

团 体 标 准

T/CCPIA 204—2022

农药中间体 甲基亚磷酸二乙酯

Pesticide intermediate Diethyl methylphosphonite

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 实施

中国农药工业协会 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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：洪湖市一泰科技有限公司、四川省乐山市福华通达农药科技有限公司、利尔化学股份有限公司、石家庄瑞凯化工有限公司、山东亿盛实业股份有限公司、河北威远生物化工有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、江苏春江润田农化有限公司。

本文件主要起草人：曹凌云、孙素丽、成贞辉、王玥、胡金凤、杨波、郭俊辉、钟娉婷、姜荣猛、张丽荣、龚建、钱晖。



CCPIA

农药中间体 甲基亚磷酸二乙酯

1 范围

本文件规定了甲基亚磷酸二乙酯的技术要求、试验方法、检验规则、质量保证期以及标志、包装、储运。

本文件适用于甲基亚磷酸二乙酯产品的质量控制。

注：甲基亚磷酸二乙酯的其他名称、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 191 包装储运图示标志

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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

无色有刺激性气味液体。

4.2 技术指标

甲基亚磷酸二乙酯应符合表1要求。

表1 农药中间体 甲基亚磷酸二乙酯控制项目指标

项 目	指 标
甲基亚磷酸二乙酯质量分数/%	≥98.0
乙醇质量分数/%	≤1.0
甲基亚磷酸单乙酯质量分数/%	≤0.5
亚磷酸三乙酯质量分数/%	≤0.5

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

本标准所用试剂、在没有注明其他要求时均指分析纯试剂。

5.2 取样

按 GB/T 6678、GB/T 6680 进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与甲基亚磷酸二乙酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样中某色谱峰的保留时间与标样中甲基亚磷酸二乙酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 甲基亚磷酸二乙酯、甲基亚磷酸单乙酯、亚磷酸三乙酯和乙醇质量分数的测定

5.5.1 方法提要

将样品直接注射进入气相色谱使用以(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷为填充物的毛细管柱进行分离和测定。

5.5.2 试剂和溶液

丙酮：色谱级。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

5.5.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm (i.d.)毛细管柱，内涂(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷，膜厚 0.25 μm（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.4 气相色谱操作条件

5.5.4.1 柱室温度：初始温度 60 °C 保持 2 min，然后以 20 °C/min 升温到 220 °C 保持 5 min。

5.5.4.2 气化室温度 220 °C、检测室温度 250 °C。

5.5.4.3 气体流量 (mL/min)：载气 (N₂) 4；氢气 30；空气 300。

5.5.4.4 分流比：30:1。

5.5.4.5 进样体积：0.2 μL。

5.5.4.6 保留时间 (min)：乙醇约 0.9、甲基亚磷酸二乙酯约 1.8、甲基亚磷酸单乙酯约 2.5、亚磷酸三乙酯约 3.8。

5.5.4.7 上述气相色谱操作条件，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。典型的甲基亚磷酸二乙酯气相色谱图见图1。

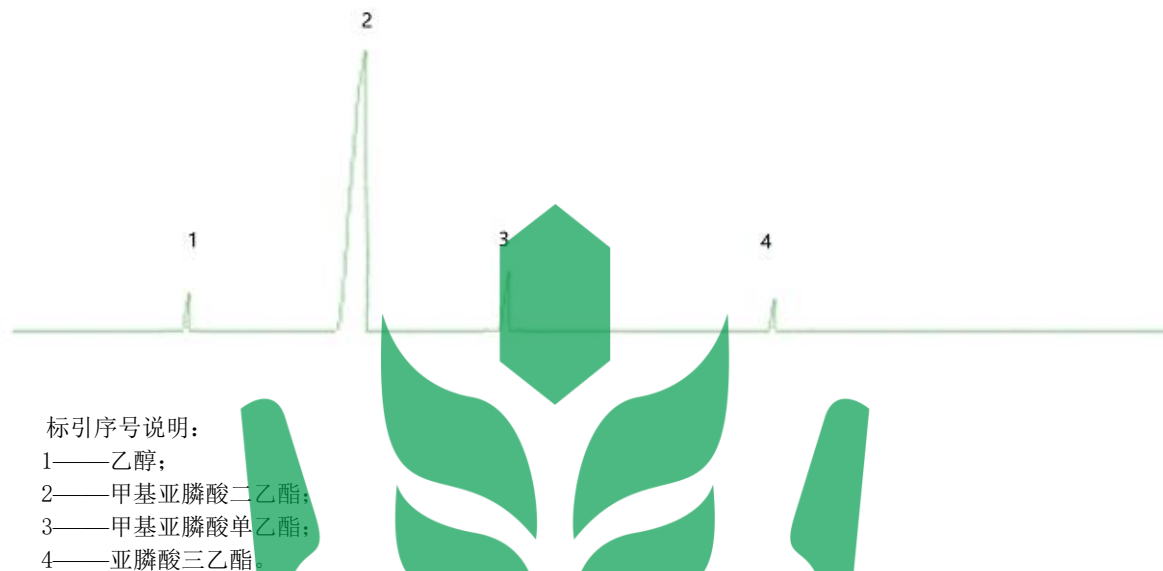


图1 甲基亚磷酸二乙酯气相色谱图

5.5.5 测定步骤

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针试样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于1.5%后，按照面积归一法对所得谱图进行积分计算。

5.5.6 计算

试样中乙醇质量分数 m_1 (%)按式(1)计算：

$$m_1 = \frac{A_1 G_1}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

试样中甲基亚磷酸二乙酯质量分数 m_2 (%)按式(2)计算：

$$m_2 = \frac{A_2 G_2}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

试样中甲基亚磷酸单乙酯质量分数 m_3 (%)按式(3)计算：

$$m_3 = \frac{A_3 G_3}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

试样中亚磷酸三乙酯质量分数 m_4 (%)按式(4)计算：

$$m_4 = \frac{A_4 G_4}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

A_1 ——乙醇色谱峰面积；

A_2 ——甲基亚磷酸二乙酯色谱峰面积；

A_3 ——甲基亚磷酸单乙酯色谱峰面积；

A_4 ——亚磷酸三乙酯色谱峰面积。

G_1 ——乙醇校正系数，其值为：0.83；

G_2 ——甲基亚磷酸二乙酯校正系数，其值为：1.00；

G_3 ——甲基亚磷酸单乙酯校正系数，其值为：1.27；

G_4 ——亚磷酸三乙酯校正系数，其值为：0.96。

5.5.7 允许差

甲基亚磷酸二乙酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.0%，乙醇质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于 2.7%，甲基亚磷酸三乙酯和甲基亚磷酸单乙酯质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于 2.9%，取其算术平均值作为测定结果。

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 章技术指标中除乙醇质量分数以外的所有项目。

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 6 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型试验；
- b) 正式生产后，如材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，每三年或每生产 6000 吨时；
- d) 产品停止生产二年后、恢复生产时；
- e) 国家质量监督机构提出型式试验要求时。

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。

按第 5 章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。

7 质量保证期

在规定的运输和储存条件下，甲基亚磷酸二乙酯常温储存 60 天，其各项指标应符合本文件要求。

8 标志、包装、储运

8.1 标志

农药中间体甲基亚磷酸二乙酯送货单上应标注有产品名称、商标、批号、净含量、生产厂家名称、厂址、生产日期、保质期等内容，或按照客户需求增加标识。包装标志应符合 GB/T 191 规定。

8.2 包装

农药中间体甲基亚磷酸二乙酯采用专用槽罐车运输送货。

8.3 储运

农药中间体甲基亚磷酸二乙酯应储存在不锈钢储罐中，充氮气保护。

附录 A (资料性)

甲基亚磷酸二乙酯、甲基亚磷酸单乙酯、亚磷酸三乙酯、乙醇的其他名称、结构式和基本物化参数

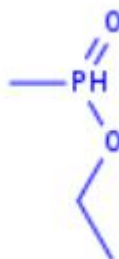
A.1 本产品有效成分甲基亚磷酸二乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- 英文名称：methyldiethoxyphosphine; methylphosphonous acid diethyl ester;
- CAS登录号：[15715-41-0];
- 化学名称：甲基亚磷酸二乙酯;
- 结构式：

- 分子式： $C_5H_{13}O_2P$;
- 相对分子质量：136.131;
- 沸点：48 °C/20 Torr;
- 溶解性：易溶于乙醇、烷烃、丙酮、苯类等溶剂;
- 稳定性：遇高温容易转位、遇空气容易氧化放热引起自燃、遇水水解、遇氧化剂氧化放热引起自燃。

A.2 本产品杂质甲基亚磷酸单乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- 英文名称：ethyl methylphosphinate;
- CAS 登录号：[16391-07-4];
- 化学名称：甲基亚磷酸单乙酯;
- 结构式：



- 分子式： $C_3H_9O_2P$;
- 相对分子质量：108.077;
- 沸点：63 °C/10 Torr;
- 溶解性：易溶于乙醇、烷烃、丙酮、苯类等溶剂;
- 稳定性：遇高温容易转位、遇空气容易氧化放热引起自燃、遇水水解。

A.3 本产品杂质亚磷酸三乙酯其他名称、结构式和基本物化参数如下：

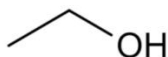
- 英文名称: triethyl phosphite, triethylphosphite;
- CAS登录号: [122-52-1];
- 化学名称: 亚磷酸三乙酯;
- 结构式:



- 分子式: C₆H₁₃O₃P;
- 相对分子质量: 136.131;
- 沸点: 48 °C/20 Torr;
- 溶解性: 易溶于乙醇、烷烃、丙酮、苯类等溶剂;
- 稳定性: 遇高温容易转位、遇空气容易氧化、遇水水解、遇氧化剂氧化放热引起自燃。

A.4 本产品杂质乙醇其他名称、结构式和基本物化参数如下:

- 英文名称: Ethanol;
- CAS 登录号: [64-17-5];
- 化学名称: 乙醇;
- 结构式:



- 分子式: C₂H₆O;
- 相对分子质量: 46.07;
- 沸点: 78.3 °C;
- 溶解性: 与水混溶, 可混溶于乙醚、氯仿、甘油、甲醇等大多数有机溶剂;
- 稳定性: 易挥发, 易燃, 刺激性。其蒸气与空气混合成爆炸性气体。遇到高热、明火能燃烧或爆炸, 与氧化剂铬酸、次氯酸钙、过氧化氢、硝酸、硝酸银、过氯酸盐等反应剧烈, 有发生燃烧爆炸的危险。

中华人民共和国
团体标准
农药中间体 甲基亚磷酸二乙酯
T/CCPIA 204—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183