

● 中国农业科学院植物保护研究所
农牧渔业部农药检定所 合编
商业部农业生产资料局
● 化学工业出版社

农药分析

● 第三版

NONGYAO
FENXI

农 药 分 析

(第 三 版)

中国农业科学院植物保护研究所
农牧渔业部农药检定所 合编
商业部农业生产资料局

化学工业出版社

内 容 提 要

本书介绍国内、外153种农药的分析方法,其中包括杀虫杀螨剂、熏蒸剂、杀菌剂、除草剂、植物生长调节剂及杀鼠剂。农药品种数与修订本相比并未增加,但对具体品种作了较大的调整,删去了一些不实用的增加了一些新的品种,如拟除虫菊酯类及沙蚕毒素类,补充了现代仪器分析方法,象气相色谱、高压液相色谱等。具有准确、实用的特点。可供农药研究、生产、经销、使用等部门检验农药质量人员作参考。

参加第三版编写工作的有中国农业科学院植物保护研究所程春河、郑斐能、王仪、吴奎华、稽宜媛,农牧渔业部农药检定所卞绍庄、张百臻、辛德兴、田秋兰、姜淑秀、王以燕,商业部农业生产资料局王全忠、刘恭燕,沈阳化工研究院王早疆也参加了部分编写工作。

全书由卞绍庄、程春河、王全忠审阅。

农 药 分 析

(第 三 版)

中国农业科学院植物保护研究所

农牧渔业部农药检定所 合 编

商业部农业生产资料局

责任编辑:杨立新

封面设计:季玉芳

*

化学工业出版社出版发行

(北京和平门七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所经销

*

开本 $850 \times 1168^{1/32}$ 印张 $20^{5/8}$ 字数584千字

1988年3月第1版1988年3月北京第1次印刷

印 数 1—3,000

ISBN 7-5025-0063-4/TQ·25

定 价5.30元

第三版序言

1963年中国农业科学院植物保护研究所农药室编写了《农药分析》，十年后的1973年四川省农业科学院农药研究所（原植保所农药室）针对当时情况对该书进行了修订，编写了《农药分析》修订本。现在又已过去十多年，国内农药品种不断更新，又引入国外一些农药新品种；一些农药老品种由于残留毒性问题、抗性問題或者质量问题而被淘汰；农药产品的标准不断增加和修订，检验方法不断改进，有效成分的测定多采用具有分离杂质手段的分析方法，提高了准确度。因此须再次进行修订。

凡国内已制订国家标准和部颁标准的农药产品，首先介绍标准中采用的检验方法，对其中经实践证明方法准确度不够好的则加以评论，以供参考。同时介绍其他检验方法以供选用。但对企业标准中的某些检验方法明显受杂质的干扰，准确度差的，虽然目前仍在应用，也未收入本书之中。另外收集了一些国外资料介绍的分析方法，其中大部分经过了试用，有的并参照国内实际情况作了部分修改。

本版本所介绍的农药品种数与修订本相比并未增加，但品种有了改变。如杀虫剂中减少了有机氯类的品种，删去了无机类的品种，增加了拟除虫菊酯类及沙蚕毒素类品种；杀菌剂中删去了有机汞类品种，增加了有机氮类一些新品种；除草剂也增加了一些新品种。将常用的农药分析方法及物理、化学性能测定方法各作为一章专门介绍。

为贯彻国务院关于在我国统一实行法定计量单位的命令，本书采用了国家计量局公布的《中华人民共和国法定计量单位使用方法》规定执行。

本书收集的资料不够全面，且难免有错误之处，望读者随时指出，以便修改和提高。

说 明

1. 本书中的单位采用中华人民共和国法定计量单位。
2. 农药品种名称一般采用国内农药通用名称, 括号中注明国际通用名称。
3. 本书中的试剂, 除另有规定外, 均指下述浓度。

乙醇	95% C_2H_5OH
硫酸	95~98% H_2SO_4
盐酸	36~38% HCl
硝酸	65~68% HNO_3
高氯酸	70~72% $HClO_4$
氢氧化铵	25~28% NH_3

4. 本书中有关溶液名词含义如下。

水 除另有规定外, 均指蒸馏水或等同纯度的水。

溶液 除另有规定外, 均指水溶液。

液体试剂配制的溶液或混合溶剂 一般以体积相加表示。如2+1丙酮溶液, 系指2单位体积的丙酮与1单位体积的水混合配制而成; 正己烷+苯(7+3)混合溶剂, 系指7单位体积的正己烷与3单位体积的苯混合配制而成。

标准溶液的配制及标定、指示剂的配制 除另有规定外, 均按照附录中有关内容操作。

定容 系指容量瓶中已有一定量溶质或溶液, 用某种溶剂溶解或稀释, 最后稀释至刻度, 混匀。

5. 分析方法测定手续叙述中, 除另有规定外, 其他的含义如下。

室温 系指15~25℃; 热水 系指60℃以上的水; 温水 系指40~60℃的水; 冷水 系指15℃以下的水。

在水浴上加热 系指在沸腾的水浴上加热。

灼烧或烘干至恒重 系指灼烧或烘干，并于干燥器中冷却至室温后称重，重复进行至最后两次称量之差不大于0.3mg时，即为恒重，取最后一次重量作为计算依据。

干过滤 系指用干滤纸、干漏斗将溶液过滤，滤液收集于干燥容器中。干过滤均应弃去最初滤液。

“准确”吸取某液体试剂 系指用吸管、滴定管或定量加液器等精密量器定量移取。

薄层分析中所述的将有效成分的硅胶全部转移到……。 “全部转移”是指除将有效成分的硅胶全部转移外，还包括用湿润的脱脂棉球将玻璃上粘附的有效成分擦洗后，此脱脂棉球一并放入被测容器中。

6. 分析方法等处右上角所注方括弧内的数字，为参考文献号码，列于每个品种的最后。

目 录

第一章 绪论	1
第一节 农药质量及其检定	1
第二节 农药分析工作者应注意的安全事项	5
第三节 商品农药采样方法 (GB1605-79)	6
第二章 农药含量常用测定方法概述	9
第一节 电位滴定法	9
第二节 极谱分析法	14
第三节 可见-紫外分光光度法	20
第四节 薄层色谱法	32
第五节 气相色谱法	38
第六节 高压液相色谱法	45
第三章 杀虫、杀螨剂	59
第一节 有机磷类	59
敌百虫 (trichlorfon)	59
敌敌畏 (dichlorvos)	67
久效磷 (monocrotophos)	73
磷胺 (phosphamidon)	78
棉安磷 (phosfolan)	85
对硫磷 (parathion)	89
甲基对硫磷 (parathion-methyl)	101
杀螟松 (fenitrothion)	108
倍硫磷 (fenthion)	115
杀螟腈 (cyanophos)	118
地亚农 (diazinon)	120
辛硫磷 (phoxim)	124
水胺硫磷 (isocarbophos)	128
蔬果磷 (salithion)	130

毒死稗 (chlorpyrifos)	133
蝇毒磷 (coumaphos)	136
喹硫磷 (quinalphos)	140
乙嘧硫磷 (etrimfos)	144
治螟磷 (sulfotep)	145
甲胺磷 (methamidophos)	148
乙脒甲胺磷 (acephate)	154
双硫磷 (temephos)	158
哒嗪硫磷 (pyridaphenthion)	160
氧乐果 (omethoate)	163
乐果 (dimethoate)	168
甲拌磷 (phorate)	174
异丙磷	176
马拉硫磷 (malathion)	177
稻丰散 (phenthoate)	185
伏杀硫磷 (phosalone)	189
亚胺硫磷 (phosmet)	191
三硫磷 (carbophenothion)	195
第二节 混合制剂	200
甲基对硫磷+敌百虫混合粉剂	200
克百威+多菌灵+五氯硝基苯混合制剂	205
克百威+敌百虫混合粒剂	208
第三节 拟除虫菊酯类	211
氟戊菊酯 (fenvalerate)	211
氯氰菊酯 (cypermethrin)	214
顺式氯氰菊酯 (alphamethrin)	223
溴氰菊酯 (deltamethrin)	223
氯菊酯 (permethrin)	229
氟氯氰菊酯 (cyfluthrin)	231
氟氰戊菊酯 (flucythrinate)	236
丙烯菊酯 (allethrin)	239
第四节 氨基甲酸酯类	241
叶蝉散 (isoprocarb)	241

速灭威 (metolcarb).....	242
西维因 (carbaryl)	245
涕灭威 (aldicarb)	247
巴沙 (BPMC)	249
克百威 (carbofuran)	252
混灭威	257
第五节 沙蚕毒素类	258
杀虫双 (杀虫单)	258
杀虫单.....	258
杀虫环 (thiocyclam hydrogen oxalate)	264
巴丹 (cartaphydrochloride)	266
第六节 有机氯类	270
毒杀芬 (camphenchlor)	270
六六六 (BHC)	272
滴滴涕 (DDT)	278
三氯杀虫酯	283
第七节 杀螨剂类	285
杀虫脒 (chlordimeform hydrochloride)	285
三氯杀螨醇 (dicofol)	288
双甲脒 (amitraz).....	291
克螨特 (propargite)	293
溴螨酯 (bromopropylate)	296
第八节 其他	288
一氯灭幼脲	298
第四章 熏蒸剂	303
磷化铝 (aluminium phosphide).....	303
氯化苦 (chloropicrin).....	305
溴甲烷 (methyl bromide)	309
滴-滴混剂	312
第五章 杀菌剂	315
第一节 有机氮类	315
多菌灵 (carbendazim).....	315
甲霜安 (metalaxyl)	319

三唑酮 (triadimefon)	321
三唑醇 (triadimenol)	327
麦锈灵 (carboxin)	331
三环唑 (tricyclazole)	335
稻瘟灵 (isoprothiolane)	338
噻菌灵 (thiabendazole)	341
灭菌丹 (folpet)	343
克菌丹 (captan)	345
敌枯宁	352
禾穗胺	356
敌菌灵 (anilazine)	359
叶枯净 (phenazine oxide)	360
第二节 有机硫类	362
代森锌 (zineb)	362
代森铵 (amobam)	366
代森环 (milneb)	366
代森锰锌 (mancozeb)	367
福美双 (thiram)	369
福美锌 (ziram)	371
硫菌灵 (thiophanate)	372
甲基硫菌灵 (thiophanate-methyl)	375
第三节 有机肿类	380
福美肿 (asomate)	380
福美甲肿	380
退菌特	381
第四节 有机磷类	386
克瘟散 (edifenphos)	386
稻瘟净 (EBP)	388
异稻瘟净 (IBP)	390
疫霜灵 (fosetyl-Al)	393
第五节 无机类	396
氟硅酸	396
氟硅脲	399

石硫合剂 (calcium polysulfides)	400
硫黄 (sulfur)	405
硫酸铜 (copper sulfate)	408
第六节 其他	410
抗菌剂401和抗菌剂402	410
敌可松 (fenaminosulf)	414
四氯苯酐 (fthalide)	415
甲醛 (formaldehyde)	417
敌锈钠	419
百菌清 (chlorothalonil)	420
五氯硝基苯 (quintozene)	422
第六章 除草剂	428
第一节 取代脲类	428
绿麦隆 (chlorotoluron)	428
灭草隆 (monuron)	431
敌草隆 (diuron)	433
非草隆 (fenuron)	435
利谷隆 (linuron)	438
第二节 均三氮苯类	441
阿特拉津 (atrazine)	441
西玛津 (simazine)	443
氰草津 (cyanazine)	449
扑草净 (prometryne)	451
西草净 (simetryne)	454
第三节 氨基甲酸酯类	456
杀草丹 (thiobencarb)	456
野麦畏 (triallate)	458
草达灭 (molinate)	460
甜菜灵 (desmedipham)	462
燕麦灵 (barban)	464
第四节 酰胺类	466
甲草胺 (alachlor)	466
丁草胺 (butachlor)	468

敌稗 (propanil)	470
第五节 杂环类	471
敌草快 (diquat dibromide)	471
燕麦枯 (difenzoquat methyl sulphate)	473
百草枯 (paraquat)	475
第六节 苯氧羧酸类	479
2,4-滴及2,4-滴丁酯 (2,4-D、2,4-D butyl ester)	479
2甲4氯 (MCPA)	484
第七节 其他	492
草甘膦 (glyphosate)	492
氟乐灵 (trifluralin)	496
禾草灵 (diclofop-methyl)	499
麦草畏 (dicamba)	502
稗草稀	505
除草醚 (nitrofen)	507
五氯酚钠 (pcp-Na)	510
拿捕净 (sethoxydim)	514
茅草枯 (dalapon-sodium)	517
第七章 植物生长调节剂	521
壮棉素 (mepiquat chloride)	521
乙烯利 (ethephon)	523
比久 (daminozide)	524
调节磷 (fosamine-ammonium)	527
赤霉素 (gibberellic acid)	529
矮壮素 (chlormequat chloride)	531
抑芽丹 (maleic hydrazide)	534
增产灵	537
芸乙酸	539
第八章 杀鼠剂	542
磷化锌 (zinc phosphide)	542
大隆 (brodifacoum)	546
杀鼠灵 (warfarin)	549
安妥 (ant)	550

敌鼠(diphacinone)	552
第九章 原药、制剂和助剂物化性能测定	556
第一节 农药水分测定方法 (GB1600-79)	556
第二节 酸度测定	560
第三节 农药氢离子浓度测定方法 (GB1601-79)	561
第四节 农药乳化剂乳化性能测定方法及农药乳剂稳定性测定 方法	563
第五节 农药粉剂细度测定方法 (HG2-896-76)	566
第六节 农药可湿性粉剂润湿性测定方法及润湿性评定	567
第七节 农药可湿性粉剂的悬浮性测定方法	573
第八节 农药粉剂流动性测定方法(CIPAC MT41 方法)	578
第九节 苯不溶物含量测定方法	579
第十节 农药熔点测定方法(GB1602-79)	579
第十一节 闪点测定方法	581
第十二节 粘度测定方法	584
第十三节 表面张力测定方法	588
第十四节 溶解度测定方法	592
第十章 农药用助剂	594
第一节 填料	594
第二节 乳化剂	607
第三节 溶剂及助溶剂	617
附录	620
一、标准溶液的配制与标定	620
二、缓冲溶液的配制	631
三、指示剂配制	635
附表3 常用酸碱指示剂	635
附表4 常用混合指示剂	637
附表5 常用氧化-还原、沉淀及络合滴定指示剂的配制	638
四、四种标准筛筛号与孔径对照	638
五、常用单位及其换算	640
六、常用缩写字	643
七、农药验收规则 (GB1604-79)	645
八、部分元素的原子量 (1983)	646

第一章 绪 论

第一节 农药质量及其检定

一个农药产品按介绍的使用方法施用后，能否达到预期的效果，与农药的质量有密切的关系。同一种农药产品，由于质量不同，其效果表现很大差异，有的甚至无效或者发生药害，所以使用农药必须重视农药质量问题。

农药的质量如何，要从两个方面去观察，一是有效成分含量是否与标明的含量相符；另一是其物理、化学性状是否符合规格标准的要求；如细度、乳化性、悬浮性、润湿性、含水量、pH值等。

农药产品的有效成分是保证药剂具有使用效果的基础物质。产品的有效成分含量与标明的含量相符，其他物理、化学性状也符合规格标准要求，按照标签上写明的使用方法去施用，就应该达到预期的防治效果。若含量不足，就很难达到预期的目的。在使用中因农药产品的含量不足或者物理性能差，而造成防治工作失败的例子是有的。

有些农药产品出厂时，有效成分含量是合格的，在贮存过程中含量会逐渐下降，特别是有机磷类农药的粉剂产品，有的由于选用的填料不当，又没有加入适当的稳定剂，经贮存后有效成分逐渐下降，是值得注意的问题。

1973年的《农药分析》修订本出版后十年中，农药新品种、新剂型不断出现，而有些农药（六六六、滴滴涕等）又将被淘汰，有些农药产品制订了新的规格标准，有的修改了检验方法。为了适应这种情况，应重新修订或补充新检验方法。

原修订本中所介绍的152个农药有效成分测定方法中，多数(60%以上)是化学法，即利用农药有效成分中的某元素或某原子团的化学反应，作为计算有效成分含量的依据。化学法用以测定纯度较高的物

质时是准确的，国际上也仍在应用着。但用于测定纯度较低的物质时，由于杂质中含有与有效成分相同的某元素或某原子团，使测定的结果产生较大的偏差。例如20%三氯杀螨醇乳油的企业标准中采用的是测定总氯法，即样品用经水解后的氯含量折算三氯杀螨醇的含量。三氯杀螨醇是以滴滴涕原粉为原料制造的，因滴滴涕原粉中的邻，对位滴滴涕不易反应，仍留在产品中，水解后来自邻，对位滴滴涕中的氯也计算为三氯杀螨醇，使测定结果偏高。经用氯谱法测定几个生产厂的20%三氯杀螨醇乳油产品，其中邻，对位滴滴涕含量一般为2~5%，所以三氯杀螨醇含量只有16~17%。再如50%辛硫磷乳油，企业标准中多采用碱解法测定其含量，由于原药中有能与碱反应的杂质，也使测定结果偏高。有的厂的产品经用薄板分离后，用极谱法测定50%辛硫磷乳油，其含量只有35%左右。类似这种不能反映真实含量的农药检验方法还有不少，如以氯胺-T法测定扑草净含量，以碘量法测定久效磷含量，以中和法测定杀虫脒含量等。用这样的检验方法所测得的结果，是不能给生产厂和用户提供的产品质量信息的。目前在一些单位里，按企业标准分析的农药产品中，存在着测定有效成分不准确的问题，所以在审核农药产品质量时，就不能仅仅有化验合格证来评论，还要了解所采用的分析方法是否准确。

鉴于目前有些农药的原药纯度较低，用一般化学法测定含量会造成很大误差，建议采用具有杂质分离手段的测定方法。（如薄板分离后测定法，气相色谱法，液相色谱法等）。有的农药产品的企业标准中对有效成分含量的测定，虽然采用了薄板分离杂质再测定的办法，但薄板展开时由于展开剂选择不恰当，使杂质分离的效果不相同，测定结果出现偏差。

混合制剂现在有了较大的发展，混合用药可以提高防治效果，或可以兼治不同的防治对象、有利于缓和抗药性的发生和发展。由于混合制剂至少是两种有效成分混合在一起，这给分析工作带来一定的困难。要求在测定其中一种有效成分时，不能受到另一种有效成分的干扰，如果将杂质与有效成分分开后测定，这样的结果是可信的。有的混合制剂采用的分析方法不甚合理，是值得注意的问题。

农药产品的物理、化学性状如何，是药剂能否发挥应有效力的重要因素。例如，用万能粉碎机粉碎制得的阿特拉津可湿性粉剂与阿特拉津悬浮剂的室内测得的抑制中浓度，前者是后者的 1.6 倍。说明悬浮剂比可湿性粉剂的药效高。悬浮剂的颗粒一般在 $5\mu\text{m}$ 以下，而可湿性粉剂的颗粒多在 $20\mu\text{m}$ 左右，说明药剂的颗粒细度对药效有明显的影 响。

对粉剂类农药产品，为了喷撒时施用的均匀，要求具有一定的细度，目前一般要求不小于 95% 通过 200 目筛，含水量不大于 1.5%，国际上，在粉剂类农药产品的规格标准中，没有含水量技术指标要求，而有流动指数要求，即 1 份重量的粉剂，当混入多少份重的细砂时，能在一特定的漏斗中自由通过，以表示其分散性能。

可湿性粉剂类应注意其悬浮率高低，要求用水稀释后能形成良好的悬浊液。如果悬浮性能不好，大颗粒很快沉下去，容易造成喷药时浓度不一致，必然会影响药效。目前国内由于所用的粉碎机械不适宜，悬浮率不够高。产品的悬浮率在贮存过程中还会自然下降，一般是贮存时温度高悬浮率下降的快。国际上采用加速贮存测定悬浮率，即将产品经加热、加压处理后再测定悬浮率，以代表经常规贮存一定时间后的悬浮率情况。

药粉润湿时间是可湿性粉剂的另一个特性指标，要求将药粉撒在水面后，应能很快被水润湿。利用这个办法可以简单地辨别粉剂和可湿性粉剂。国外此种产品的润湿时间，一般规定为一分钟。而在国内由于所选用的润湿剂的润湿性能不够强，生产过程中所投入的润湿剂又未能与原药充分接触，产品的润湿性能较差，有的要经过很长的时间才能被水润湿。有的产品在规格标准中规定的润湿时间长达 10 分钟。其实将生产工艺稍加改进就可使产品的润湿时间达到国外同类产品的水平。对可湿性粉剂除药剂本身被水润湿的性能外，还应考虑药剂加水稀释到使用浓度后的药液对植物的润湿和附着性能。

乳油农药产品应首先观察有无分层现象，若有，加水稀释后形成的乳浊液是不会稳定的。乳油类农药产品有时会有结晶出现，这种情况可能有以下几个原因。一种原因是当农药的原药在常温下是固体，

在配制乳油时要用溶剂将原药溶解，由于低温或者由于选用的溶剂的种类和比例不当，配制成的这种乳油，在低温情况下会有结晶出现。例如20%敌稗乳油。而40%乙酰甲胺磷在常温下也会出现结晶，这是因为该药剂在一般有机溶剂中的溶解度较小。在国外多配制可溶性粉剂而不配制成乳油。遇有乳油类农药出现结晶现象，可用温水加温使结晶逐渐溶解消失，当恢复到室温若不再出现结晶即属正常状态。另一种原因是从原药或者从乳化剂（阴离子型）带来水溶性杂质，因其不易溶于有机溶剂，配制乳油过程中又没经过过滤，使这些杂质悬浮于乳油中，这样的固体物虽然不致影响药效，也不会堵塞喷头，但严格来说是不应该有的。因此在遇有乳油类农药产品出现结晶时，不能就认为此产品已变质失效，而应该经过必要的测试后再做出恰当的结论。

乳液稳定性是乳油类农药的另一个重要技术指标。要求乳油经用硬水稀释后在一定时间内应呈稳定的乳油液，应上无乳油、下无沉油或沉淀出现。近年来由于国内已能生产高效能的乳化剂，使乳油类农药的乳液稳定性基本符合要求。国内规定测定乳液稳定性时用硬水稀释的倍数不统一，如敌敌畏乳油是200倍，乐果乳油是500倍，甲胺磷乳油是1000倍。和国际上（CIPAC）的测定方法相比，稀释倍数偏高。一般认为越接近使用时的实际稀释倍数越能代表乳液稳定性的实际情况。国外则认为稀释倍数过高，溶剂及原药会溶于水中，使测得乳液稳定性失去其实性。国际上通用的稀释倍数是20，即取5ml乳油，加95ml硬水，在100ml量筒中颠倒一次，目测应完全乳化，在 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中停放0.5、2、24、24.5小时后，乳液中分离出的乳膏、浮油的容量，对不同的产品规定了具体的要求。例如乐果乳油应分别为乳膏 $<1\text{ml}$ ，乳膏 $<2\text{ml}$ 、浮油 $<0.5\text{ml}$ ，完全再乳化，乳膏 $<2\text{ml}$ 、浮油 $<0.5\text{ml}$ 。这样的测试方法是值得参考、采用的。

悬浮剂是最近几年发展起来的农药新剂型，在目前加工可湿性粉剂的粉碎机械尚未更新情况下，凡是适合的均应尽可能加工成悬浮剂，以使农药的药效充分地发挥出来。现要求悬浮剂农药停放1小时的悬浮率不低于90%。一般可湿性粉剂类农药停放30分钟的悬浮率只