



世 界 卫 生 组 织

农 药 规 格

第 五 版

化工部农药标准化技术归口单位
化 工 部 沈 阳 化 工 研 究 院

农药规格

—用于公共卫生

杀虫剂—杀软体动物剂—忌避剂—方法

第五版

世界卫生组织

日内瓦

1979



化工部沈阳化工研究院农药标准化室译

前 言

世界卫生组织（WHO）出版的《农药规格》是国际农药标准之一，多年来一直为世界各国广泛采用。该书既有原药和制剂标准，又有一些重要的基础标准。在原药和制剂标准中，技术条件和检验方法合为一体，颇为完整，便于参考。

采用国际标准和国外先进标准是我国的一项重要技术经济政策。为便于各单位在制订各级农药标准中尽快采用国际标准，同时也为农药质检、商检、环保、植保、公安、卫生、防疫等部门提供较先进的农药分析方法，我们翻译了WHO《农药规格》第五版。

本书由沈阳化工研究院农药标准化室翻译。第一部分由陈建立、侯宇凯、陈国兴、贾丽君、赵鸣一、魏瑞芝同志翻译；第二、三部分由陈国兴同志翻译；第四部分由陈国兴、杨绍宗同志翻译。

本书承蒙贾翠玲同志审校标准部分，王大翔同志审校方法部分，特此致谢。

限于我们的水平，书中一定会有错误或不妥之处，热诚欢迎读者批评、指正。

化工部化学农药监测中心
化工部农药标准化技术归口单位
化工部沈阳化工研究院

1985年6月

序

杀虫剂及其喷雾、撒粉器械的标准于1953年由世界卫生组织 (WHO) 首次颁布。这些标准是以 WHO 杀虫剂专家委员会的第四次报告以及更早的两次报告为依据的, 并拟包括所有用于控制与公共卫生密切相关的昆虫的主要杀虫剂, 但这一领域的发展非常快, 以致仅仅颁布一年又需要召集新的专家委员会会议来增订和修订这些标准。一方面由于用在公共卫生的农药量明显增加, 另一方面通过分析方法的协作研究, 使在质量控制方法上积累了新的经验。委员会的推荐促成了《农药规格》第一版于1956年正式出版。该书将杀虫剂以及杀软体动物剂、杀鼠剂和喷雾、撒粉器械的标准汇编在一起。根据1958年另一次专家委员会会议对标准的修订建议, 在1961年又出了第二版。

1963年, WHO 杀虫剂专家委员会召开会议, 讨论了农药的施用和撒布所需器械的问题。这次会议推荐的标准和方法于1964年颁布, 并于1974⁽¹⁾年出了第二版。在1965年召开的第十五次WHO 杀虫剂专家委员会会议对农药标准作了比较全面的修改。在编写第三版时考虑了这些修改意见, 并于1967年出版。题目改为“用于公共卫生的农药规格”。新书名欲强调这些标准是专为适应公共卫生的需要而制订的, 可能并不适用于农用农药。1971⁽²⁾年召开的第十九次WHO 杀虫剂专家委员会会议再次对标准作了修改, 在此基础上, 于1973年出版了第四版。

1977⁽³⁾年召开的第二次WHO害虫生物学及其防治专家委员会(接替WHO杀虫剂专家委员会的机构)会议, 承担了再次修订标准的任务。对现有的若干个标准作了改动, 并制订了许多新农药的标准。变动最大的是马拉硫磷标准。在最新的第五版中, 包括了所有新内容, 并同时删去了几个老标准。这实际上意味着本书包括了目前公共卫生事业中广泛使用的全部农药的标准—除杀鼠剂外。该委员会建议, 这些标准应该在与联合国粮农组织 (FAO) 合作的基础上单独颁布。

在本标准中采用的农药名称, 均为国际标准化组织 (ISO) 推荐的通用名称或化学名称, 后者遵循国际纯化学和应用化学联合会 (IUPAC) 的命名规则, 该规则曾由美国化学会 (ACS) 在化学文摘 (CA) 上予以说明。本书中的量度单位均采用国际单位制 (SI)。

〔1〕《用于防治传播疾病害虫的器械》第二版, 日内卫, 世界卫生组织, 1974

〔2〕WHO技术报告专辑, NO. 457, 1971.

〔3〕WHO技术报告专辑, NO. 620, 1978.

绪 论

产品标准几乎总是代表某种协议，即制造厂能达到的指标和用户要求的指标及他们为此产品准备付的价钱之间的协议。农药及其制剂的标准也不例外。在某些情况下，要满足用户的要求在技术上是是不可能的。而在另一些情况下，技术上也许可能，但成本非常昂贵。有时，合乎理化性质方面的技术要求会与决定生物效力的标准相矛盾，因此，有关各方，特别是制造厂和对质量管理或产品检验负责的那些部门有必要了解：（1）产品需作何用？怎样使用？产品可能会遇到何种异常的贮存条件？（2）标准中的各种技术要求及检验方法的理由。

本书中包括的农药标准是专为满足公共卫生事业的要求制订的。这些要求在许多方面不同于对农用农药的要求，尤其是在各种制剂的性能要求和有效成分的含量上。在另一方面，原药标准是要规定用于加工制剂的原药质量的，因而，这些标准具有较广泛的使用价值。实际上，在选择标准所采用的分析方法时，指导原则之一就是这些方法应该为制造厂、公共卫生工作者以及农业使用者都乐意接受。

用于公共卫生的大部分杀虫剂都加工成水分散性粉剂。由于需运到交通不便的地区，要经过多次转运和装卸，这些杀虫剂制剂有可能要在炎热的条件下贮存相当长的时间。在这段时间内药品须保持可供立即使用的令人满意状态，有效成份不得分解，物理性质，特别是悬浮率不得下降。在这一点上，请注意海运的滴滴涕粉剂标准（WHO/SIF/26.R2）和马拉硫磷水分散性粉剂标准（WHO/SIF/10.R4）。滴滴涕粉剂标准中有一项长贮存期的要求，这项要求在订购用于根治疟疾的粉剂时尤为重要，因为它保证了粉剂的悬浮率在经过炎热气候下运输、贮存后仍保持合格。马拉硫磷粉剂标准中有一项加速贮存试验，专门检验制剂中的某些粉尘，这些粉尘可能会对喷药者或其他工人造成危害。

乳油若长期暴露于低温可能会变质。因此，采购部门订购这些产品时，应提出产品必须符合所有此类特殊要求的声明。

“乳油”这一术语，系用来表示含有杀虫剂和一种或几种表面活性剂的单相液体，并具有在用水稀释时即形成乳状液的特性。更正确的叫法应是“可乳化的浓制剂”，但考虑到使用习惯，本书中仍保留“乳油”一词。

为了更好地使用这些标准，请采购农药的部门在定货单中写明。

（1）农药的名称。（2）WHO标准号。（3）需要有效成分浓度。（4）对包装类型的要求，标签的种类及书写文种。（5）在货物到达后，验收之前需作何种检查及如何采样。（6）委托的检验机构或实验室名称，由它负责鉴定该农药是否全部符合标准及买方定货单中提出的要求。（7）买方可能提出的其他特殊要求（如需长期存放），使制造厂能为提供满意的产品而作相应的准备。

由于许多农药对人或动物均有剧毒，所以必须在容器的标签纸上附有醒目的危险标

志和安全使用说明，並在适当的地方写明万一中毒时需采取的措施。在各个标准中只写了最低限度的注意事项。至于有关安全搬运农药、操作者的防护措施、接触农药人员的体检以及中毒后的急救等方面的详细建议，均请见WHO 杀虫剂专家委员会的第十六次报告⁽¹⁾。

在几个较老的分析方法中，仍使用苯作为溶剂。因为它有毒，所以若不正确使用，势必为害人体。奉劝分析工作者务必避免暴露于苯或其蒸气中。

有些标准在分析方法中需用参考标准品（如滴滴涕、六六六、敌敌畏、避蚊胺、毒死蜱、马拉硫磷、双硫磷和三苯甲基吗啉），参考标准品和有关资料可由WHO 农药开发和安全使用部提供（瑞士、日内瓦）

在WHO 杀虫剂专家委员会的第十七次报告⁽²⁾的附录18上，有关于控制具体害虫最适用的农药制剂及其有关的使用方法的介绍。在《用于防治传播疾病害虫的器械》⁽³⁾一书中，列有农药使用器械的主要项目的指南。后一书与本书是姊妹篇，书中也汇集了各类标准和使用说明。

(1) WHO Technical Report Series, No 356, 1967.

(2) 同上, No 443, 1970, P165 (附录18)

(3) 《Equipment for vector control》，第2版，瑞士，日内瓦，1974。

目 录

序

绪论

第一部分 杀虫剂

滴滴涕

滴滴涕原药	(1)
滴滴涕水分散性粉剂	(5)
海运滴滴涕水分散性粉剂	(7)
滴滴涕乳油	(11)
滴滴涕粉剂	(13)

六六六

六六六原药和精制品	(14)
林丹	(16)
六六六水分散性粉剂	(17)
六六六乳油	(20)
六六六粉剂	(22)

甲氧滴滴涕

甲氧滴滴涕原药	(23)
甲氧滴滴涕乳油	(26)
除虫菊	(28)

地亚农

地亚农原药	(32)
地亚农水分散性粉剂	(34)
地亚农乳油	(38)

马拉硫磷

马拉硫磷原药	(41)
马拉硫磷水分散性粉剂	(44)
马拉硫磷乳油	(49)
马拉硫磷粉剂	(51)

敌百虫

敌百虫原药	(53)
敌百虫乳油	(55)

倍硫磷

倍硫磷原药	(58)
倍硫磷乳油	(60)

敌敌畏

敌敌畏原药	(62)
-------	------

杀螟松

杀螟松原药	(66)
杀螟松水分散性粉剂	(68)
杀螟松乳油	(71)

残杀威

残杀威原药	(74)
残杀威水分散性粉剂	(76)

双硫磷

双硫磷原药	(79)
双硫磷乳油	(81)
防治蚋属昆虫用双硫磷乳油	(83)

溴硫磷

溴硫磷原药	(86)
溴硫磷水分散性粉剂	(87)
溴硫磷乳油	(90)

毒死蜱

毒死蜱原药	(92)
毒死蜱乳油	(94)

碘硫磷

碘硫磷原药	(96)
碘硫磷水分散性粉剂	(98)

杀幼虫油

不含杀虫剂的杀幼虫油	(101)
含杀虫剂的杀幼虫油	(103)

第二部分 杀软体动物剂

硫酸铜原药.....(106)

五氯酚原药.....(107)

贝螺杀

乙醇胺盐原药.....(109)

乙醇胺盐水分散性粉剂.....(111)

乙醇胺盐乳油.....(114)

蜗螺杀.....(116)

第三部分 忌避剂

避蚊胺原药.....(120)

第四部分 方法

采样方法.....(122)

75%滴滴涕水分散性粉剂的目测悬

浮性试验.....(123)

酸度和碱度的测定.....(123)

加速贮存处理后筛分试验.....(125)

熔点和混合熔点的测定.....(126)

卡尔·费休电位滴定法测定水分(127)

共沸蒸馏法测定水分.....(130)

二氯二氟甲烷不溶物的测定.....(131)

泰克闭杯试验法测定闪点.....(133)

克利弗兰得开杯试验法测定闪点... (134)

乳状液稳定性试验.....(135)

帕尔弹法测定总氯.....(135)

改进的斯特帕诺夫法测定总有机氯(136)

杀幼虫油的毒性试验.....(138)

六六六中丙体的分离和测定.....(139)

第一部分 杀虫剂

滴滴涕原药

标准 WHO/SIT/1.R5

1977年12月5日批准

1. 规格

1.1 成分和外观 本品应主要含 1,1'-(2,2,2-三氯乙叉)-双〔4-氯苯〕。应为白色或米色颗粒、薄片或粉末，无外来杂质或添加的改性剂。

1.2 化学和物理的技术条件 从交付商品的任何分部取样(见方法 WHO/M/1)，本品都应符合1.1节及下列各项要求：

	最小值	最大值
凝固点(2.1节)(注1)	89℃	
总有机氯含量(2.2节)	490g/kg	510g/kg
可水解氯含量(2.3节)	95g/kg	115g/kg
对，对位异构体含量(2.4节)	700g/kg	
分出的对，对位异构体的熔点(2.4节)	104℃	
水合三氯乙醛含量(2.5节)		0.25g/kg
酸度(方法 WHO/M/3)，以硫酸计		3.0g/kg
丙酮中固体不溶物(2.6节)		10g/kg
水份(2.7节)		10g/kg

1.3 包装和标志 滴滴涕原药应包装在按定货规定的合适、干净的容器内。所有包装品都应有如下耐久、清晰的标志：

制造厂名；滴滴涕原药符合标准 WHO/SIT/1.R5；对，对位异构体含量—g/kg；批号或参考号；检验日期；净重。

並至少写明以下须注意之事项：远离食物、饲料及其容器。

2. 理化性质的测定方法

2.1 凝固点 在一支高20cm、内径2.5cm、壁厚 2 ± 0.1 mm 的试管中，放入足够

量的样品，使其熔化时液体高度约为7.5 cm。将试管浸到最高温度为100℃的油浴中约10cm深处，小心地使样品熔化。如果熔化时氯化氢气体逸出，则必须重新取样，并在较低温度的油浴中熔化。

将此试管配上一个软木环，插入高15cm、内径约4cm的另一支试管中，离后者底部1.3cm。然后把这组试管浸到一个水浴中，浸入深度为10cm，水浴温度保持在预测凝固点以下5~8℃。在内试管中放入一个搅拌器，搅拌器为一根直径1.5mm的不锈钢棒，一端弯成6圈螺旋圈形状，圈的外径为1.8cm。将1/10度刻度的温度计固定在试管的中心位置，其水银球距管底2.5cm。

以每秒钟约二次的速度上下搅拌，直到样品开始变稠，这时要用力搅拌，使管壁已析出的固体进到熔化物中。当温度停止下降，并在一段时间内保持恒定时（注2），停止搅拌。记录此温度。经温度计校准及加上水银柱露出部分的校正值后，即为凝固点。

水银柱露出部分的校正：温度计的读数要加上温度计中水银柱露出部分的校正值，校正值由下式计算：

$$N \times 0.00015 \times (T - t)$$

式中：N=内试管顶部到温度计水银面之间的温度计数

T=熔化物中温度计的读数

t=温度计上露出的水银柱中点处的温度

2.2 总有机氯含量（经修改的斯特帕诺夫法）（注3）

2.2.1 总氯的测定 准确称取约1g样品，移入250ml容量瓶中，加入10ml不含氯和噻吩的苯溶解样品，然后以990ml/L的异丙醇稀释到刻度。

取25ml上述溶液到250ml烧瓶中（注4），加入2.5g条状或小片状金属钠。接上回流冷凝器，缓缓沸腾至少1小时，不时摇动烧瓶。通过冷凝器，小心地以每秒1—2滴的速度加入10ml 500ml/L的异丙醇水溶液，以除去过量的金属钠。再煮沸10分钟，然后加入60ml蒸馏水。

冷却，加入2~3滴酚酞指示剂，逐滴加入500g/L的硝酸中和之，再多加10ml。如果必要，冷却至室温。加入稍过量的0.1mol/L硝酸银溶液，然后加入3ml纯硝基苯和5ml 100g/L铁铵矾溶液，剧烈摇动使沉淀凝聚。

用0.1mol/L的硫氰酸钾溶液滴定滤液中过量的硝酸银。

从起始时加入的硝酸银量中减去在滤液中测得的硝酸银量，差值即为与样品中的总氯反应的量。1ml 0.1mol/L硝酸银溶液相当于0.003546g氯。

也可以用电位法测定终点。

按完全相同的步骤作空白测定（不加样品），只加入5ml 0.1mol/L的硝酸银溶液，以求得所用的全部试剂的氯校正值。

2.2.2 无机氯的测定 准确称取约1g样品，溶解于10ml丙酮中，然后加入100ml蒸馏水，在室温下放置10分钟后过滤。用500ml/L的硝酸酸化滤液，再按2.2.1节的方法进行。

2.2.3 计算

$$\text{总有机氯含量 (g/kg)} = \left(\frac{V_1 \times 10}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) \times 3.546$$

式中: V_1 = 相当于总氯的0.1mol/L硝酸银溶液的体积 (ml)

V_2 = 相当于无机氯的0.1mol/L硝酸银溶液的体积 (ml)

m_1 = 用作总氯测定的样品量 (g)

m_2 = 用作无机氯测定的样品量 (g)

2.3 可水解氯含量

2.3.1 可水解氯加无机氯的测定 准确称取约0.5g样品,放入250ml烧瓶中。加入50ml丙酮和20ml 1mol/L的氢氧化钾乙醇溶液,在20—25℃保持15分钟。加入50ml蒸馏水、20ml 2mol/L的硝酸,再准确地加入25ml 0.1mol/L的硝酸银溶液。放在蒸汽浴上煮解半小时,不时地搅拌,以凝聚氯化银沉淀。冷却、通过一张快速滤纸滤去沉淀,并用蒸馏水充分洗涤。加入5ml100g/L铁铵矾溶液,用0.1mol/L硫氰酸钾溶液测定滤液中过量的硝酸银。

从起始时加入的硝酸银量中减去在滤液中测得的硝酸银量,差值即为与样品中的可水解氯加无机氯相反应的量。1ml 0.1mol/L升硝酸银溶液相当于0.003546g氯。

也可用电位法定测终点。

2.3.2 无机氯的测定 准确称取约1g样品,溶于10ml丙酮中,加入100ml蒸馏水,在室温放置10分钟并过滤。以500ml/L硝酸酸化滤液,然后准确加入25ml 0.1mol/L的硝酸银溶液,再按2.3.1节的方法进行。

2.3.3. 计算

$$\text{可水解氯含量 (g/kg)} = \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) \times 3.546$$

式中: V_1 = 相当于可水解氯加无机氯的0.1mol/L硝酸银溶液的体积 (ml)

V_2 = 相当于无机氯的0.1mol/L硝酸银溶液的体积 (ml)

m_1 = 用于可水解氯加无机氯测定的样品量 (g)

m_2 = 用于无机氯测定的样品量 (g)

2.4 对, 对位异构体含量

2.4.1 试剂 对,对位异构体饱和溶液-在25℃(或其他合适的温度),在750ml/L的乙醇水溶液中制备纯的滴滴涕对,对位异构体的饱和溶液,并置于温度稳定在±0.5℃的恒温浴中保持此温度。

2.4.2 步骤 准确称取约2g样品,放入装有回流冷凝器的250~300ml烧瓶中,

加150ml对,对位异构体饱和溶液,加热回流直到完全溶解,盖上烧瓶塞,让溶液在空气中慢慢冷到约26~30℃,此时析出对,对位异构体的结晶。如果有油状物析出,则再次加热回流,使其再溶解。如有必要,可在其后的冷却过程中加入一粒对,对位异构体的晶种。

把烧瓶放在恒温浴中4小时，不时摇荡。用预先称重的古氏坩埚抽滤结晶，坩埚底部装有滤纸片。在抽滤时，应尽可能不让空气通过湿的结晶吸入。将坩埚和结晶于78~80℃烘干到恒重，然后冷却并称重。计算对，对位异构体的百分含量，并加上用已知混合物求得的经验校正因子1.4%。

然后，用方法WHO/M/5测定分出的晶体的熔点。

2.5 水合三氯乙醛含量

2.5.1 试剂 标准水合三氯乙醛溶液-将5mg水合三氯乙醛溶解在100ml蒸馏水中。

2.5.2 步骤 将20g样品和200ml不含二氧化碳的蒸馏水放入500ml圆底烧瓶中，瓶上有带水银封的机械搅拌器，将瓶放入油浴中，于140~160℃加热，同时快速搅拌，以防止过热现象出现。然后用一个冷却良好的冷凝器蒸馏此混合物，蒸馏速度为3分钟至1小时内得100ml蒸馏液。用一离心试管准确收集100ml蒸馏液，并离心，使水不溶物与水完全分离。

在试管中加入2ml 400g/L的氢氧化钠溶液，再加入1ml无色吡啶和4ml馏出物。在另一个试管中加入2ml相同的400g/L氢氧化钠溶液，再加入1ml无色吡啶和4ml标准水合三氯乙醛溶液。摇动这二个试管，并在沸水浴上加热1分钟。样品液中吡啶层形成的红色应不深于标准液中吡啶层的颜色。

2.6 丙酮中不溶固体物 准确称取约10g样品，放入一个清洁、干燥的250ml烧瓶中，加入150ml无水丙酮，加热回流，直到所有可溶性物质全部溶解为止。用一个已称重的古氏坩埚或3号孔率的烧结玻璃漏斗过滤，另用一些溶剂充分洗涤。在110℃烘干30分钟，，冷却并称重。

2.7 水分 用卡尔费休电位滴定法（见WHO/M/7）或用共沸蒸馏法（见WHO/M/8）测定。后一方法在水分含量很低时结果不可靠，所以不一定适用。在有争议的情况下，以卡尔费休法为准。

注1 对凝固点更高的滴滴涕原药，建议用于加工750g/kg的滴滴涕水分散性粉剂，以达到标准WHO/SIT/1.R5和WHO/SIF/26.R2规定的指标，尤其是悬浮率、加速贮存处理后筛分和贮存期限三项。

注2 有时，样品的温度可能略为升高。若是这样，则记录最高的平稳温度作为凝固点。

注3 帕尔弹法（WHO/M/15）或其他现有的方法都可用于常规分析，但在出现矛盾时，以斯特帕诺夫法为准。

注4 如果称样时引入的误差不大于样品量的0.1%，也可直接称取样品。

滴滴涕水分散性粉剂

标准 WHO/SIF/1.R5 1977年12月5日批准

1. 规格

1.1 成分和外观 本品应是滴滴涕原药和填料的均匀混合物，外观为细的、自由流动的白到乳白色粉末。它在水中经搅拌易润湿，在正常的使用条件下，不会产生过多的泡沫。用来加工本品的滴滴涕原药应符合标准WHO/SIF/1.R5的要求。

1.2 化学和物理的技术条件 从交付商品的任何部分取样(见方法WHO/M/1)，本品都应符合1.1节及下列各项要求：

1.2.1 滴滴涕含量(以g/kg计) 用2.1节所述的任一方法测定，滴滴涕含量与标明含量之差，不得大于下列值：

标明含量	允许范围
≤500g/kg	标明含量的±5%
>500g/kg	(1000—标明含量)的±5%

所取全部试样的平均含量，不应低于标明含量。

1.2.2 加速贮存后筛分 经加速贮存处理(2.3节)后的样品，按方法WHO/M/4检验时，至少应有98%的粉剂(干重)通过74μm筛。

1.2.3 悬浮率

未经预处理的样品在标准软水中的悬浮率——用标准软水将未经处理的粉剂样品制成含滴滴涕25g/L的悬浮液，用2.2节中的方法检验，在搅拌后30分钟，至少应有60%的滴滴涕(15g/L)处于悬浮状态。

经加速贮存处理后的样品在标准硬水中的悬浮率——用标准硬水将加速贮存处理(2.3节)后的样品，制成含滴滴涕25g/L的悬浮液，用2.2节所述的方法检验，在搅拌后30分钟，至少应有60%的滴滴涕(15g/L)处于悬浮状态。

1.2.4 酸度或碱度 用WHO/M/3所述的方法检验，本品的酸度，以硫酸计，不得大于2g/kg；碱度，以氢氧化钠计，也不得大于2g/kg。

1.3 包装及标志 滴滴涕水分散性粉剂应包装在按定货规定的合适、干净的圆桶内。桶的体积应是使每kg滴滴涕粉剂至少有2L的容积，桶内应有0.1mm厚的聚乙烯内衬或内袋或其他相当的材料，装满后，应将内衬或内袋密封。所有包装品都应具有如下经久、清晰的标志：

制造厂名；滴滴涕水分散性粉剂符合标准WHO/SIF/1.R5；滴滴涕含量g/kg；批

号或参考号；检验日期；净重。

並至少注明以下须注意的事项：远离食物、饲料及其容器。

2. 理化性质的测定方法

2.1 滴滴涕含量

2.1.1 总有机氯法（经修改的斯特帕诺夫法） 准确称取含约1g滴滴涕的样品，用不含氯和噻吩的苯定量地进行萃取。如使用索氏抽提器，则须注意确保萃取完全且不发生沟流现象。浓缩萃取液到一定体积，使其能定量地移到100ml容量瓶中，用苯稀释到刻度，混匀。

取10ml上述试液注入250ml锥形瓶中，加25ml990ml/L的异丙醇。摇动锥形瓶，加2.5g金属钠条或片，按上回流冷凝器，缓缓煮沸至少1小时，不时摇动锥形瓶。通过冷凝器以每秒1~2滴的速度小心地加入10ml500ml/L的异丙醇水溶液，以除去过量的金属钠。继续煮沸10分钟，再加60ml蒸馏水。

冷却，加2~3滴酚酞指示剂溶液，滴加500g/L的硝酸中和，再多加10ml。如有必要，冷却到室温。加入稍过量的0.1mol/L的硝酸银溶液，並加入3ml纯硝基苯和5ml100g/L的铁铵矾溶液，剧烈摇动以凝聚沉淀。

用0.1mol/L的硫氰酸钾溶液滴定滤液中过量的硝酸银。

由起始时加入的硝酸银的量中减去滤液中测得的硝酸银量，其差值即为与样品中的总氯反应的硝酸银量。1ml0.1mol/L硝酸银溶液相当于0.003546g氯。

也可用电位法测定终点。

按完全相同的步骤作空白测定（不加样品），但只加入5ml0.1mol/L的硝酸银溶液，以求得所用的全部试剂的氯校正值。

2.1.2 计算：

$$\text{滴滴涕含量 (g/kg)} = \frac{V \times 70.92}{m}$$

式中：V=使用的0.1mol/L的硝酸银溶液的体积（ml）

m=样品量（g）

2.2 悬浮率

2.2.1 仪器

1. 250ml带磨口塞的量筒，筒底到250ml刻度线间的距离为20~21.5cm。

2. 内径约5mm，长约40cm的玻璃管，一端拉细，使口径为2~3mm，另一端接真空泵。

2.2.2 试剂

标准硬水 称取0.304g无水氯化钙和0.139g六水氯化镁，溶于蒸馏水中，稀释到1L，此水的硬度，以碳酸钙计，为342mg/L。

标准软水 取100ml 标准硬水, 加入900ml蒸馏水。此水的硬度, 以碳酸钙计, 为34.2mg/L。

2.2.3 步骤 准确称取能制成250ml含滴滴涕25g/L的悬浮液的样品, 置于100ml烧杯中。加入至少为所取样品量2倍的 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水(注1), 放置30秒钟, 然后手持直径为4~6mm的玻璃棒, 以每秒不超过4圈的速度搅拌试液, 搅拌时不要故意弄碎团块。然后立即用 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水将混合液定量洗入250ml量筒。此时要再一次避免碰碎团块。立即加入 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水, 使总体积达250ml。盖上量筒塞, 上下倒置30次, 其速度大约为2秒钟1次。此操作应尽可能平稳地进行, 保持旋转轴固定。量筒还需和手隔热以维持规定的悬浮液温度。将量筒置于 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中30分钟, 注意勿使水浴受到震动。

若在检验过程中产生过度的絮凝现象, 则此样品肯定不合格。

沉降30分钟后, 将玻璃管插入量筒, 尽量不使试液搅动, 借助真空泵在10~15秒钟内抽出9/10的悬浮液(即225ml)。应使玻璃管的尖口正好始终稍低于下降的悬浮液顶面。弃去抽出的悬浮液。

用2.1节中的任一个方法, 测定留下来的1/10悬浮液(包括沉淀)中的滴滴涕含量。

2.2.4 计算 根据2.1节测得的滴滴涕含量g/kg计算做悬浮率检验所取原始样品中的滴滴涕含量。

$$\text{悬浮率}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 111.1}{m_2}$$

式中: m_1 = 在留下的1/10悬浮液中滴滴涕的量(g)。

m_2 = 在原始样品中滴滴涕的量(g)

2.3 加速贮存处理 称取20g样品, 置于内径为6~6.5cm的250ml烧杯中, 使样品铺开, 不要压紧。在样品的上面, 放一个与烧杯壁松松接触的活塞或圆盘。其形状和重量要对样品施加一个2.5千帕斯卡的均匀压力。在此压力下, 将样品放在 $54 \pm 1^\circ\text{C}$ 的烘箱中保持24小时。取出样品, 除去加压重物, 把试样放在密闭的容器中, 使其自然地冷到室温。

加速贮存处理后, 样品不应受热的和受强阳光照射, 也不要暴露于高湿度的大气中。

注1 本节提到的水均指: 对未经预处理的粉剂, 用标准软水; 对经加速贮存处理的粉剂, 用标准硬水。

海运的滴滴涕水分散性粉剂

标准 WHO/SIF/26.R2 1971年4月23日批准

1. 规格

1.1 成分和外观 本品是由滴滴涕原药, 以及为了符合规格要求所需的惰性稀释

剂和其他材料制成的均匀混合物。产品应为细而能自由流动的白到乳白色粉末。它在水中经搅拌很容易润湿。在正常的使用条件下，不产生过多的泡沫。用来加工本品的滴滴涕原药应符合标准WHO/SIT/1.R5的要求。

1.2 化学和物理的技术条件 从交付商品的任何部分取样（见方法 WHO/M/1）（注1），本品都应符合1.1节及下列要求：

1.2.1 滴滴涕含量（以g/kg计）用2.1节所述的方法测定的滴滴涕含量与标明含量之差，不得大于下列规定数值：

标明含量	容许范围
≥500g/kg	（1000—标明含量）的±5%

所取全部试样的平均含量，不应低于标明含量。

1.2.2 加速贮存后筛分 经加速贮存处理（2.4节）后的样品，按2.3节所述方法检验时，至少应有98%（干重）通过74μm筛。

1.2.3 悬浮率 未经预处理的样品在标准软水中的悬浮率 用标准软水将未经处理的样品制成含滴滴涕25g/L的悬浮液，用2.2节中的方法检验，在搅拌后30分钟，至少应有70%的滴滴涕（17.5g/L）处于悬浮状态。

经加速贮存处理的样品在标准硬水中的悬浮率 用标准硬水将加速贮存处理（2.4节）后的样品制成滴滴涕25g/L的悬浮液，用2.2节所述的方法检验，在搅拌后30分钟）至少应有65%的滴滴涕（16.25g/L）处于悬浮状态。

1.2.4 酸度或硷度 用WHO/M/3所述的方法检验本品的酸度或硷度，酸度（以硫酸计）不得大于2g/kg；硷度（以氢氧化钠计）不得大于2g/kg。

1.2.5 贮存期（注2） 在制造厂交付商品时，从中取出任何粉剂样品（注3），贮存在防潮的容器中，在21~38℃的环境温度下，贮存至12个月。然后用标准硬水配制成含滴滴涕的悬浮液，按2.2节中的方法检验，在搅拌后30分钟，最少应有50%（12.5g/L）的滴滴涕处于悬浮状态。

1.3 包装及标志 滴滴涕水分散性粉剂应包装在按定货规定的合适、干净的圆桶或箱内，每kg粉剂的容器，其容积至少应为2L。桶内应有0.1mm厚的聚乙烯内衬或内袋或其他相当的材料。装满后，应将内衬或内袋密封好。所有包装品都应具有如下耐久、清晰的标志：

制造厂名；滴滴涕水分散性粉剂 符合标准WHO/SIF/26.R2；滴滴涕含量——g/kg；批号或参考号；检验日期；净重。

并至少写明以下须注意事项：要远离食物、饲料及其容器。

2. 理化性质的测定方法

2.1 滴滴涕含量

2.1.1 总有机氯法（经修改的斯特帕诺夫法） 准确称取约含1g滴滴涕的样品，用不含氯和噻吩的苯定量萃取。使用索氏抽提器时，必须注意确保萃取完全，而不

发生沟流现象。浓缩萃取液到一定体积，使其能定量地移到100ml容量瓶中，用苯稀释到刻度、混匀。

取10ml上述试液注入250ml锥形瓶中，加25ml990ml/L的异丙醇。摇动锥形瓶，加2.5g金属钠条或片。接上回流冷凝器，缓缓煮沸至少1小时。其间，要不时摇动锥形瓶。通过冷凝器，以每秒1~2滴的速度小心地加入10ml异丙醇水（500ml/L）溶液，以除去过量的金属钠，继续煮沸10分钟，再加60ml蒸馏水。

冷却后，加2~3滴酚酞指示剂溶液，滴加500g/L的硫酸中和，然后再多加10ml。如有必要，冷却到室温，加入稍过量的0.1mol/L的硝酸银溶液。再加3ml纯硝基苯和5ml100g/L的铁铵矾溶液，剧烈摇动，使沉淀凝聚。用0.1mol/L的硫氰酸钾溶液滴定滤液中过量的硝酸银。

由起始时加入的硝酸银的量，减去滤液中测出的硝酸银量，其差值即为与样品中的总氯反应的硝酸银量。1ml0.1mol/L的硝酸银溶液相当于0.003546g氯。

也可用电位法测定终点。

用完全相同的步骤作空白测定（不加样品）但只加5ml0.1mol/L硝酸银溶液，以求得全部所用试剂的氯校正值。

2.1.2 计算

$$\text{滴滴涕含量 g/kg} = \frac{V \times 70.92}{m}$$

式中：V=消耗的0.1mol/L的硝酸银溶液的体积(ml)

m=样品量(g)

2.2 悬浮率

2.2.1 仪器

1. 100ml带玻璃塞的量筒。筒底到100ml刻度线的距离为 $180 \pm 1.5\text{cm}$ ；筒顶（不算颈部）到100ml刻度线的距离为 $5.5 \pm 0.5\text{cm}$ 。

2. 25ml移液管。该移液管有一个使其管尖能准确地插到100ml量筒的50ml刻度处的装置。为此可用一个中间打孔的胶塞固定移液管，塞子一旁开一个浅的“V”形通气口。

3. 恒温水浴。能使100ml量筒浸没到100ml刻度处，并能保持在 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 。该水浴必须避免由搅拌马达或其他装置引起的任何震动。

2.2.2 试剂

标准硬水：称取0.304g无水氯化钙和0.139g六水氯化镁溶于蒸馏水中，稀释到1L。如此配成的水的硬度，以碳酸钙计为342mg/L。

标准软水：取100ml标准硬水，加900ml蒸馏水。此水的硬度，以碳酸钙计，为34.2mg/L。

2.2.3 步骤 准确地称取能配成100ml含滴滴涕25g/L的悬浮液的样品，置于100ml烧杯中。加入50ml $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水（注4）放置30秒钟。手持玻璃棒，搅拌30秒。