

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4581—2025

乙酰甲胺磷可溶粒剂

Acephate water soluble granule

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部

发布



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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

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：浙江泰达作物科技有限公司、安道麦股份有限公司、上海悦联生物科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：李云华、廖艳、赫畅、张钊、张丕龙、宋怀挺。



乙酰甲胺磷可溶粒剂

1 范围

本文件规定了乙酰甲胺磷可溶粒剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运,描述了乙酰甲胺磷可溶粒剂的试验方法。

本文件适用于乙酰甲胺磷可溶粒剂产品的质量控制。

1 注:乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷、O,O,S-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 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 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
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T30360 颗粒状农药粉尘测定方法
- GB/T32777 农药溶解度和溶液稳定性测定方法
- GB/T33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

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

自由流动的粒状固体,基本无粉尘,无可见的外来杂质和硬块。

4.2 技术指标

乙酰甲胺磷可溶粒剂应符合表 1 要求。

表 1 乙酰甲胺磷可溶粒剂控制项目指标

项目	指标		
	90%规格	92%规格	95%规格
乙酰甲胺磷质量分数,%	90.0 ^{+2.5} _{-2.5}	92.0 ^{+2.5} _{-2.5}	95.0 ^{+2.5} _{-2.5}
乙酰胺质量分数,%	≤0.3		
甲胺磷质量分数,%	≤0.3		
O,O,S-三甲基硫代磷酸酯质量分数,%	≤0.1		
水分,%	≤2.0		

表 1 （续）

项目		指标		
		90%规格	92%规格	95%规格
pH		3.0~6.0		
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL		≤60		
溶解程度与溶液稳定性(通过 75 μm 标准筛),%	5 min 后残余物	≤1.0		
	18 h 后残余物	≤0.5		
粉尘,mg		≤30		
耐磨性,%		≥90		
热储稳定性		热储后,乙酰甲胺磷质量分数应不低于热储前测得质量分数的 94%,乙酰胺质量分数不大于 0.6%、甲胺磷质量分数不大于 1.0%、O,O,S-三甲基硫代磷酸酯质量分数、pH、溶解程度与溶液稳定性、粉尘、耐磨性仍符合本文件要求		

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 5.3.3 的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 600 g。

5.3 鉴别试验

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,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中乙酰甲胺磷的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷质量分数

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解,以乙腈+磷酸水溶液为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的色谱柱和紫外检测器,在波长 210 nm 下,对试样中的乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈:色谱级。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.5.2.4 磷酸水溶液:水用磷酸调至 pH=3.0。

5.5.2.5 乙酰甲胺磷标样:已知甲胺磷质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 乙酰胺标样:已知乙酰胺质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.7 甲胺磷标样:已知甲胺磷质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

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 色谱数据处理机或色谱工作站。
- 5.5.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。
- 5.5.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。
- 5.5.3.5 超声波清洗器。
- 5.5.4 高效液相色谱操作条件
- 5.5.4.1 流动相: ϕ (乙腈:磷酸水溶液) = 10 : 90。
- 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:210 nm。
- 5.5.4.5 进样体积:10 μL 。
- 5.5.4.6 保留时间:乙酰胺约 3.3 min、甲胺磷约 5.0 min、乙酰甲胺磷约 5.9 min。
- 5.5.4.7 上述操作参数是典型的,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。典型的乙酰甲胺磷可溶剂的高效液相色谱图(测定乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷)见图 1。

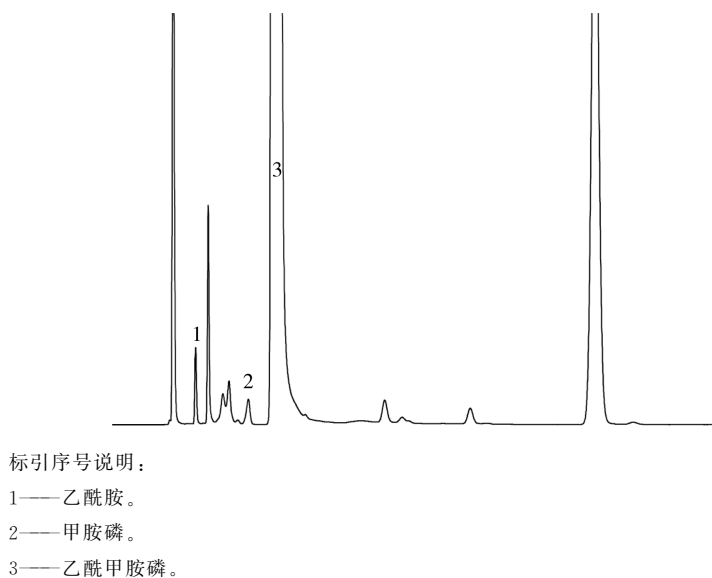


图 1 乙酰甲胺磷可溶剂的高效液相色谱图(测定乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷)

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 乙酰甲胺磷标样溶液的制备

称取乙酰甲胺磷标样 0.06 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 流动相,超声振荡 3 min,冷却至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 乙酰胺标样溶液的制备

称取乙酰胺标样 0.06 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 流动相,超声振荡 3 min,冷却至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 甲胺磷标样溶液的制备

称取甲胺磷标样 0.12 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 流动相,超声振荡 3 min,冷却至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.4 试样溶液的制备

称取含乙酰甲胺磷 0.06 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 50 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 流动相,超声

振荡 3 min,冷却至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.5.5 测定

在上述操作条件下,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 1.2%后、乙酰胺(甲胺磷)峰面积相对变化小于 10%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。

5.5.5.6 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乙酰甲胺磷(乙酰胺、甲胺磷)峰面积分别进行平均。试样中乙酰甲胺磷的质量分数按公式(1)计算。

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1} \times f}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中乙酰甲胺磷(乙酰胺、甲胺磷)质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中乙酰甲胺磷(乙酰胺、甲胺磷)峰面积的平均值;

m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);

w_{b1} ——标样中乙酰甲胺磷(乙酰胺、甲胺磷)质量分数的数值,单位为百分号(%);

f ——稀释因子,乙酰甲胺磷 $f=1$ 、乙酰胺(甲胺磷) $f=0.04$;

A_1 ——标样溶液中乙酰甲胺磷(乙酰胺、甲胺磷)峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.6 允许差

乙酰甲胺磷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。

乙酰胺(甲胺磷)两次平行测定结果之相对差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 O,O,S-三甲基硫代磷酸酯质量分数

5.6.1 方法提要

试样用流动相溶解,以乙腈+磷酸水溶液为流动相,使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器,在波长 210 nm 下,对试样中的 O,O,S-三甲基硫代磷酸酯进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 乙腈:色谱级。

5.6.2.2 磷酸。

5.6.2.3 水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.6.2.4 磷酸水溶液:水用磷酸调至 pH=3.0。

5.6.2.5 O,O,S-三甲基硫代磷酸酯标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.6.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.6.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.6.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相: ψ (乙腈:磷酸水溶液)=7:93。

5.6.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.6.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2℃)。

5.6.4.4 检测波长:210 nm。

5.6.4.5 进样体积:10 μL 。

5.6.4.6 保留时间:*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯约 20.7 min。

5.6.4.7 上述操作参数是典型的,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。典型的乙酰甲胺磷可溶粒剂的高效液相色谱图(测定*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯)见图 3。

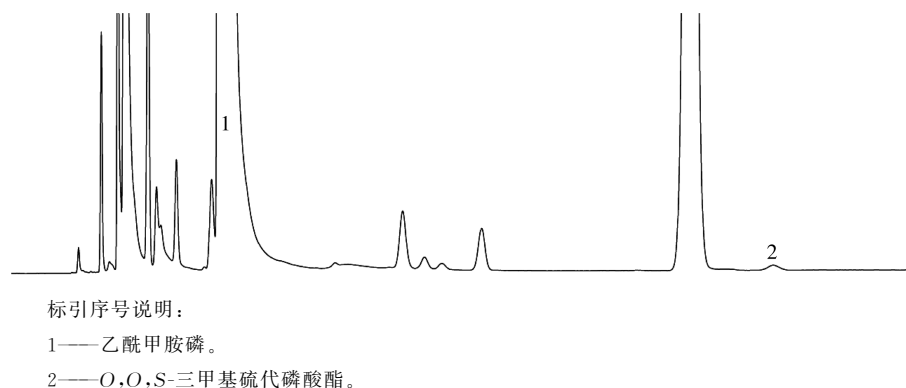


图 3 乙酰甲胺磷可溶粒剂的的高效液相色谱图(测定*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯)

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯标样约 0.05 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入约 45 mL 乙腈,超声振荡 3 min,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 试样溶液的制备

称取 4 g(精确至 0.000 1 g)乙酰甲胺磷可溶粒剂试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入约 45 mL 流动相,超声振荡 5 min,冷却至室温,用流动相稀释至刻度摇匀,过滤。

5.6.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积相对变化小于 10%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。

5.6.5.4 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*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积分别进行平均。试样中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的质量分数按公式(2)计算。

$$w_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times w_{b2} \times f}{A_3 \times m_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_4 ——试样溶液中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积的平均值;

m_3 ——标样质量的数值,单位为克(g);

w_{b2} ——标样中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯质量分数的数值,单位为百分号(%);

f ——稀释因子, $f = 0.1$;

A_3 ——标样溶液中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积的平均值;

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.6.6 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.3 的规定执行。

5.8 pH

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10 溶解程度与溶液稳定性

称取 3.5 g 乙酰甲胺磷样品。按 GB/T 32777 的规定执行。

5.11 粉尘

按 GB/T 30360 的规定执行。

5.12 耐磨性

按 GB/T 33031 的规定执行。

5.13 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储前后的试样质量变化率应不大于 1.0%。

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 章技术指标中外观、乙酰甲胺磷质量分数、乙酰胺质量分数、甲胺磷质量分数、水分、pH、持久起泡性、粉尘、耐磨性。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章技术指标中的全部项目,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 规定的储运条件下,乙酰甲胺磷可溶粒剂的质量保证期从生产日期算起为 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、包装

乙酰甲胺磷可溶粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

乙酰甲胺磷可溶粒剂包装采用清洁的铝箔袋或复合膜袋包装。每袋净含量 500 g、1 000 g、200 g、250 g。每箱净含量不超过 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。

8.2 储运

乙酰甲胺磷可溶粒剂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,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)

乙酰甲胺磷、乙酰胺、甲胺磷与 *O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 乙酰甲胺磷

乙酰甲胺磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

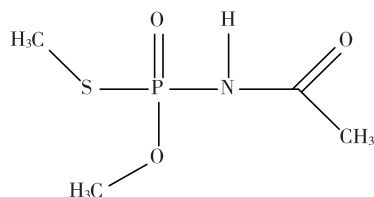
——ISO 通用名称: Acephate;

——CAS 登录号: 30560-19-1;

——CIPAC 数字代号: 338;

——化学名称: *O,S*-二甲基-*N*-乙酰基硫代磷酸酰胺;

——结构式:

——分子式: $C_4H_{10}NO_8PS$;

——相对分子质量: 183.2;

——生物活性: 杀虫;

——熔点: $88\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$;——蒸汽压($24\text{ }^{\circ}\text{C}$): 0.226mPa;——相对密度: ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 1.35;——溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水中 790 mg/L, 有机溶液($20 \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$) 丙酮 151 g/L、乙醇大于 100 g/L、乙酸乙酯 35 g/L、苯 16 g/L、正己烷 0.1 g/L;——稳定性: 在微酸性条件下稳定, 半衰期 DT_{50} ($40\text{ }^{\circ}\text{C}$), 60 h (pH=9), 710 h (pH=3)。

A.2 乙酰胺

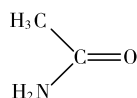
乙酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称: acetamide;

——CAS 登录号: 60-35-5;

——化学名称: 乙酰胺;

——结构式:

——分子式: C_2H_5NO ;

——相对分子质量: 59.07。

A.3 甲胺磷

甲胺磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

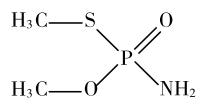
——ISO 通用名称: methamidophos;

——CAS 登录号: 10265-92-6;

——CIPAC 数字代号: 355;

——化学名称: *O,S*-二甲基胺基硫代磷酸酯;

——结构式：



——分子式： $\text{C}_2\text{H}_8\text{NO}_2\text{PS}$ ；

——相对分子质量：141.1。

A.4 O,O,S-三甲基硫代磷酸酯

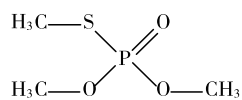
O,O,S-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——通用名称：O,O,S-三甲基硫代磷酸酯；

——CAS 登录号：152-20-5；

——化学名称：O,O,S-三甲基硫代磷酸酯；

——结构式：



——分子式： $\text{C}_3\text{H}_9\text{O}_3\text{PS}$ ；

——相对分子质量：156.15。