



中华人民共和国国家标准

GB/T 9556—XXXX
代替 GB/T 9556—2008

辛硫磷原药

Phoxim technical material

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2025.11）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件代替 GB 9556-2008《辛硫磷原药》，与 GB 9556-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了红外光谱法鉴别试验（见5.3.1）；
- 增加了pH值指标和测定方法（见4.2和5.9）；
- 删除了酸度指标和测定方法（见2008年版的3.2和4.5）；
- 更改了辛硫磷质量分数的测定方法（见5.5，2008年版的4.3）；
- 更改了水分的测定方法（见5.6，2008年版的4.4）；
- 增加了检验规则（见第6章）。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

- 1988年首次发布为 GB 9556—1988；1999年第一次修订，2008年第二次修订；
- 本次为第三次修订。

辛硫磷原药

1 范围

本文件规定了辛硫磷原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了辛硫磷原药的试验方法。

本文件适用于辛硫磷原药产品的质量控制。

注：辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 农药水分测定方法
- GB/T 1601—2021 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

浅黄色至棕红色油状液体。

4.2 技术指标

辛硫磷原药应符合表1要求。

表 1 辛硫磷原药技术指标

项 目	指 标
辛硫磷质量分数/%	≥90.0
水分/%	≤0.5
pH值	3.0~6.0

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605-2001中5.3.1进行。用随机数表法确定取样的包装件数。最终取样量应不少于100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

辛硫磷原药与辛硫磷标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。辛硫磷标样红外光谱图见图1。

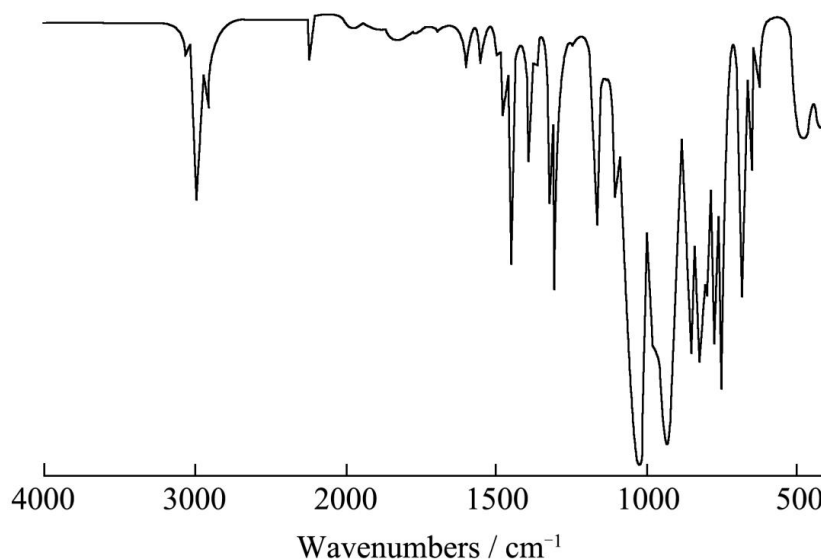


图1 辛硫磷标样的红外光谱图

5.3.2 高效液相色谱法

本鉴别试验可与辛硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中辛硫磷色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 辛硫磷质量分数

5.5.1 原理

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的辛硫磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 甲醇：色谱纯。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 辛硫磷标样：已知辛硫磷质量分数且不低于99.0%。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 超声波清洗器。

5.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： $\psi_{(\text{甲醇:水})}=75:25$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

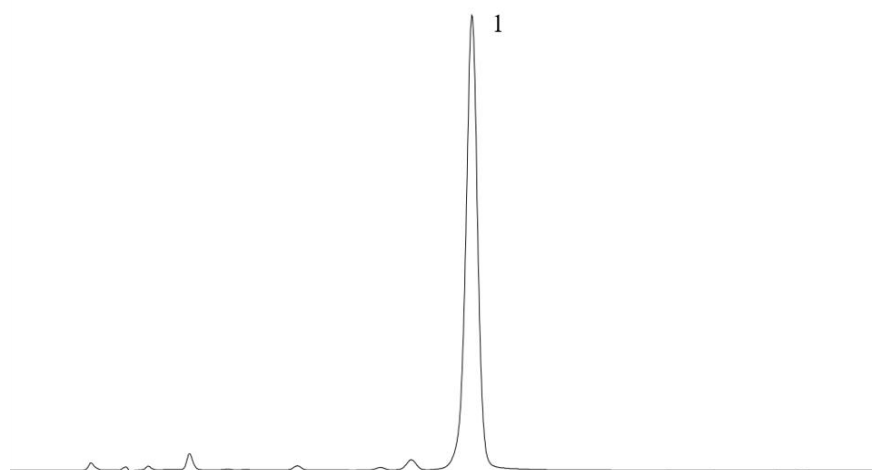
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：辛硫磷约5.2 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6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。典型的辛硫磷原药的高效液相色谱图见图2。



标引序号说明：

1—辛硫磷。

图 2 典型的辛硫磷原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）辛硫磷标样，置于100 mL容量瓶中，加入40 mL甲醇，超声波振荡5 min溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）辛硫磷的试样，置于100 mL容量瓶中，加入40 mL甲醇，超声波振荡5 min溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 测定

在5.5.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针辛硫磷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。

5.5.6 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辛硫磷的峰面积分别进行平均。试样中辛硫磷的质量分数按公式（1）计算：

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

式中：

w_1 ——试样中辛硫磷的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中辛硫磷峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中辛硫磷的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中辛硫磷峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

辛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。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为第4章中外观、辛硫磷质量分数、水分和pH值。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每3个月至少进行一次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170-2008中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中,任一项目不符合第4章的技术要求,则判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

7.2 质量保证期

在8.2的储运条件下,辛硫磷原药质量保证期为从生产日期算起2年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

辛硫磷原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796的规定。

辛硫磷原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋包装;也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796的规定。

8.2 储运

辛硫磷原药包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,严防潮湿和日晒,避免渗入地面;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)

辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数

辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

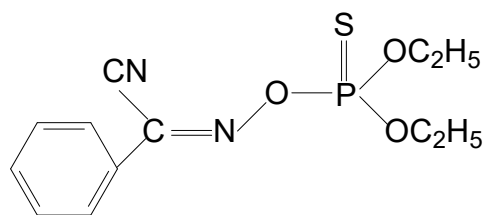
——ISO通用名称：Phoxim；

——CAS登录号：14816-18-3；

——CIPAC数字代码：364；

——化学名称：*O,O*-二乙基-*O*- α -氰基亚苄胺基硫代磷酸酯。

——结构式：



——分子式： $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$ 。

——相对分子质量：298.3。

——生物活性：杀虫。

——熔点： $5^{\circ}\text{C} \sim 6^{\circ}\text{C}$ 。

——溶解性(室温)：水7 mg/L，二氯甲烷>500 g/kg，异丙醇>600 g/kg，稍溶于石油醚。

——稳定性：原药在室温为浅红色油状物。蒸馏时分解，对水和酸性介质稳定。