用注射器将约 30 mL 乳油试样注入干净的安瓿（或玻璃瓶）中（避免试样接触瓶颈），置此安瓿于冰盐浴中制冷，用高温火焰迅速封口（避免溶剂挥发）。至少封三瓶，分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内，再将金属容器放入 54℃ $\pm$ 2℃恒温箱（或水浴）中，放置 7 d，取出冷至室温，将安瓿外部擦净后分别称量，质量未发生变化的试样，于 24 h 内，对乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷质量分数和乳液稳定性进行检验，30%、40%乙酰甲胺磷乳油贮存后，乙酰甲胺磷质量分数分别应不低于 26.0%、35.0%，乙酰胺质量分数分别应不大于 0.4%、0.5%，甲胺磷质量分数分别应不大于 1.4%、1.6%。乳液稳定性应符合标准要求。

4.9 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 乙酰甲胺磷乳油的标志、标签和包装，应符合 GB 4838 的规定。

5.2 乙酰甲胺磷乳油应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶包装，每瓶净含量为 250 g、500 g 等；外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量应不超过 15 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但要符合 GB 4838 的规定。

5.3 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：乙酰甲胺磷有机磷杀虫剂，低毒，抑制胆碱酯酶。使用本品应带防护手套。喷雾时要顺风方向进行，防止口鼻吸入，皮肤或身体裸露部位接触本品后，应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。阿托品与解磷定为特效解毒药。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，乙酰甲胺磷乳油的保证期，从生产日期算起为一年。出厂时各项指标均应符合标准要求。在保证期内，30%和 40%乙酰甲胺磷乳油中乙酰甲胺磷质量分数应不低于 27.0%和 36.0%，乙酰胺质量分数分别应不大于 0.4%、0.5%，甲胺磷质量分数分别应不大于 1.4%、1.6%。其他指标均符合标准要求。