ICS 65.100.10

CCS G 25

|  |
| --- |
|  |

GB

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

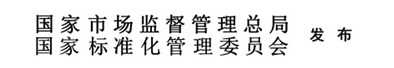
辛硫磷颗粒剂

Phoxim emulsifiable concentrate

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
| （本稿完成日期：2025.11） |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



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：农业农村部农药检定所、XXX

本文件主要起草人：

辛硫磷颗粒剂

1. 范围

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

本文件适用于辛硫磷颗粒剂产品的质量控制。

注：辛硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

1. 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 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

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 33810 农药堆密度测定方法要求

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 技术要求
   1. 外观

红棕色流动颗粒。

* 1. 技术指标

辛硫磷颗粒剂应符合表1要求。

1. 辛硫磷颗粒剂技术指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项 目 | | 指 标 |
| 辛硫磷质量分数a/％ | | 3.0±0.3 |
| 水分/% | | ≤0.5 |
| pH值 | | 3.0～6.0 |
| 堆密度 | 松密度，g/mL |  |
| 实密度，g/mL |  |
| 粒度范围 | | ≤40 |
| 粉尘 | | 冷储后，离心管底部离析物体积不大于0.3 mL |
| 耐磨性，% | | ≥ |
| 热储稳定性 | | 热储后，辛硫磷质量分数应不低于热储前的90%，粒度范围、pH值、粉尘和耐磨性仍应符合本文件要求，热储前后试样的质量变化率应不大于1.0％。 |

1. 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。

* 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。

* 1. 取样

按 GB/T 1605-2001 中5.3.2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200 mL。

* 1. 鉴别试验

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。

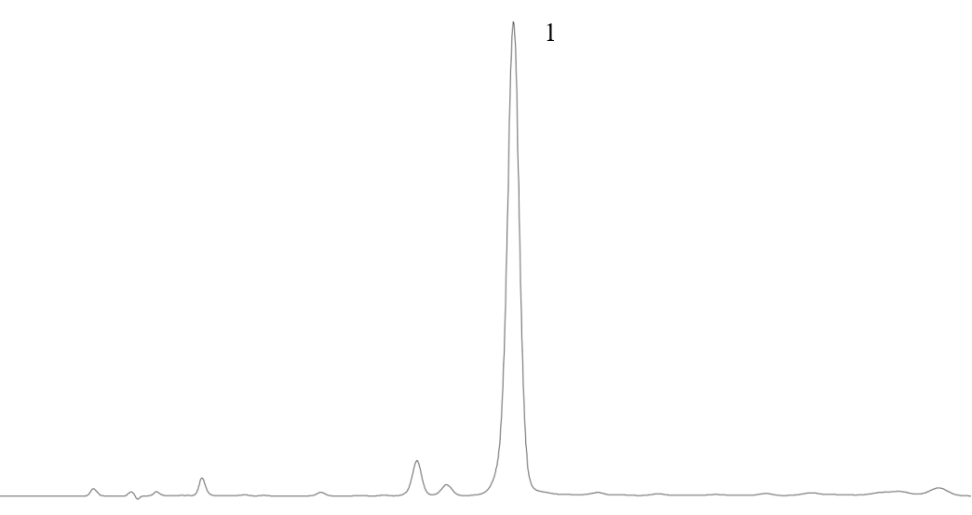
* 1. 外观的测定

采用目测法测定。

* 1. 辛硫磷质量分数和质量浓度
     1. 原理

试样用甲醇溶解，以甲醇＋水为流动相，使用以C18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。

* + 1. 试剂或材料
       1. 甲醇：色谱纯。
       2. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
       3. 辛硫磷标样：已知辛硫磷质量分数且不低于99.0%。
    2. 仪器
       1. 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
       2. 色谱柱：150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装C18、5 μm填充物(或具有同等效果的色谱柱)。
       3. 超声波清洗器。
       4. 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。
    3. 高效液相色谱操作条件
       1. 流动相：*ψ*（甲醇:水）=75 : 25。
       2. 流速：1.0 mL/min。
       3. 柱温：室温(温度变化应不大于2 ℃)。
       4. 检测波长：254 nm。
       5. 进样体积：5 μL。
       6. 保留时间：辛硫磷约5.2 min。
       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。典型的辛硫磷颗粒剂的高效液相色谱图见图1。



标引序号说明：

1－辛硫磷。

1. 典型的辛硫磷颗粒剂的高效液相色谱图
   * 1. 测定步骤
        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。

* + - 1. 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，过滤。

* + - 1. 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。

* + 1. 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：

……………………………………………（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）；

* + 1. 允许差

辛硫磷质量分数两次平行测定结果之差，40%辛硫磷颗粒剂应不大于0.8%，70%辛硫磷颗粒剂应不大于1.0%，分别取其算术平均值作为测定结果。

* 1. 水分

按 GB/T 1600—2021 中4.2进行。

* 1. pH值

按 GB/T 1601 进行。

* 1. 堆密度

按 GB/T 33810 进行。

* 1. 粒度范围
     1. 仪器
        1. 标准筛组：0.5mm标准筛和2.0mm标准筛，并配有筛底和筛盖。
        2. 振筛机：振幅36 mm，振荡次数240次/min
     2. 测定步骤
     3. 将标准筛上下叠装，2.0mm筛置于0.5mm筛的上面，筛下装筛底，同时将组合好的晒组固定在振筛机上，称取100g（精确至0.1g）试样，置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡10min，收集0.5mm筛上物称量。
  2. 粉尘

按 GB/T 30360 进行。

* 1. 耐磨性
  2. 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中4.4.1进行。热储时，样品应密封储存。

1. 检验规则
   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、pH值、乳液稳定性和持久起泡性。

* 1. 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。

* 1. 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。

按第5章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

1. 验收和质量保证期
   1. 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

* 1. 质量保证期

在8.2的储运条件下，辛硫磷颗粒剂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。

1. 标志、标签、包装、储运
   1. 标志、标签和包装

辛硫磷颗粒剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796的规定。

辛硫磷颗粒剂禁止用一般铁桶包装，应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶、铝瓶或氟化瓶包装，每瓶净含量为150 g(mL)、300 g(mL)、500 g(mL)；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，但应符合 GB 3796的规定。

* 1. 储运

辛硫磷颗粒剂包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，应严防潮湿和日晒，不应与食物、种子和饲料混放，应避免与皮肤、眼睛接触，并防止由口鼻吸入。

1. (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：C12H15N2O3PS。

——相对分子质量：298.3。

——生物活性：杀虫。

——熔点：5℃～6℃。

——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。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_