

农药分析

(修订本)

四川省农业科学院农药研究所编

石油化学工业出版社

农药分析

(修订本)

四川省农业科学院农药研究所编

石油化学工业出版社

内 容 提 要

本书收集了目前国内及国外生产的 152 种农药的分析方法,其中包括杀虫剂、杀菌剂、杀螨剂、熏蒸剂、杀线虫剂、杀鼠剂、除草剂、植物生长调节剂以及填料、湿润剂、乳化剂等测定方法。另外还介绍了与农药质量有关的物理性能试验方法。可供从事农药生产、使用、教学和科研工作的同志参考。

本书由王君奎、程春河、张纯娟、郑韶光、肖兆如等同志编写。

农 药 分 析

(修 订 本)

四川省农业科学院农药研究所编

*

石油化学工业出版社 出版

(北京和平里七区十六号楼)

石油化学工业出版社印刷厂 印刷

新华书店北京发行所 发行

*

开本 $850 \times 1168^{1/32}$ 印张 20

字数 530 千字 印数 1—17,250

1976 年 8 月新 1 版 1976 年 8 月第 1 次印刷

书号 15063·化 161 定价 2.90 元

(根据原燃料化学工业出版社纸型重印)

再版序言

我所(原中国农业科学院植物保护研究所农药室)于1963年编写过一本《农药分析》。十多年来尤其是文化大革命以来,在毛主席无产阶级革命路线的指引下,我国农药工业发展迅速,新品种、新剂型不断增加,远远超出原书的范围。同时新的分析方法不断出现,仪器分析被广泛采用,农药标准几经修改,原书内容已不能满足目前的要求。因此必须重新编写。

原书中有机氯杀虫剂所占篇幅最大,但这些农药由于有残毒,今后将被高效低毒低残毒的有机磷和氨基甲酸酯类等农药所取代。因此将这部分内容进行压缩,增加了高效低毒低残毒的新品种。此外对一些目前既不使用,今后也没有发展前途的品种均予以删除以节省篇幅。

凡国内已经制订标准的农药品种,均将指标及检验方法一併予以介绍,未制订的只介绍分析方法。有些农药同时介绍几种方法以便于选用,如进行过比较试验,就对其优缺点给予评述。引用文献上的方法,我们尽可能的加以验证。

很多农药生产厂和科研单位不但提供了分析方法和操作经验,还对本书的编写提出了宝贵的意见,给予我们很大的支持,特此表示谢意。

我们收集的资料不够全面,同时限于业务水平,难免有错误之处,希望读者随时指出,以便进行修改和提高。

四川省农业科学院农药研究所

一九七三年十月

说 明

1. 在每个品种的“其它名称”项内，有*号者为国际通用名。
2. 在分析方法的右上角所注号码，为参考文献，列在每个品种后面。
3. 本书所用试剂，除另有说明外，都指下述浓度：

乙醇	95% C_2H_5OH
硫酸	95~98% H_2SO_4
盐酸	36~38% HCl
硝酸	65~68% HNO_3
氢氧化铵	25~28% NH_3
高氯酸	70~72% $HClO_4$
4. 本书所用溶液除特别说明外，都指水溶液。

目 录

第一章 绪论

- 第一节 农药质量的重要意义及其检定范围 ... 1
- 第二节 农药的检验规则和取样方法 3
- 第三节 农药分析工作者应注意事项 4

第二章 杀虫剂

- 第一节 有机磷杀虫剂 8
- 敌百虫 8
- 敌敌畏(DDVP) 15
- 久效磷 20
- 磷胺 23
- 杀虫畏 29
- 速灭磷 30
- 棉安磷 33
- 对硫磷(1605) 35
- 甲基对硫磷(甲基 1605) 46
- 杀螟松 50
- 乐散松 55
- 苯硫磷 55
- 氯硫磷 57
- 异氯硫磷 58
- 倍硫磷 59
- 杀螟腈 67
- 皮蝇磷 69
- 内吸磷(1059) 74
- 甲基内吸磷(甲基1059) 78
- 异吸磷 81
- 砒吸磷 84
- 地亚农(二嗪农) 87
- 治螟磷(苏化 203) 91
- 蔬果磷 96
- 乐果 99
- 茂果 111
- 马拉硫磷(马拉松) 112
- 乙硫磷 122
- 甲拌磷(3911) 125
- 乙拌磷 130
- 保棉丰 134
- 丰丙磷 139
- 芬硫磷 144
- 三硫磷 146
- 稻丰散 151
- 灭蚜松 155
- 亚胺硫磷 157
- 谷硫磷 165
- 第二节 有机氯杀虫剂 169
- 六六六 169
- 滴滴涕 198

毒杀芬	219
氯丹	223
七氯	227
狄氏剂	231
艾氏剂	233
硫丹	235

第三节 氨基甲酸酯杀虫剂

西维因	239
叶蝉散	246
巴沙	249
灭杀威	250
速灭威	252

第三章

三氯杀螨砒	290
杀螨酯	296

第四章

磷化铝	305
磷化钙	305

第五章

第一节 有机硫杀菌剂

代森锌	316
代森铵	319
代森环	320
福美铁	320
福美锌	322
福美双	323
克菌丹	325
灭菌丹	330
二硝散	331
敌稻瘟	333
棉隆	337

残杀威

第四节 无机杀虫剂

白砒	256
砷酸钙	258
砷酸铅	261

第五节 植物性杀虫剂

除虫菊素	263
鱼藤酮	270
烟碱	274

第六节 其他杀虫剂

杀虫脒	277
巴丹	281
氟乙酰胺	285

杀螨剂

一氯杀螨砒	299
杀螨特	301

熏蒸剂

氯化苦	308
溴甲烷	312

杀菌剂

第二节 有机氯杀菌剂

六氯苯	339
五氯硝基苯	340
稻瘟醇	345
稻丰宁	347
氯硝胺	349

第三节 有机磷杀菌剂

稻瘟净	350
异稻瘟净	353
克瘟散	355

第四节 有机砷杀菌剂

福美砷	358
-----------	-----

福美甲腓	358
退菌特	359
稻脚膏	364
稻宁	366
第五节 有机汞杀菌剂	367
醋酸苯汞	367
赛力散	370
氯化乙基汞	371
西力生	371
第六节 醚类杀菌剂	372
二氯荼醌	372
菲醌	376
二噻农	377
第七节 无机杀菌剂	379
硫酸铜	379
硫黄粉	383

第六章 杀线虫剂

二溴氯丙烷	411
威百亩	413

第七章 除草剂

第一节 苯氧羧酸类除草剂	416
2,4-滴	416
2,4,5-涕	427
2甲4氯	428
第二节 醚类、酚类除草剂	434
除草醚	434
五氯酚	436
五氯酚钠	441
第三节 取代脲类除草剂	446

石硫合剂	386
多硫化钡	389
氟化钠	391
氟硅酸钠	393
氟硅酸钡	394
第八节 其他杀菌剂	397
敌锈钠	397
敌锈钙	398
敌克松	400
托布津	402
敌菌灵	404
叶枯净	406
抗菌剂 401	408
抗菌剂 402	409
甲醛	409

滴滴混剂	414
------------	-----

非草隆	446
灭草隆	448
敌草隆	449
利谷隆	451
第四节 均三氮苯类除草剂	456
扑草净	456
莠去津	461
西玛津	466
第五节 氨基甲酸酯类除草剂	473
灭草灵	473

燕麦灵	475
第六节 酰胺类除草剂	480
毒草安	480
敌稗	481
第七节 其他除草剂	485
茅草枯	485

杀草强	493
豆科威	496
亚砷酸钠	498
四氟丙酸钠	502
杀草快	504
百草枯	506

第八章 植物生长调节剂

赤霉素(九二〇)	510
萘乙酸	514
矮壮素	517

抑芽丹	519
乙烯利	522

第九章 杀鼠剂

磷化锌	525
敌鼠	528

安妥	532
氟乙酸钠	535

第十章 农药助剂性能及测定方法

第一节 填料	538
第二节 乳化剂	553

第三节 溶剂及助溶剂	565
第四节 湿润剂及分散剂	567

附录

1. 水分测定	569
2. 乳液稳定性及稳定度测定	573
3. 酸度测定	575
4. pH 值测定	576
5. 粉剂细度测定	577
6. 苯不溶物含量测定	577
7. 可湿性粉剂湿润性能测定	578
8. 熔点测定	579
9. 沸点测定	580

10. 闪点测定	583
11. 粘度测定	587
12. 溶解度测定	591
13. 表面张力测定	591
14. 干法薄板层析法及各种农药的 R_f 值	599
15. 标准溶液的配制及标定	606
16. 缓冲溶液	623
17. 指示剂及其配制	628
18. 标准筛	630
19. 度量衡	631

第一章 绪 论

第一节 农药质量的重要意义及其检定范围

本书的内容是介绍国内外现有的重要农药品种的分析方法，利用这些分析方法可以了解农药的质量。这些分析方法，有的已经应用多年，在应用过程中不断发现问题，不断改进，目前已经达到比较成熟的程度；有的虽然使用了相当长的时间，但是还存在一些问题，有待进一步修改提高；另外有些分析方法只是引用国外资料，尚未经长期使用，这就需要通过实践的考验并加以研究改进，使其符合我国的实际情况。

农药的质量对施用后的效果好坏有直接影响。同一种农药有的产品因质量不高，药效只相当于质量好的产品的一半或更小一些，有的甚至使农作物受到药害。因此为了充分发挥农药应有的作用，使其达到预期的防治效果，必须重视农药的质量。

农药的质量包括两个方面：一是有效成分的含量，一是物理化学性状如细度、乳化力、悬浮率、湿润性、含水量、酸度等。

在有效成分含量方面应注意是否不足或过高，在贮存过程中是否变质失效。有的农药刚生产出来的时候有效成分是合格的，但经过贮存之后，有效成分变成了无效的物质。例如鱼藤精就有因鱼藤酮被氧化而失效的情况，敌百虫和敌敌畏产品中如水分含量超过标准，也容易使有效成分被破坏，降低药效。另外在加工过程中，由于配料不准或操作不严格也可能使有效成分含量过高或过低。这些情况都会影响防治效果。近年来有机磷粉剂发展很快，但这些粉剂都不太稳定，如所用填料不经过选择或不加稳定剂，在存放过程中有效成分就会逐渐降低，尤须注意。

在农药的物理化学性状方面，如果是粉剂或拌种剂就应注意

细度、水分含量是否合格。因为粉剂是撒粉用的，为了使药剂撒布均匀，就要求药粉达到一定的细度。粉剂的细度并不是越细越好，因为有的药剂挥发性较强，如果药粉太细了，施用以后就会因药剂迅速挥发而失去作用，同时在撒布过程中也容易被风吹走。但药剂的颗粒也不宜太粗，太粗了不易粘着在作物上，起不到防治作用。因此粉剂的细度规定不应少于95%通过200目筛。国内对拌种剂的细度也同样要求不少于95%通过200目筛。对拌种剂要求尽可能的附着在种子表皮上，如果粉粒太粗了不容易附着在种子上，就会造成浪费。为了增加附着性有时在拌种剂中掺入少量油类。对粉剂和拌种剂还要注意在贮存期间是否吸潮，因为有些填料具有很强的吸潮性。当药剂吸潮之后，于存放时再受到压力药粉就容易结团，影响喷撒和拌种质量。粉剂和拌种剂的水分含量一般规定要在1.5%以下，就为的是药粉在施用时保持良好的分散状态，便于喷撒和拌种。

粉剂的pH值规定在一定的范围之内，为的是不致因pH太高或太低引起药剂分解失效。粉剂的pH值主要受填料pH值的影响，我国北方填料pH值较高，南方填料pH值较低，因此可结合我国填料资源情况，在不影响药剂稳定的情况下适当的扩大填料的选择范围。

对于可湿性粉剂的物理化学性状，主要应注意其悬浮率高低。因为可湿性粉剂是兑水稀释成悬浮液喷洒用的，如果悬浮性能不好，较大的颗粒很快的沉降下去，喷洒出去的药液前后浓度不同，就会影响药效和产生药害并易堵塞喷头。因此根据不同的品种，加工制作难易及其防治对象规定一定的悬浮率。目前由于受加工机械的限制，某些产品的悬浮率指标是比较低的，尚待进一步提高。可湿性粉剂在贮存过程中由于受温度和压力的影响，悬浮率会自然的下降，因此测定刚制得产品的悬浮率并不能代表其实际使用时的情况，所以采用加速贮藏的办法即将产品热压处理一段时间，然后测定其悬浮率就比较接近实际情况。

对于乳油的物理化学性状，首先要看是否是单相液体，即有

无分层现象，是否出现结晶。如已分层或出现结晶，用水稀释时乳化性能是不会好的。另外还要注意乳油的乳液稳定性，如果油珠过大就容易漂浮在液面或沉至底部，都影响药效。

其他剂型如乳粉、烟剂等也都根据使用上的要求及生产的可能性规定了一定的技术条件。

为了保证农药在使用时的效果，各种农药加工品最少都应保证两年的有效期，即在两年内各项质量指标都要合格。但生产厂不能等两年之后再测定产品质量，因此一般应在投产前进行加速贮藏试验。

总之在标准中规定的指标不一定都是最理想的。随着农药工业的发展，产品质量的提高，必须不断的积累资料，作为修改的依据，使各项指标逐渐完善，确保农药发挥最大的效能。

第二节 农药的检验规则和取样方法

农药产品一般规定由生产厂的技术监督部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品均符合该产品标准(例如国家标准、部颁标准或企业标准)的要求。每批出厂产品均应附有质量证明书，其内容包括：生产厂名称、产品名称、生产日期、批号、净重、产品质量符合标准要求的证明和标准编号。产品以不超过每班产量为一批。

用户有权按照产品标准的各项规定，检查产品的质量，核验各项指标是否符合标准的要求。

取样方法大致有两种：

1. 用取样器从每批产品包装总数的5%中取样，小批者不得少于3箱(袋、桶)，取样时将取样器从每箱(桶)的四角及中间五处取样；袋装的可将取样器从袋中央垂直插入其深度 $3/4$ 处取出。每箱(袋、桶)取样不少于0.2公斤。将所取样品充分混匀，用四分法取不少于0.5公斤的样品，装入清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中，瓶上粘贴标签注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期及地点。检验结果若有一项指标不符合标准，应重新自

两倍数量的箱（袋、桶）中取样进行检验。重新检验结果，即使有一项指标不符合标准时，整批产品不能验收。农药的原药大部分用这种取样方法。

2. 用取样器从每批任何一袋（瓶、箱）中取不少于 0.5 公斤样品，装入清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中。瓶上粘贴标签注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期及地点。检验结果若有一项指标不符合标准时，整批产品不能验收。农药的加工品大部分用这种取样方法，就为的是保证产品全部符合标准。

第三节 农药分析工作者应注意事项

一、预防中毒

农药和分析用的试剂几乎都是有毒物质，可以通过口服、接触和呼吸对人产生毒害。为了保证分析人员的身体健康，在进行工作时应注意以下事项：

1. 剧毒农药样品应由专人负责保管，登记数量。进行分析时向负责人领取，剩余的样品要及时销毁。

2. 所有农药样品都要用玻璃瓶装，不要用纸袋，并贴上标签。

3. 毒剂的称量、加热、蒸发、蒸馏等操作都要在通风良好的毒气橱内进行。

4. 用移液管吸取药液时，不要用嘴吸，要用橡皮球或水抽气管吸取。

5. 如需要根据药的气味辨别是什么药时，不能靠近鼻孔直接去嗅，应在半尺以外用手挥动空气，使气流流经鼻孔来辨别气味。

6. 本书所介绍的分析方法有不少是极谱分析法，所以要特别注意汞中毒。汞蒸汽要用强力通风排除（大气中汞的最高容许浓度为 0.0003 毫克/立方米）。滴溅在桌上、桌缝中或地面上的汞应用毛刷轻轻收集起来，并在桌缝中或地面上撒一些硫黄粉，以减少汞的毒性。要避免汞与皮肤接触，汞应贮存在严密的玻璃瓶中，加蒸馏水覆盖。

7. 残余的有毒溶液或洗涤盛毒物仪器的废液不能直接倒入下水道, 应先将毒物破坏再倒入下水道。

8. 工作时要穿工作服, 在毒物有可能飞溅的情况下, 应戴眼镜。工作服要经常用浓肥皂液或 2.5% 苏打液浸泡和洗涤。

9. 不可在试验室内放置食物、吸烟或饮食。

10. 工作完毕要洗手、洗脸以后才能就餐。

除此以外为了最大限度的保证工作人员的健康, 对工作室空气中有害物质的最高容许浓度也有所规定, 不能超过(见下表)。

工作室空气中有害物质的最高容许浓度表

有害物质名称	最高容许浓度 (毫克/立方米)	有害物质名称	最高容许浓度 (毫克/立方米)
一甲胺	5	内吸磷(皮)	0.02
乙 醚	500	对硫磷(皮)	0.05
乙 腈	3	甲拌磷(皮)	0.01
二甲胺	10	马拉硫磷(皮)	2
二甲苯	100	甲基内吸磷(皮)	0.2
二甲基甲酰胺(皮)	10	甲基对硫磷(皮)	0.1
二氧化硫	15	乐 果(皮)	1
二氯丙醇(皮)	5	敌百虫(皮)	1
二硫化碳(皮)	10	敌敌畏(皮)	0.3
丁 醛	10	吡 啶	4
三乙基氯化锡(皮)	0.01	有机汞化合物(皮)	0.005
三氧化二砷	0.3	松节油	300
五氧化二砷	0.3	环氧氯丙烷(皮)	1
五氧化二磷	1	环氧乙烷	5
五氯酚及其钠盐	0.3	环己酮	50
六六六	0.1	环己醇	50
丙体六六六	0.05	环己烷	100
丙 酮	400	苯(皮)	40
丙烯腈(皮)	2	苯及其同系物的一硝基化合物(皮)	5
丙烯醛	0.3	苯及其同系物的二及三硝基化合物(皮)	1
丙烯醇(皮)	2	苯的硝基及二硝基氯化物(皮)	1
甲 苯	100		
甲 醛	3		
光 气	0.5		

有害物质名称	最高容许浓度 (毫克/立方米)	有害物质名称	最高容许浓度 (毫克/立方米)
苯胺、甲苯胺、二甲苯胺(皮)	5	氯苯及氯联苯(皮)	1
氢氟酸及其盐类 (换算成 HF)	1	氯化苦	1
氨	30	二氯乙烷	25
臭氧	0.3	三氯乙烯	30
氧化氮(换算成 NO_2)	5	四氯化碳(皮)	25
砷化氢	0.3	氯乙烯	30
黄磷	0.03	溴甲烷(皮)	1
酚(皮)	5	溶剂汽油	350
萘烷、四氢化萘	100	醋酸乙酯	300
氰化氢及氢氰酸盐 (换算成 HCN)(皮)	0.3	醋酸丁酯	300
联苯、联苯醚	7	醋酸戊酯	100
硫化氢	10	滴滴涕	0.3
硫酸及三氧化硫	2	甲 醇	50
氯	1	丙 醇	200
氯化氢及盐酸	15	丁 醇	200
氯苯	50	戊 醇	100
		糠 醛	10
		磷化氢	0.3

注：有(皮)标记者为易经皮肤吸收的有毒物质。

二、注意防火、防爆

有不少农药如各种乳油、油剂和发烟剂以及分析用的有机溶剂，都是易燃、易爆的，稍不留意就会造成火灾，必须时刻提高警惕。试验室内着火的原因，主要有以下几方面：

1. 用直接火加热易燃物质；
2. 空气中如含有一定浓度的易燃性气体或蒸气如氢、乙醚等，再遇到火花即可发生爆炸，引起火灾(见下表)；
3. 由于化学反应放出大量的热，如将金属钠的残渣倒入水中，也能着火；
4. 日光直射到易燃物质如六六六发烟剂上引起自燃。

易燃气体及蒸气在空气中引起爆炸的浓度表

易 燃 气 体 或 蒸 气	着 火 爆 炸 限 度 (容 积 %)	
	下 限	上 限
氢	4.0	74.2
氨	15.5	27.0
一氧化碳	12.5	74.2
乙 炔	2.5	80.0
环氧乙烷	3.0	80.0
甲 烷	5.0	15.0
丁 烷	1.9	8.4
苯	1.4	6.7
甲 醇	6.7	36.5
乙 醇	3.3	19.0
乙 醛	4.0	57.0
丙 酮	2.5	12.8
乙 醚	1.0	40.0
甲 苯	1.0	7.0
石油醚(30~60°C)	1.0	6.0

为了作好防火防爆工作，一方面要消灭引起火灾的因素，例如试验室要安装通风设备，经常保持通风良好；马达、电开关、插销等要有防爆装置并接上地线；一切易燃有机溶剂都要封严，加热时要在毒气橱内用间接火；同时还要准备好消防用具，以防万一。

第二章 杀 虫 剂

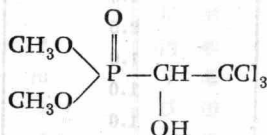
第一节 有机磷杀虫剂

敌 百 虫

分子式: $C_4H_8O_4Cl_3P$

分子量: 257.44

结构式:



化学名称: O, O-二甲基-2, 2, 2-三氯-1-羟基乙基磷酸酯

O, O-Dimethyl-2, 2, 2-trichloro-1-hydroxyethyl phospho-
nate

其他名称: *trichlorophon、Dipterex.

物化性质: 纯品为白色结晶粉末, 具有令人愉快的气味 (工业品一般为蜡状固体)。熔点 $83 \sim 84^\circ\text{C}$; 沸点为 $100^\circ\text{C}/0.1$ 毫米汞柱; 比重 d_4^{20} 1.73; 10%的水溶液折光率 n_D^{20} 1.3439; 在 20°C 时蒸气压为 7.8×10^{-6} 毫米汞柱; 20°C 时挥发度为 0.11 毫克/立方米。在几种溶剂中的溶解度如下:

溶剂	25°C时的溶解度(克/100 毫升)
氯仿	75.0
乙醚	17.0
苯	15.2
正己烷	0.08
水	15.4