

Pesticide

农药生产 与产品质量管理 实务全书



农药生产与产品质量 管理实务全书

李 娜 主编

(第四册)

电子工业出版社

目 录

第一篇 农药制造技术综述	(1)
第一章 农药概述	(3)
第一节 农药的历史发展	(3)
第二节 农药的重要作用	(5)
第三节 农药的分类	(6)
第四节 农药毒理学的研究	(9)
第五节 农药代谢原理	(12)
第六节 农药残留与环境污染	(20)
第七节 农药的未来发展	(27)
第二章 杀虫剂及杀螨剂	(30)
第一节 有机磷化合物	(30)
第二节 氨基甲酸酯类化合物	(43)
第三节 菊酯类化合物	(63)
第三章 杀菌剂	(82)
第一节 二硫代氨基甲酸酯类化合物	(82)
第二节 多菌灵类	(114)
第三节 甲霜灵类	(123)
第四节 有机磷类	(133)
第五节 其他杀菌剂	(144)
第四章 除草剂	(177)
第一节 苯氧酸酸类	(177)
第二节 芳胺衍生种类	(189)
第三节 三氮苯类	(210)
第四节 磷酰脲与 ALS 抑制剂	(220)
第五节 其他除草剂	(257)
第五章 植物生长调节剂	(289)
第一节 天然植物激素	(289)

目 录

第二节 实用植物生长调节剂.....	(292)
第六章 无机农药.....	(307)
第一节 二氧化氯.....	(307)
第二节 升汞.....	(311)
第三节 亚砷酸钠.....	(313)
第四节 多硫化钙.....	(314)
第五节 多硫化钡.....	(315)
第六节 冰晶石.....	(316)
第七节 波尔多液.....	(319)
第八节 氟硅酸钠.....	(320)
第九节 硫磺.....	(321)
第十节 硫氰酸钠.....	(324)
第十一节 硫酸铜.....	(327)
第十二节 氯氧化铜.....	(329)
第十三节 氯酸钠.....	(330)
第十四节 氯酸钙.....	(334)
第十五节 氯酸镁.....	(335)
第十六节 氰氨化钙.....	(337)
第十七节 碱式碳酸铜.....	(338)
第十八节 磷化铝.....	(341)
第十九节 磷化锌.....	(342)
第七章 农药助剂.....	(344)
第一节 农药助剂及分类.....	(344)
第二节 表面活性剂.....	(345)
第三节 非表面活性剂助剂.....	(348)
第二篇 农药加工及其使用技术	(363)
第一章 粉剂	(365)
第一节 粉剂的特性.....	(365)
第二节 粉剂的助剂.....	(370)
第三节 粉剂的加工技术.....	(375)
第四节 粉剂质量标准及检测方法.....	(377)
第五节 可湿性粉剂的特性.....	(380)
第六节 可湿性粉剂的助剂.....	(383)
第七节 可湿性粉剂的加工技术.....	(389)

第八节 可湿性粉剂的质量标准及其检测方法.....	(391)
第九节 可溶性粉剂.....	(392)
第二章 乳油与乳剂.....	(394)
第一节 乳油概述.....	(394)
第二节 农药乳油的加工方法.....	(396)
第三节 农药乳油的质量标准及检测方法.....	(403)
第四节 悬浮剂的特性.....	(405)
第五节 悬浮剂的助剂.....	(406)
第六节 悬浮剂的加工技术.....	(410)
第七节 悬浮剂的质量标准及检测方法.....	(413)
第八节 悬乳剂.....	(415)
第九节 干悬浮剂.....	(415)
第三章 粒剂.....	(420)
第一节 概述.....	(420)
第二节 粒剂的助剂.....	(421)
第三节 粒剂的加工方法.....	(424)
第四节 农药粒剂的标准及检测方法.....	(431)
第四章 农药的使用方法.....	(434)
第一节 农药使用概述.....	(434)
第二节 干制剂的使用.....	(435)
第三节 液态制剂的使用.....	(439)
第四节 气态制剂的使用.....	(453)
第五章 农药的施药质量标准.....	(455)
第一节 概述.....	(455)
第二节 农药的田间分布要求.....	(457)
第三节 棉田的施药技术.....	(466)
第四节 水稻小麦类农田的施药技术.....	(469)
第五节 果树的施药技术.....	(477)
第六节 茶园的施药技术.....	(481)
第七节 阔叶蔬菜田的施药技术.....	(484)
第八节 细叶类植物的施药技术.....	(486)
第六章 农药安全使用标准.....	(488)
第一节 概述.....	(488)
第二节 农药的安全贮存和运输.....	(489)
第三节 农药的取用和药液配制.....	(495)

目 录

第四节 田间施药作业的安全标准	(503)
第五节 残剩农药的处理	(517)
第三篇 新农药的研制	(523)
第一章 新型农药研究开发的思路途径	(525)
第一节 先导化合物的概念及其重要性	(525)
第二节 新农药分子设计的基本思路和方法	(526)
第三节 随机合成筛选	(529)
第四节 类同合成	(535)
第五节 天然活性物质模型	(541)
第六节 生物合理设计	(550)
第二章 新农药研究开发程序	(561)
第一节 概述	(561)
第二节 化学化工系列	(563)
第三节 生物活性与药效系列	(565)
第四节 毒性与环境系列	(568)
第五节 评价系列	(570)
第六节 其他系列	(571)
第三章 农用抗生素的研究开发	(574)
第一节 农用抗生素及其特点	(574)
第二节 农用抗生素的研究意义与开发途径	(576)
第三节 农用抗生素的研究开发程序	(577)
第四节 农用抗生素的生产技术开发	(581)
第四篇 农药生产产品质量鉴别	(585)
第一章 农药质量鉴别概论	(587)
第一节 农药概念	(587)
第二节 伪劣农药的概念	(587)
第三节 我国农药质量现状	(588)
第四节 我国农药质量检验机构的布局	(590)
第二章 农药的标准	(591)
第一节 概述	(591)
第二节 农药有效成分含量标准	(592)
第三节 农药剂型的标准	(596)
第四节 农药包装的标准	(608)

目 录

第五节 农药说明书的标准.....	(611)
第六节 对喷雾用水的水质要求.....	(616)
第三章 气相色谱分析方法简介.....	(618)
第一节 气相色谱法概述.....	(618)
第二节 气相色谱仪流程.....	(619)
第三节 色谱柱.....	(621)
第四节 检测器.....	(624)
第五节 常规气相色谱分析方法测定步骤.....	(628)
第四章 农药有效成分的气相色谱快速分析法.....	(631)
第一节 概述.....	(631)
第二节 通用色谱柱.....	(633)
第三节 最佳色谱条件的选择.....	(635)
第四节 双柱相对保留时间定性.....	(636)
第五节 相对质量影响 S_m 定量方法	(637)
第六节 气相色谱快速分析方法测定步骤.....	(644)
第五章 商品农药分析实例.....	(653)
第一节 杀虫剂类.....	(653)
第二节 杀菌剂类.....	(681)
第三节 除草剂类.....	(705)
第五篇 农药清洁生产与环境保护	(731)
第一章 清洁生产的概念.....	(733)
第一节 清洁生产的一般概念.....	(733)
第二节 清洁生产的产生及现状.....	(737)
第三节 清洁生产实施的意义.....	(739)
第二章 国内外清洁生产的状况.....	(741)
第一节 国内工业污染防治的发展.....	(741)
第二节 国内实施清洁生产情况.....	(748)
第三节 国内实施清洁生产评价分析.....	(751)
第四节 国外技术政策与清洁生产.....	(760)
第五节 国外实施清洁生产的经验和启示.....	(774)
第六节 国内外清洁生产的发展趋势.....	(778)
第三章 清洁生产实施的途径.....	(784)
第一节 产品的生产规模.....	(784)
第二节 原料路线的选择.....	(785)
第三节 原料的综合利用	(786)

目 录

第四节 清洁生产工艺的开发.....	(788)
第五节 工艺过程的闭路循环.....	(793)
第六节 废物的资源化.....	(794)
第七节 生物技术的采用.....	(798)
第八节 产品的更新.....	(799)
第九节 加强生产管理.....	(800)
第四章 绿色环保的认识.....	(802)
第一节 绿色环保的背景.....	(802)
第二节 绿色革命与绿色企业.....	(805)
第三节 贸易自由化与绿色壁垒.....	(807)
第四节 绿色产业和绿色技术.....	(809)
第五节 绿色工程与绿色投资.....	(812)
第五章 清洁生产与绿色环保.....	(815)
第一节 绿色环保的环境标志.....	(815)
第二节 绿色产品的类别与标准.....	(818)
第三节 绿色营销与绿色消费.....	(823)
第四节 产品生命周期分析.....	(831)
第五节 清洁生产与产品生态设计.....	(847)
第六章 农药清洁生产与环境保护标准.....	(852)
第六篇 农药生产质量监督与测试分析方法标准	(1045)
第一章 农药基础标准与通用测定、分析方法标准.....	(1047)
第二章 农药生产与技术标准	(1363)
第三章 农药中间体标准	(2118)
第七篇 农药生产质量与安全政策法规	(2127)

HG 2847 - 1997

前 言

本标准所确定的产品质量控制项目,参考了联合国粮农组织(FAO)农药乳油规格编写指南。

本标准由化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草,由湖北沙隆达股份有限公司、浙江仙居农药厂参加起草。

本标准主要起草人:姜敏怡、李秀杰、胡晓明。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2847 - 1997

三唑磷乳油

Triazophos emulsifiable concentrates

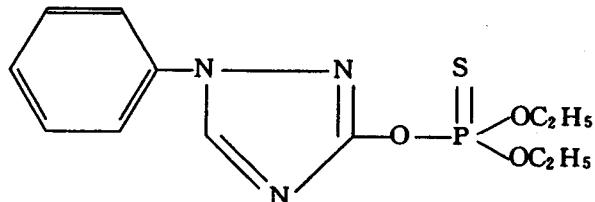
该产品有效成分三唑磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称 : Triazophos。

CIPAC 数字代号 : 353。

化学名称 : O,O - 二乙基 - O - 1 - 苯基 - 1,2,4 - 三唑 - 3 - 基硫代磷酸酯。

结构式 :



实验式 : C₁₂H₁₆N₃O₃PS。

相对分子质量 : 313.3(按 1993 年国际相对原子质量计)。

生物活性 : 具有杀虫、杀螨的性能。

熔点 : 2 ~ 5℃。

蒸气压 : (20℃) : 1 × 10⁻⁴ Pa。

溶解度 : 可溶于大多数有机溶剂。

稳定性 : 在碱性条件下不稳定, 在微酸性介质中较稳定, 易水解。样品和标样应在 5℃(最好是在 -18℃)以下保存。

1 范围

本标准规定了三唑磷乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用由符合标准的三唑磷原药(或苯油)与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的三唑磷乳油。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出

版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601 - 88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备。

GB/T 1600 - 79 农药水分测定方法

GB/T 1603 - 79 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604 - 1995 商品农药验收规则

GB/T 1605 - 79 商品农药采样方法

GB 3796 - 83 农药包装通则

GB/T 4838 - 84 乳油农药包装

HG/T 2467.2 - 1996 农药乳油产品标准编写规范

3 要求

3.1 外观:应是稳定的均相液体。

3.2 三唑磷乳油应符合表 1 要求。

表 1 三唑磷乳油控制项目指标

项 目	指 标	
三唑磷含量, % \geq	40.0	20.0
水分, % \leq	0.4	0.4
酸度(以 H_2SO_4 计), % \leq	0.5	0.5
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	合格
低温稳定性	合格	合格
热贮稳定性	合格	合格

注:低温、热贮稳定性试验,至少每 3 个月做一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中乳液和液体状态的采样方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件;最终抽样量一般应不少于 250mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 气相色谱法

本鉴别试验可与三唑磷含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液主峰的保留时间与标样溶液三唑磷色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 薄层色谱法

试样溶液经展开得到的主斑点与同时展开的标样溶液的斑点其 R_f 值应一致。展开条件:流动相,苯 + 丙酮 = 9 + 1(V/V);固定相,硅胶 HF₂₅₄。

4.3 三唑磷含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸双环己酯为内标物,使用 3% OV - 101/Chromosorb WAW DMCS(150 ~ 180 μm)为填充物的玻璃柱和 FID 检测器,对试样中的三唑磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

丙酮。

三唑磷标样:已知含量。

内标物:邻苯二甲酸双环己酯,应没有干扰分析的杂质。

固定液:OV - 101。

载体:Chromosorb WAW DMCS(150 ~ 180 μm)。

内标溶液:称取邻苯二甲酸双环己酯 2.43g,置于 250mL 容量瓶中,加丙酮溶解,并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪:具有 FID 检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱:1.5m × 3.2mm(内径)玻璃柱。

柱填充物:OV - 101 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS(150 ~ 180 μm)上,固定液:(固定液 + 载体) = 3:100(m/m);

4.3.4 色谱柱的制备

4.3.4.1 固定液的涂渍:准确称取 0.10gOV - 101 固定液于 250mL 烧杯中,加入适量(略大于 3.2g 载体体积)三氯甲烷使其完全溶解,倒入 3.2g 载体,轻轻振荡,使之混合均匀并使溶剂挥发近干,再将烧杯放入 120℃ 的烘箱中干燥 1h,取出放在干燥器中冷却至室温。

4.3.4.2 色谱柱的填充:将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口,分次把制备好的填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直至填到离柱出口 1.5cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的人口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡胶管接到真空泵上,开启真空泵,继续缓缓加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充得均匀紧密。填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以保持柱填充物不被移动。

4.3.4.3 色谱柱的老化:将色谱柱入口端与汽化室相连,出口端暂不接检测器,以 15mL/min 的流量通入载气(N_2),分阶段升温至 280℃,并在此温度下老化 36h。

4.3.4.4 色谱柱的纯化:待色谱柱老化完毕,将柱温降至约 140℃,向汽化室内注入 5% 二甲基二氯硅烷甲苯溶液,每次 20 μL ,间隔 30min,共进 8 次,最后一次,至少要停留 2h。钝化完毕,将柱出口端与检测器相连。

4.3.5 气相色谱操作条件

温度(℃):柱温 220,汽化室 250,检测器室 250。

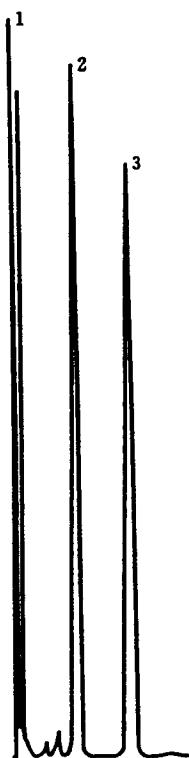
气体流量(mL/min):载气(N_2)30,氢气 30,空气 300。

保留时间(min):三唑磷 7.5,内标物 13.5。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果(见图 1)。

4.3.6 测定步骤

4.3.6.1 标样溶液的配制:称取三唑磷标样 0.1g(精确至 0.000 2g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5mL 内标溶液,摇匀。



1 - 溶剂;2 - 三唑磷;3 - 内标物
图 1 三唑磷乳油的气相色谱图

4.3.6.2 试样溶液的配制:称取含三唑磷约 0.1g 的试样(精确至 0.000 2g),置于具塞玻璃瓶中,用与 4.3.6.1 中同一支移液管加入 5mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.3 测定:在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针相对响应值和重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 2.0% 时,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。

4.3.7 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三唑磷与内标物峰面积之

比,分别进行平均。以质量百分数表示的三唑磷含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot P}{r_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中: r_1 ——标样溶液中,三唑磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —试样溶液中,三唑磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——三唑磷标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P——标样中三唑磷的质量百分数。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.6%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的卡尔·费休法测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液 $2c(\text{NaOH}) = 0.02\text{mol/L}$ 按 GB/T 601 中规定方法配制。

指示液：一体积 2g/L 甲基红乙醇溶液与五体积 2g/L 溴甲酚绿乙醇溶液相混合。

4.5.2 测定步骤

称取 1g 试样(精确至 0.000 2g), 置于一个 250mL 锥形瓶中, 加入 400mL 95% 乙醇, 振摇使试样溶液, 滴加 3~4 滴指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由橙黄色变为绿色为终点。同时作空白测定。

以质量百分数表示的试样的酸度 X_2 (以 H_2SO_4 计) 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 —滴定试样溶液,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,ml:

V_0 —滴定空白溶液,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 ml:

m—试样的质量, g;

0.049——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液($c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$)相当的以克表示的硫酸的质量

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 中的方法进行。上无浮油下无沉油或沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

取试样 50mL 于 100 mL 烧杯中,用适当方法冷却至(0 ± 1)℃,并在此温度下,保持 1h。其间,不时地用玻璃棒缓缓搅拌。无固体物或油状物析出为合格。

4.8 热贮稳定性实验

4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴):(54±2)℃。

安瓿(或54℃仍能密封的具塞玻璃瓶):50mL。

医用注射器:50mL。

4.8.2 测定步骤

用注射器将约30mL乳油试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中致冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发)。至少封3瓶,分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内,再将金属容器放入(54±2)℃恒温箱(或水浴)中,放置14d。取出冷至室温将安瓿外面擦净后分别称量,质量未发生变化的试样,于24h内,对三唑磷含量和乳液稳定性进行检验。热贮后,20%三唑磷乳油中的有效成分含量允许降至热贮前测得平均含量的95%,乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合GB/T 1604有关规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 三唑磷乳油的标志、标签和包装,应符合GB3796和GB 4838中的有关规定,并还应有商标和生产许可证号。

5.2 三唑磷乳油应用带有瓶塞及瓶盖的棕色玻璃瓶包装,每瓶净重为500mL,外用防震网套、泡沫塑料、草套或瓦楞纸作衬垫,紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中,以防撞击破损,每箱不多于20瓶。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合GB 4838中的有关规定。

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时,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。

5.6 安全:三唑磷乳油是中等毒性的有机磷杀虫、杀螨剂,蚕噬或吸人均有毒,还可通过皮肤渗入。使用本品应戴防护手套。喷雾时要顺风方向进行,防止口鼻吸入,皮肤或身体裸露部位接触木品后,应及时用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,可用阿托品和解磷毒急救。必要时应请医生诊治。

5.7 保质期:在规定的贮运条件下,三唑磷乳油的保质期,从生产日期算起为2年。在保证期内,三唑磷有效成分含量应不低于19.0%。

HG 2848 - 1997

前 言

本标准参考了联合国粮农组织(FAO)农药原药标准和国内、外有关二氯喹啉酸资料并结合国内生产的实际情况制定的。

本标准由化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草,由浙江新安化工集团股份有限公司、昆山昆化集团(实业)公司参加起草。

本标准主要起草人:马亚光、邢君、梁琴英、陈根良、俞亚良。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2848 - 1997

二氯喹啉酸原药

Quinclorac technical

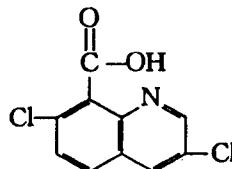
该产品有效成分二氯喹啉酸其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称: Quinclorac。

CIPAC 数字代号: 439。

化学名称: 3,7-二氯喹啉-8-羧酸。

结构式:



实验式: $C_{10}H_5Cl_2NO_2$ 。

相对分子质量: 242.1(按 1993 年国际相对原子质量计)。

生物活性: 具有除草性能。

熔点: 274℃。

蒸气压: (20℃): $< 1.0 \times 10^{-5}$ Pa。

溶解度(g/L, 25℃): 水中为 0.065, 在有机溶剂中微溶。

稳定性: 对热、光稳定, 在酸性介质中稳定, 无腐蚀性。

1 范围

本标准规定了二氯喹啉酸原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由二氯喹啉酸及其生产中产生的杂质组成的二氯喹啉酸原药。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1601 - 93 农药 pH 值的测定方法