

张百臻 主编 季颖 叶纪明 副主编

农药分析

第四版



Chemical Industry Press



化学工业出版社
化学与应用化学出版中心

欢迎选购

化学工业出版社农药学科技图书

- 农药生产与合成
- 新杂环农药的研究发展与合成方法
- 农药中间体手册
- 农药剂型加工丛书 固体制剂 (第三版)
- 农药剂型加工丛书 液体制剂 (第三版)
- 农药剂型加工丛书 农药助剂 (第三版)
- 英汉农药名称对照 (第二版)
- 英汉·汉英除草剂词汇
- Internet上的农药信息资源
- 农资经营必读
- 农药使用技术指南
- 农药问答 (第四版)
- 世界农药大全 除草剂卷
- 世界农药大全 杀菌剂卷 (2005年内出版)
- 世界农药大全 植物生长调节剂卷 (2005年内出版)
- 农药室内生物测定 (2005年内出版)

ISBN 7-5025-6614-7



9 787502 566142 >

销售分类建议: 化工/精细化工
农业

ISBN 7-5025-6614-7/TQ·2152

定价: 55.00元

农 药 分 析

第 四 版

张百臻 主编

季 颖 叶纪明 副主编



化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

农药分析. 第四版/张百臻主编. —北京: 化学工业出版社, 2005. 2

ISBN 7-5025-6614-7

I. 农… II. 张… III. 农药分析 IV. TQ450.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 006957 号

农 药 分 析

第 四 版

张百臻 主编

季 颖 叶纪明 副主编

责任编辑: 杨立新

责任校对: 陈 静 边 涛

封面设计: 郑小红

*

化 学 工 业 出 版 社 出版发行
化学与应用化学出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市昌平振南印刷厂印刷

三河市延风装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 18¼ 字数 540 千字

2005 年 4 月第 4 版 2005 年 4 月北京第 7 次印刷

ISBN 7-5025-6614-7/TQ·2152

定 价: 55.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

农药分析（第四版）编委会

主 编 张百臻

副主编 季 颖 叶纪明

参加编写人员（按编写的品种多少排序）

单炜力	季 颖	王以燕	赵永辉
宗伏霖	孙绮丽	姜宜飞	刘绍仁
段丽芳	王国联	叶纪明	李国平
刘苹苹	黄修柱	简 秋	张志一

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. 本书农药名称除注明的外均为中文通用名称，按汉字拼音顺序排列。拼音相同时按汉字笔画排列。
3. 本书中的试剂，除另有规定的外，均指分析纯。
4. 有关溶液名词含义如下：
水 除另有规定的外，均指蒸馏水或同等纯度的水。
溶液 除另有规定的外，均指水溶液。
液体试剂配制的溶液或混合试剂，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) 的混合溶液，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。
定容 系指容量瓶中已有一定量的溶质或溶液，用某种溶剂溶解或稀释，最后稀释至刻度，混匀。
5. 分析方法中，下列表述除另有规定外，其含义为：
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。
烘干至恒重 系指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，取最后一次称量作为计算依据。
“准确”吸取某液体试剂 系指用移液管、滴定管或定量加液器等精密量器定量移取。

前言（第四版）

自1988年《农药分析（第三版）》出版以来，农药品种结构发生了巨大的变化，一些高毒性、长残留品种被淘汰，一批高效、超高效的低毒、环境兼容性好的品种被开发出来并进入市场。品种结构呈现出新特点。国际贸易发展迅速，出口量不断增加，出口贸易在我国农药生产中的比重越来越大。检测技术与国际接轨也是客观形势的要求。近年来，农药分析测试技术和测试设备发展迅速，气相色谱仪、液相色谱仪已经得到了广泛应用和普及。气-质、液-质联用技术等也得到了很快的发展，《农药分析（第三版）》中的不少方法已不再被采用。因此，对其进行修订是十分必要的。

《农药分析（第四版）》列出了我国目前常用的农药品种（有效成分）220余个（其中杀虫剂99个，杀菌剂43个，除草剂70个，植物生长调节剂4个，增效剂1个及其他）。有效成分分析方法以国际通用的气相色谱法和高效液相色谱法为主，也保留和介绍了部分必要的化学法。原药和制剂的理化指标测试方法均为当前国内国际所采用的有效方法。所列分析方法有国家标准方法，参照CIPAC方法以及作者在实践中改进和总结的国际先进方法。与第三版相比，本书力求采用当代最新分析测试技术并与国际接轨。同时在章节编排上也作了重大调整。不再按农药类别分章节编写，而是在有效成分分析方法之下，直接按农药通用名称的汉语拼音字母顺序编排，在附录中列出了英汉农药通用名称索引，读者可根据农药通用名称直接查找分析方法。原药和制剂的理化指标测试方法单独列出。简明扼要，方便实用。可供农药生产企业，从事分析、质量监督的人员应用，也可供教学、科研单位参考。

本书编写过程中得到了田秋兰、姜淑秀的大力协助，在此一并致谢。

书中错误与不当之处，热诚欢迎读者提出宝贵意见和建议。

本书作者不承担任何由于使用本书分析方法所引起的法律责任。

张百臻 2004.12

内 容 提 要

该书由农业部农药检定所组织专门从事农药分析的技术人员共同编写成的。是一本实用性较强的农药分析方法手册。

本书对《农药分析(第三版)》作了非常大的改动(如品种、方法),现整理编写了当前常用的农药品种 220 余个,主要介绍了气相色谱法和高效液相色谱法,对重要的化学分析方法也一并列入。

为方便读者,本书还收集了 45 个农药原药和制剂的物理化学指标的测试方法。

书后附有英汉农药通用名称索引、剂型名称及代码和常用农药分析术语缩写等。

可供企业从事农药分析、质量监督的人员应用,也可供教学、科研单位参考。

目 录

一、农药有效成分分析方法	1
阿维菌素 abamectin	1
胺苯磺隆 ethametsulfuron	3
胺菊酯 tetramethrin	5
百草枯 paraquat	9
百菌清 chlorothalonil	11
拌种灵 amicarbazol	13
倍硫磷 fenthion	15
苯磺隆 tribenuron-methyl	18
苯菌灵 benomyl	20
苯醚菊酯 phenothrin	22
吡虫啉 imidacloprid	24
吡氟禾草灵 fluazifop-butyl	26
吡啶磺隆 pyrazosulfuron-ethyl	28
苄嘧磺隆 bensulfuron-methyl	31
丙草胺 pretilachlor	33
丙环唑 propiconazole	35
丙硫克百威 benfuracarb	37
丙溴磷 profenofos	39
残杀威 propoxur	42
草除灵 benazolin	44
草甘膦 glyphosate	46
除草醚 nitrofen	50
哒螨灵 pyridaben	52
哒嗪硫磷 pyridaphenthion	56
代森锰锌 mancozeb	59
代森锌 zineb	62
单甲脒 semiamitraz	63
稻丰散 phenthoate	65
稻瘟净 EBP	67
地虫硫磷 fonofos	69
敌稗 propanil	73

敌百虫	trichlorfon	75
敌草胺	napropamide	77
敌草隆	diuron	79
敌敌畏	dichlorvos	81
敌磺钠	fenamino-sulf	83
2,4-滴	2,4-D	87
2,4-滴丁酯	2,4-D-butylate	89
滴滴涕	DDT	91
丁草胺	butachlor	93
丁硫克百威	carbosulfan	95
丁醚脲	diafenthiuron	99
啉虫脒	acetamiprid	100
毒死蜱	chlorpyrifos	102
对二氯苯	<i>p</i> -dichlorobenzene	104
对硫磷	parathion	106
多效唑	paclobutrazol	108
噁草酮	oxadiazon	112
噁虫威	bendiocarb	114
噁萘灵	hymexazol	116
噁霜灵	oxadixyl	118
噁唑禾草灵	fenoxaprop-ethyl	120
二甲戊灵	pendimethalin	122
二氯喹啉酸	quinclorac	124
砒嘧磺隆	rimisulfuron	126
氟胺氰菊酯	<i>tau</i> -fluvalinate	128
氟草净		130
氟虫脲	flufenoxuron	132
氟虫腈	fipronil	134
氟啶脲	chlorfluazuron	136
氟环唑	epoxiconazole	138
氟磺胺草醚	fomesafen	140
氟菌唑	triflumizole	142
氟乐灵	trifluralin	144
氟氯氰菊酯	cyfluthrin	146
氟酰胺	flutolanil	148
福美双	thiram	150
福美锌	ziram	152

高效氯氟氰菊酯	<i>beta</i> -cyfluthrin	154
高效氯氟菊酯	<i>beta</i> -cypermethrin	157
禾草丹	thiobencarb	161
禾草敌	molinate	163
环庚草醚	cinmethylin	165
环嗪酮	hexazinone	167
甲胺磷	methamidophos	170
甲拌磷	phorate	173
甲草胺	alachlor	176
甲磺隆	metsulfuron-methyl	179
甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	181
甲基立枯磷	tolclofos-methyl	182
甲基硫菌灵	thiophanate-methyl	184
甲基嘧啶磷	pirimiphos-methyl	186
甲基异柳磷	isofenphos-methyl	188
2 甲 4 氯	MCPA	192
2 甲 4 氯乙硫酯	MCPA-thioethyl	194
甲噻磺隆	sulfometuron-methyl	196
甲萘威	carbaryl	198
甲哌鎓	mepiquat chloride	200
甲氰菊酯	fenpropathrin	202
甲霜灵	metalaxyl	204
甲氧咪草烟	imazamox	206
井冈霉素	jinggangmycin	208
精吡氟禾草灵	fluazifop-P-butyl	210
精噁唑禾草灵	fenoxaprop-P-ethyl	212
精喹禾灵	quizalofop-P-ethyl	214
久效磷	monocrotophos	219
抗蚜威	pirimicarb	222
克菌丹	captan	224
喹禾灵	quizalofop	226
喹硫磷	quinalphos	228
乐果	dimethoate	230
利谷隆	linuron	234
联苯菊酯	bifenthrin	237
林丹	lindane	239
磷化锌	zinc phosphide	241

六六六	HCH	243
硫丙磷	sulprofos	245
硫丹	endosulfan	247
硫环磷	phosfolan	249
硫磺	sulfur	251
硫菌灵	thiophanate	253
硫双威	thiodicarb	254
硫酸铜	copper sulfate	257
硫线磷	cadusafos	258
绿麦隆	chlorotoluron	260
氟氟吡氧乙酸	fluroxypyr	264
氟磺隆	chlorsulfuron	267
氟菊酯	permethrin	269
氟霉素	chloramphenicol	271
氟啶磺隆	chlorimuron-ethyl	273
氟氰菊酯	cypermethrin	275
<i>zeta</i> -氟氰菊酯	<i>zeta</i> -cypermethrin	279
马拉硫磷	malathion	281
麦草畏	dicamba	283
咪鲜胺	prochloraz	285
咪鲜胺氯化锰络合物	prochloraz manganese chloride complex	287
咪唑乙烟酸	imazethapyr	289
噁啶磷	pirimiphos-ethyl	292
醚菊酯	ethofenprox	294
棉隆	dazomet	296
灭草松	bentazone	298
灭多威	methomyl	300
灭菌丹	folpet	301
灭线磷	ethoprophos	303
灭幼脲	chlorbenzuron	305
哌草丹	dimepiperate	307
哌草磷	piperophos	309
扑草净	prometryn	311
噻草酮	metribuzin	313
氰草津	cyanazine	315
氰戊菊酯	fenvalerate	317
<i>S</i> -氰戊菊酯	<i>es</i> fenvalerate	319

炔螨特	propargite	321
炔咪菊酯	imiprothrin	323
乳氟禾草灵	lactofen	325
噻吩磺隆	thifensulfuron-methyl	327
噻菌灵	thiabendazole	329
噻螨酮	hexythiazox	331
三氟羧草醚	acifluorfen	333
三环唑	tricyclazole	335
三氯杀虫酯	plifenate	337
三氯杀螨醇	dicofol	339
三十烷醇	triacontanol	343
三乙膦酸铝	fosetyl-aluminium	345
三唑醇	triadimenol	347
三唑磷	triazophos	349
三唑酮	triadimefon	353
三唑锡	azocyclotin	358
杀虫单	monosultap	360
杀虫脒	chlordimeform	362
杀虫双	bisultap	364
杀螺胺	niclosamide	366
杀螟硫磷	fenitrothion	368
莎稗磷	anilofos	370
生物烯丙菊酯	bioallethrin	372
<i>Es</i> -生物烯丙菊酯	<i>Es</i> -bioallethrin	375
<i>S</i> -生物烯丙菊酯	<i>S</i> -bioallethrin	378
双甲脒	amitraz	381
霜脍氰	cymoxanil	383
顺式氯氰菊酯	<i>alpha</i> -cypermethrin	385
四氯苯菊酯	transfluthrin	387
四氯苯酞	phthalide	390
速灭磷	mevinphos	392
速灭威	metolcarb	394
涕灭威	aldicarb	397
五氯硝基苯	quintozene	399
戊菊酯	valerate	401
戊唑醇	tebuconazole	403
西草净	simetryn	405

西玛津	simazine	407
烯丙菊酯	allethrin	409
烯草酮	clethodim	411
烯禾啶	sethoxydim	413
烯酰吗啉	dimethomorph	415
烯唑醇	diniconazole	417
辛硫磷	phoxim	419
溴敌隆	bromadiolone	421
溴螨酯	bromopropylate	423
溴灭菊酯	brofenvalerate	425
溴氰菊酯	deltamethrin	426
溴鼠灵	brodifacoum	430
烟嘧磺隆	nicosulfuron	432
氧乐果	omethoate	434
叶枯唑	bismerthiazol	439
野麦畏	tri-allate	441
野燕枯	difenzoquat	443
乙草胺	acetochlor	445
乙硫磷	ethion	449
乙霉威	diethofencarb	452
乙烯菌核利	vinclozolin	454
乙烯利	ethephon	456
乙酰甲胺磷	acephate	458
乙氧氟草醚	oxyfluorfen	462
异丙甲草胺	metolachlor	464
异丙隆	isoproturon	466
异丙威	isoprocarb	468
异稻瘟净	iprobenfos	470
异噁草松	clomazone	472
异菌脲	iprodione	474
异柳磷	isofenphos	476
异戊净	dimethametryn	478
抑食肼		480
蝇毒磷	coumaphos	482
右旋炔丙菊酯	<i>d</i> -prallethrin	484
右旋烯唑醇	<i>d</i> -diniconazole	487
莠去津	atrazine	489

鱼藤酮	rotenone	491
增效醚	piperonyl butoxide	493
仲丁灵	butralin	495
仲丁威	fenobucarb	497
唑螨酯	fenpyroximate	499
二、物理化学指标测试方法		501
附录 1 英汉农药通用名称索引		550
附录 2 部分元素国际相对原子质量表 (1999 年)		557
附录 3 农药剂型名称及代码 (国家标准)		558
附录 4 常用农药分析术语缩写		562

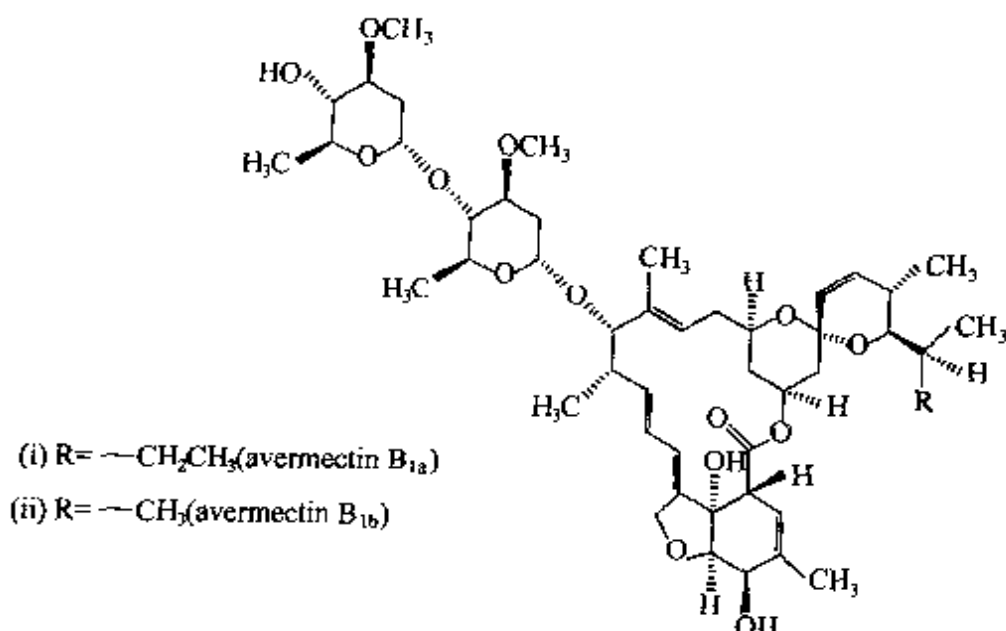
一、农药有效成分分析方法

阿维菌素 (abamectin)

分子式 $C_{48}H_{72}O_{14}$ (B_{1a})、 $C_{47}H_{70}O_{14}$ (B_{1b})

相对分子质量 873.1 (B_{1a})、860.1 (B_{1b})

结构式



化学名称 10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*S*,6'*S*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-6'-[(*S*)-仲丁基]-21,24-二羟基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6'-二氢-2'*H*-吡喃)-12-基-2,6-二脱氧-4-*O*-(2,6-二脱氧-3-*O*-甲基- α -*L*-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-*O*-甲基- α -*L*-阿拉伯-己吡喃糖苷 (I) 与 (10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*)-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*R*,6'*S*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-21,22-二羟基-6'-异丙基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6'-二氢-2'*H*-吡喃)-12-基-2,6-二脱氧-4-*O*-(2,6-二脱氧-3-*O*-甲基- α -*L*-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-*O*-甲基- α -*L*-阿拉伯-己吡喃糖苷 (II) (4 : 1) 的混合物

其他名称 齐螨素

物化性质 原药为白色至淡黄色晶体粉末。熔点 $161.8\sim 169.4^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 (25°C) $< 3.7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ， $K_{ow} \log P = 4.43$ (pH7.2, 室温)，堆积密度 1.18 (22°C)。溶解度 (g/L, 21°C)：微溶于水 (7.1, 20°C)，极易溶于丙酮 (100)、甲苯 (350)，溶于异丙醇 (70)，略溶于氯仿 (25)、乙醇 (20)、甲醇 (19.5)，微溶于环己烷 (6)。稳定性：pH5、pH7、pH9 (25°C) 水溶液中不水解，对强酸、强碱敏感，光解迅速， $DT_{50} 4\text{h}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 μ -Bondapak C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 246nm 紫外检测器，对试样中的阿维菌素进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：色谱纯；

二次蒸馏水；

阿维菌素标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 246nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm(id) 不锈钢色谱柱，内装 μ -Bondapak C_{18} 填充物 (10 μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm ；

微量进样器：50 μL ；

定量进样阀：20 μL 。

4 操作条件

柱温： 25°C ；

流速：1.5mL/min；

检测波长：246nm；

进样体积：20 μL ；

流动相：甲醇+水=85+15(φ)；

保留时间：阿维菌素 B_{1a} 约 17.0min，阿维菌素 B_{1b} 约 12.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取阿维菌素标样 100mg (精确称至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解稀释并定容至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含阿维菌素 100mg (精确称至 0.2mg) 的待测试样, 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解稀释并定容至刻度, 摇匀。用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

5.3 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, 直至相邻两针阿维菌素相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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阿维菌素 ($B_{1a} + B_{1b}$) 峰面积分别进行平均。试样中阿维菌素质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中阿维菌素 ($B_{1a} + B_{1b}$) 峰面积的平均值;
 r_2 ——试样溶液中阿维菌素 ($B_{1a} + B_{1b}$) 峰面积的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中阿维菌素 ($B_{1a} + B_{1b}$) 的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于阿维菌素原药、乳油、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

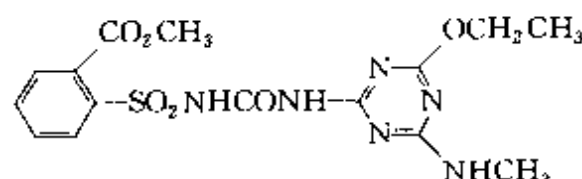
(宗伏霖)

胺苯磺隆 (ethametsulfuron)

分子式 $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量 410.4

结构式



化学名称 3-(4-乙氧基-6-甲胺基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧羰基苯基磺酰基)脲

其他名称 Muster, 金星, 油磺隆, 菜王星

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 194℃, 25℃ 蒸气压为 7.33×10^{-10} mPa。溶解度: 水 50mg/L, 丙酮 1.6g/L。K_{ow} 7.8 (pH7)、38.4 (pH5)。亚氨基呈酸性, pK_a 4.6。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇和水为流动相, 使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和 236nm 紫外检测器, 对试样中的胺苯磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

新蒸二次蒸馏水;

胺苯磺隆标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 20cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 ODS 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 236nm;

进样体积: 20μL;

流动相: 甲醇+水=70+30(φ);

保留时间: 胺苯磺隆约 3.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取胺苯磺隆标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含胺苯磺隆 50mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针胺苯磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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胺苯磺隆峰面积分别进行平均。试样中胺苯磺隆的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中胺苯磺隆峰面积的平均值;

r_2 —— 试样溶液中胺苯磺隆峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中胺苯磺隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于胺苯磺隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

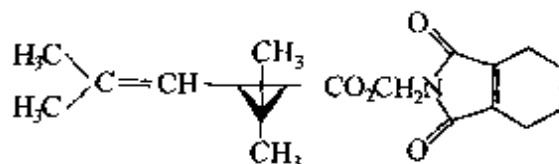
(单炜力 姜宜飞)

胺菊酯 (tetramethrin)

分子式 $C_{19}H_{25}NO_4$

相对分子质量 331.4

结构式



化学名称 环己-1-烯-1,2-二羧酰亚氨基甲基 (RS)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基) 环丙烷羧酸酯

其他名称 FMC 9260

物化性质 纯品为白色结晶固体, 带有轻微的除虫菊气味。熔点 68~70℃, 蒸气压 (25℃) 2.1×10^{-3} Pa, $K_{ow} \log P = 4.6$ (25℃)。溶解度 (g/L, 25℃): 不溶于水 (0.0018); 溶于大多数有机溶剂, 如丙酮、甲醇、乙醇、己烷 (>20)。稳定性: 对于碱和强酸敏感, DT_{50} 16~20d (pH5), 1d (pH7), <1h (pH9); 50℃贮藏 6 个月不丧失生物活性; 正常条件下, 贮存稳定性至少两年。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇和水为流动相, 使用以 μ -Bondapak C₁₈ 为填充物的不锈钢柱和 280nm 紫外检测器, 对试样中的胺菊酯进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

胺菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 280nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 300mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 μ -Bondapak C₁₈ (10 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

进样器: 20 μ L 定量进样阀。

1.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 280nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 甲醇+水—80+20(V/V);

保留时间: 胺菊酯约 6min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 胺菊酯标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 胺菊酯的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针胺菊酯相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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胺菊酯峰面积分别进行平均。胺菊酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中胺菊酯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中胺菊酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中胺菊酯的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于胺菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用苯溶解，以邻苯二甲酸二正辛酯为内标物，用 4% SE-30/Chromosorb G 为填充物的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的胺菊酯进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

苯；

胺菊酯标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb G AW-DMCS (150~180 μ m)；

内标溶液：称取 1.0g 邻苯二甲酸二正辛酯，置于 1000mL 容量瓶中，用苯溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 4mm (id) 玻璃柱，内装 4% SE-30/Chromosorb G AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物，在 270 $^{\circ}$ C 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 230，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：胺菊酯约 4.0min，内标约 5.3min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含胺菊酯约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含胺菊酯约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 的具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针胺菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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胺菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。胺菊酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中胺菊酯与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中胺菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中胺菊酯的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于胺菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(李 颖)

百草枯 (paraquat)

分子式 $C_{12}H_{14}N_2$; $C_{12}H_{14}Cl_2N_2$ (二氯化物)

相对分子质量 186.4; 257.3 (二氯化物)

结构式 

化学名称 1,1'-二甲基-4,4' 联吡啶阳离子

其他名称 克芜踪

物化性质 百草枯二氯化物纯品为无色结晶体。约在 300℃ 分解, 室温下蒸气压可忽略不计。易溶于水, 微溶于低级醇类, 不溶于烃类。盐类在中性和酸性介质中稳定, 但在碱性条件下氧化。黏土和有机质能迅速并强烈地吸收该药, 吸收能力变化较大, 吸收量为 20~3000mg/kg, 主要取决于黏土/有机质的含量。分解需要用 12mol/L H_2SO_4 消化几小时。原药纯度 > 95%。对普通金属有腐蚀性, 当稀释后对喷雾器具无明显的危害。本品不能与阴离子表面活性剂混配。

常用分析方法 液相色谱法、比色法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用水溶解, 以己磺酸钠的水溶液+乙腈+磷酸+三乙胺为流动相, 使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 290nm 紫外检测器, 对试样中的百草枯进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

己磺酸钠;

二次蒸馏水;

乙腈；

磷酸；

三乙胺；

百草枯标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 290nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 C₁₈ (5 μ m) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

1.4 操作条件

柱温：30℃；

流速：1.0mL/min；

检测波长：290nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：3.89g 己磺酸钠+900mL 水+100mL 乙腈+16mL 磷酸+10mL 三乙胺；

保留时间：百草枯约 4.9min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取约含 50mg 百草枯的标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 百草枯的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针百草枯相对响应值变化小于 1.0% 后，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.6 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百草枯峰面积分别进行平均。百草枯的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中百草枯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中百草枯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中百草枯的质量分数，%。

2 比色法

可参照 CIPAC I A 卷中的方法。

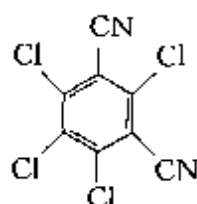
(季 颖)

百菌清 (chlorothalonil)

分子式 $C_6H_2Cl_4N_2$

相对分子质量 265.9

结构式



化学名称 2,4,5,6-四氯-1,3-二氰基苯

其他名称 Termil, Exotherm Termil

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $250 \sim 251^\circ\text{C}$ (分解)， 40°C 时蒸气压为 1.3Pa 。在 25°C 时溶解度：水 0.6mg/L ，丙酮 20g/L ，环己酮 30g/L ，丁酮 20g/L ，二甲苯 80g/L 。在常温贮存条件下稳定，对弱碱或弱酸性介质及对光照稳定，在强碱介质中分解。原粉为白色粉末，常温下贮存两年有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二正丁酯作内标物，以 5%XE-60/Gas Chromosorb P 为填充物的色谱柱和 FID 检测器，对试样中的百菌清进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

百菌清标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二正丁酯 1g，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5%XE-60/Gas Chromosorb P (150~180 μ m) 的填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 185，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：百菌清 10min，内标物 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含百菌清约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，超声波振荡 10min。

5.2 试样溶液的制备

称取含百菌清约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，超声波振荡 10min，取出一部分离心。

5.3 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，直至相邻两针百菌清的相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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百菌清与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中百菌清的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中百菌清与内标物峰面积比的平均值；

- r_2 ——试样溶液中百菌清与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，g；
 m_2 ——试样的质量，g；
 p ——标样中百菌清的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于百菌清原药、可湿性粉剂、烟剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

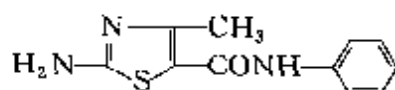
(刘芊芊)

拌种灵 (amicarthiazol)

分子式 $C_{11}H_{11}N_3OS$

相对分子质量 233.5

结构式



化学名称 2-氨基-4-甲基-5-苯基氨基甲酰基噻唑

其他名称 Seadvax, Sidvax, F-849, G-849

物化性质 纯品为无色结晶固体，无嗅。熔点 $222 \sim 224^\circ\text{C}$ ，在 $270 \sim 285^\circ\text{C}$ 则发生分解，相对密度稍大于水。易溶于二甲基甲酰胺、甲酸、乙醇，不溶于水和非极性溶剂。在碱性中较稳定，遇酸会生成相应的盐类化合物。工业品为米黄色或淡红色固体，纯度在 92% 以上。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇和水为流动相，使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 280nm 紫外检测器，对试样中的拌种灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇；

二次蒸馏水；

拌种灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：15cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 C₁₈ 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.6mL/min；

检测波长：280nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水=50+50(φ)；

保留时间：拌种灵约 11min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 拌种灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 拌种灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针拌种灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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拌种灵峰面积分别进行平均。拌种灵的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中拌种灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中拌种灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中拌种灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于拌种灵原药、拌种剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

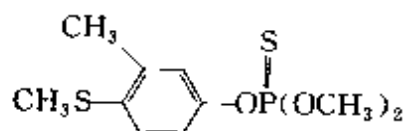
(季 颖)

倍硫磷 (fenthion)

分子式 $C_{10}H_{15}O_3PS_2$

相对分子质量 278.3

结构式



化学名称 O,O -二甲基- O -(4-甲硫基-3-甲基苯基) 硫代磷酸酯

其他名称 Lebaycid, Baycid, Baytex

物化性质 纯品为无色油状液体。沸点 $90^{\circ}\text{C}/1\text{Pa}$ 、 $117^{\circ}\text{C}/10\text{Pa}$ ，蒸气压 (20°C) 0.74mPa 、(25°C) 1.4mPa ， $K_{ow}\log P=4.84$ ，相对密度 1.25 (20°C)。溶解度 (20°C)：水 4.2mg/L ，二氯甲烷、甲苯、异丙醇 $>250\text{g/L}$ ，正己烷 100g/L 。稳定性：对光或低于 210°C 下稳定，酸性环境中稳定， DT_{50} (22°C) 223d ($\text{pH}4$)、 200d ($\text{pH}7$)、 151d ($\text{pH}9$)。原药为具有硫醇气味的棕色油状液体。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，用 OV-101 为固定相的不锈钢柱或玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的倍硫磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

倍硫磷标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Gas Chromosorb Q (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 5.0g 邻苯二甲酸二正戊酯，置于 1000mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 的不锈钢或玻璃柱，内装 5% OV-101/ Gas Chromosorb Q (180~250 μ m) 的填充物。

1.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 190，气化室 220，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含倍硫磷约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含倍硫磷约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针倍硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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倍硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。倍硫磷的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中倍硫磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中倍硫磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中倍硫磷的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于倍硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 方法二

2.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以二十二碳烷为内标物，用 OV-17 为固定相的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的倍硫磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

二氯甲烷；

倍硫磷标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：二十二碳烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-17；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 1.0g 二十二碳烷，置于 100mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 的填充物。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 194，气化室 240，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含倍硫磷约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含倍硫磷约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

2.5.3 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,直至相邻两针倍硫磷相对响应值变化小于1.5%后,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。

2.6 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倍硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。倍硫磷的质量分数 X (%),按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中倍硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中倍硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中倍硫磷的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于倍硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

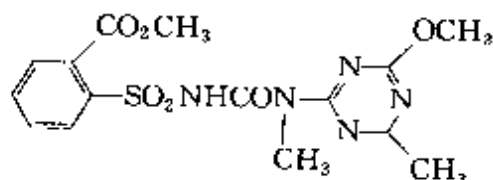
(季 颖)

苯磺隆 (tribenuron-methyl)

分子式 $C_{15}H_{17}N_5O_6S$

相对分子质量 395.4

结构式



化学名称 2-[4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基(甲基)氨基甲酰基氨基磺酰基]苯甲酸甲酯

其他名称 巨星

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 141°C (分解), 蒸气压 0.036mPa (20°C)。溶解度 (20°C): 水 28mg/L (pH4)、 50mg/L

(pH5)、280mg/L (pH6); 微溶于一般有机溶剂。稳定性: 在 45℃ 以下稳定; 在田间条件下没有明显的光解; pH8~10 下稳定, 在 pH<7 或 pH>12 下迅速分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈和氢氧化铵水溶液溶解, 以乙腈+水+冰乙酸为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的色谱柱和紫外检测器, 对试样中的苯磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈;

二次蒸馏水;

冰乙酸;

氨水;

样品稀释液: 乙腈+0.05mol/L 氢氧化铵水溶液=50+50(φ);

苯磺隆标样: 已知质量分数, ≥99%。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 240nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 乙腈+水+冰乙酸 =60+40+0.2(φ);

保留时间: 苯磺隆 6.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 苯磺隆标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用稀释液溶解并定容至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 苯磺隆的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用稀释液溶解并定容至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针苯磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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苯磺隆峰面积分别进行平均。苯磺隆的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中苯磺隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中苯磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中苯磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于苯磺隆原药、可湿性粉剂、可分散粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

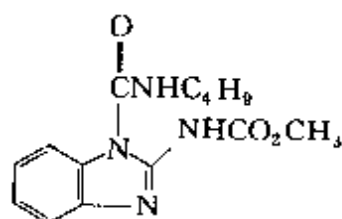
（孙绮丽）

苯菌灵 (benomyl)

分子式 $C_{14}H_{18}N_4O_3$

相对分子质量 290.6

结构式



化学名称 N -(1-正丁基氨基甲酰基苯并咪唑-2-基) 氨基甲酸甲酯

其他名称 D1991, 苯莱特 (Benlate)

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 290°C (分解)。不易挥发，不

溶于水和油类。溶解度：水（pH3~10）约 4mg/kg，pH1 极易溶于水；丙酮约 18g/kg，氯仿约 94g/kg，二甲基甲酰胺约 53g/kg，乙醇约 4g/kg，庚烷约 400g/kg，二甲苯约 10g/kg。稳定性：在 pH13 介质中分解；在某些溶剂中离解形成多菌灵和异氰酸丁酯；对光稳定；遇水及在潮湿土壤中分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用 3% 异氰酸正丁酯的乙腈溶液萃取并过滤，以乙腈 + 2% 乙酸水溶液为流动相和紫外检测器，使用液相色谱法对试样中的苯菌灵进行分离和测定。

2 试剂和溶液

异氰酸正丁酯；

乙腈：HPLC 级；

2% 乙酸水溶液；

萃取液：3% (v/v) 异氰酸正丁酯的乙腈溶液；

苯菌灵标样：已知质量分数，≥98%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (10μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：290nm 或 280nm；

进样体积：10μL；

流动相：乙腈 + 2% 乙酸水溶液 = 80 + 20 (v/v)；

保留时间：苯菌灵 4~6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 苯菌灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用萃取液溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 苯菌灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用萃取液溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针苯菌灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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苯菌灵峰面积分别进行平均。苯菌灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中苯菌灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中苯菌灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中苯菌灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于苯菌灵原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：异氰酸正丁酯对眼有强烈刺激，实验时应予以注意。

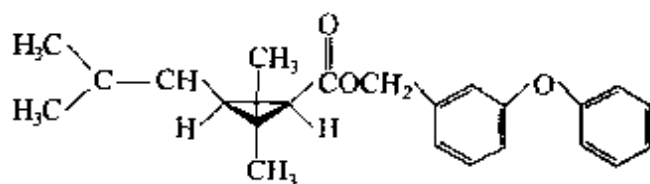
（季 颖）

苯醚菊酯 (phenothrin)

分子式 $C_{23}H_{26}O_3$

相对分子质量 350.5

结构式



化学名称 3-苯氧基苄基 (RS)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)

环丙烷羧酸酯

物化性质 纯品为无色油状液体。25℃时相对密度为 1.061；折射率为 1.5502 和 1.5483；20℃蒸气压 0.16mPa。20℃水中溶解度为 1.4mg/L，极易溶于甲醇、异丙醇、二乙醚、二甲苯、正己烷、氯仿、乙腈等有机溶剂。光照下，在大多数有机溶剂和无缓释剂中是稳定的。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以 2,2'-二喹啉为内标物，用 DEGS 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的苯醚菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

苯醚菊酯标样：已知质量分数，99.0%；

内标物：2,2'-二喹啉，不含干扰分析的杂质；

固定液：DEGS；

载体：Chromosorb W HP (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 1g 内标物，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 2% DEGS/Chromosorb W HP (180~250 μ m) 的填充物，在 250℃老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 240，气化室 270，检测室 270；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 40，空气 300；

进样量：1 μ L；

保留时间：苯醚菊酯约 10.2min，内标物约 8.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含苯醚菊酯约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含苯醚菊酯约 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针苯醚菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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苯醚菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。苯醚菊酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中苯醚菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中苯醚菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中苯醚菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于苯醚菊酯原药等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

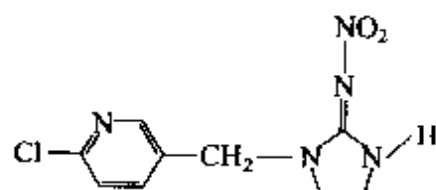
（单烯力）

吡虫啉 (imidacloprid)

分子式 $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量 255.7

结构式



化学名称 1-(6-氯吡啶-3-基甲基)-N 硝基亚咪唑烷-2-基胺

其他名称 咪蚜胺

物化性质 纯品为略带有特殊气味的无色晶体。熔点 144℃，蒸气压 (20℃) 4×10^{-7} mPa、(25℃) 9×10^{-7} mPa, $K_{ow} \log P = 0.57$ (21℃)，相对密度 1.54 (23℃)。溶解度 (g/L, 20℃)：水 0.61，二氯甲烷 55，异丙醇 1.2，甲苯 0.68，正己烷 <0.1。稳定性：在 pH5~11 的介质中稳定，不易水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 280nm 紫外检测器，对试样中的吡虫啉进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：色谱纯；

二次蒸馏水；

吡虫啉标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 280nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 C_{18} 填充物 (7 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：50 μ L；

定量进样阀：20 μ L。

4 操作条件

柱温：25℃；

流速：1.0mL/min；

检测波长：280nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：甲醇+水=50+50(V)；

保留时间：约 6.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取吡虫啉标样 60mg (精确称至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释，定容至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含吡虫啉 60mg 的试样（精确称至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释，定容至刻度，摇匀。用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

5.3 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，直至相邻两针吡虫啉相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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吡虫啉峰面积分别进行平均。试样中吡虫啉质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中吡虫啉的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于吡虫啉原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

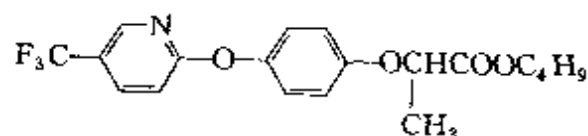
（宗伏霖）

吡氟禾草灵（fluazifop-butyl）

分子式 $C_{19}H_{20}F_3NO_4$

相对分子质量 383.4

结构式



化学名称 (RS)-2-[4-(5-三氟甲基-2-吡啶氧基) 苯氧基] 丙酸正丁酯

其他名称 稳杀得

物化性质 纯品为无色液体。熔点约 5℃，沸点 170℃，20℃时相对密度 1.21，蒸气压为 7.33mPa。常温下在水中溶解度很低，约 2mg/kg，易溶于二甲苯、二氯甲烷、丙酮、环乙酮、甲醇、乙酸乙酯、己烷、甲苯等有机溶剂。在 37℃条件下，6 个月性质稳定。原药为无色或淡黄色液体。吡氟禾草灵的化学结构中有两种异构体，即 R 体（有除草活性）和 S 体（无除草活性），一般的稳杀得制剂中，两种异构体各占一半。对紫外光稳定，稳杀得在无阳光直射的阴凉条件下可贮存两年。在潮湿的土壤中迅速水解， $DT_{50} < 7d$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+水+四氢呋喃为流动相，使用 OB 不锈钢柱和 270nm 紫外检测器，对试样中的吡氟禾草灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇；

二次蒸馏水；

四氢呋喃：优级纯；

吡氟禾草灵标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 270nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id)，OB 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 提作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：270nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水+四氢呋喃=85+15+0.6(φ)；

保留时间：吡氟禾草灵 R 体约 9.5min，S 体约 12.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 吡氟禾草灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 吡氟禾草灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针吡氟禾草灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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吡氟禾草灵峰面积（R 体 + S 体）分别进行平均。吡氟禾草灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中吡氟禾草灵峰面积（R 体 + S 体）的平均值；

r_2 ——试样溶液中吡氟禾草灵峰面积（R 体 + S 体）的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中吡氟禾草灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于吡氟禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

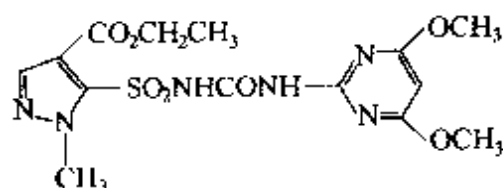
（赵永辉）

吡嘧磺隆（pyrazosulfuron-ethyl）

分子式 $C_{14}H_{18}N_6O_7S$

相对分子质量 414.4

结构式



化学名称 3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(1-甲基-4-乙氧羰基吡唑-5-基磺酰基)脲

其他名称 草克星, 水星

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 181~182℃, 20℃时相对密度为 1.44, 25℃蒸气压为 33.3μPa。溶解度: 水 14.5mg/L, 丙酮 31.7g/L, 正己烷 0.2g/L, 氯仿 234.4g/L, 甲醇 0.7g/L, 苯 15.6g/L。对光稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解, 过滤, 以乙腈和水为流动相, 使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 以 2-氯-4-硝基苯酚为内标, 对试样中的吡嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

四氢呋喃;

乙酸;

乙腈: HPLC 级;

新蒸二次蒸馏水;

2-氯-4-硝基苯酚: 不含干扰分析的杂质;

吡嘧磺隆标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标溶液: 称取 2g 2-氯-4-硝基苯酚, 置于 100mL 容量瓶中, 用四氢呋喃溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 ODS 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 乙腈+水 (0.8%乙酸)=20+80(V);

保留时间: 吡啶磺隆约 10min, 2-氯-4-硝基苯酚约 15min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取吡啶磺隆标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 用四氢呋喃溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含吡啶磺隆 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 用四氢呋喃溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针吡啶磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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吡啶磺隆与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中吡啶磺隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中吡啶磺隆与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中吡啶磺隆与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中吡啶磺隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于吡啶磺隆原药、可湿性粉剂、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。在没有合适内标的情况下, 对操作条件作适当的调整, 采用

外标法也可以得到满意的结果。

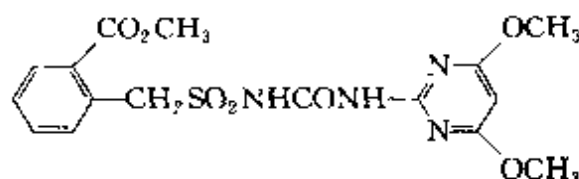
(单炜力 姜宜飞)

苄嘧磺隆 (bensulfuron-methyl)

分子式 $C_{16}H_{18}N_4O_7S$

相对分子质量 410.4

结构式



化学名称 3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-甲氧羰基苄基磺酰基)脲

其他名称 农得时

物化性质 纯品为白色晶体。熔点前分解，熔点 185~188℃；蒸气压 2.8×10^{-9} mPa (25℃)。25℃ 水中溶解度：2.9mg/L (pH5)，12mg/L (pH6)，120mg/L (pH7)，1200mg/L (pH8)；20℃ 溶解度 (mg/L)：丙酮 138，乙腈 538，二氯甲烷 1170，乙酸乙酯 166，二甲苯 28。稳定性：在微碱性 (pH8) 水溶液中特别稳定，在酸性水溶液中缓慢降解，在乙酸乙酯、二氯甲烷、乙腈和丙酮中稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器，对试样中的苄嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

磷酸；

二次蒸馏水；

苄嘧磺隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 甲醇+水=60+40 (用磷酸调 pH=3.0)(φ);

保留时间: 苄嘧磺隆 10.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 苄嘧磺隆标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 苄嘧磺隆的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针苄嘧磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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苄嘧磺隆峰面积分别进行平均。苄嘧磺隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中苄嘧磺隆峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中苄嘧磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中苄嘧磺隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于苄嘧磺隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

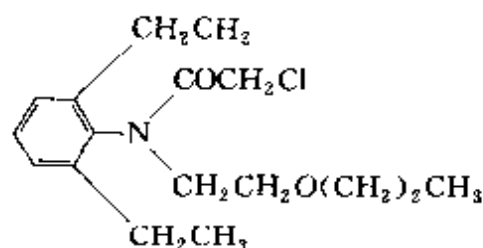
(孙绮丽)

丙草胺 (pretilachlor)

分子式 $C_{17}H_{26}ClNO_2$

相对分子质量 311.9

结构式



化学名称 2-氯-2',6'-二乙基-N-(2-正丙氧基乙基) 乙酰替苯胺

其他名称 Rifit, 扫弗特

物化性质 纯品为无色液体。熔点 $< -20^{\circ}C$, 沸点 $135^{\circ}C/0.13Pa$, 相对密度 1.07 ($20^{\circ}C$), 蒸气压 0.133mPa。20 $^{\circ}C$ 水中溶解度为 50mg/L, 溶于苯、二氯甲烷、己烷、甲醇等大多数有机溶剂。 $K_{ow} \log P = 4.08$ 。稳定性: 水解 ($20^{\circ}C$) DT_{50} (计算值) $> 200d$ (pH1~9), 14d (pH13); 土壤中 DT_{50} 20~50d。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以磷酸三苯酯为内标物, 用 3%OV-101 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的丙草胺进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

丙草胺标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 磷酸三苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.6g 磷酸三苯酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2.0m × 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 3% OV-101/
Chromosorb W AW-DMCS (150~180μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 235，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：丙草胺约 4.5min，磷酸三苯酯约 7.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取丙草胺标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 丙草胺 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针丙草胺相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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丙草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。丙草胺的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丙草胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丙草胺与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中丙草胺的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于丙草胺原药、乳油等单制剂的分析。对丙草胺的不同复配制剂，视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

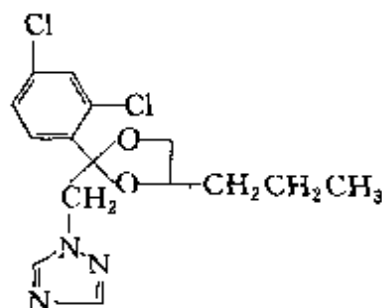
(刘绍仁 段丽芳)

丙环唑 (propiconazole)

分子式 $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$

相对分子质量 342.2

结构式



化学名称 1-[2-(2,4-二氯苯基)-4-正丙基-1,3-二氧戊环-2-基甲基]-1H-1,2,4-三唑

其他名称 敌力脱

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 105°C ， n_D^{20} 1.5468，相对密度 1.27，沸点 $180^{\circ}\text{C}/13.3\text{Pa}$ ，闪点 61°C ， 20°C 蒸气压 0.013mPa 。 20°C 水中溶解度 110mg/L ，易溶于有机溶剂，己烷 60g/kg ，与丙酮、甲醇、异丙醇互溶。 320°C 以下稳定，对光较稳定，水解不明显，在酸性、碱性介质中较稳定，不腐蚀金属。原药为淡黄色黏稠液体。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的丙环唑进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

丙环唑标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 10g 邻苯二甲酸二正丁酯，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m × 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 5% OV-101/Chromosorb W HP (180~250μm)。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 185，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 35，氢气 30，空气 300；

进样量：1μL；

保留时间：丙环唑约 5min，内标物约 3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含丙环唑约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含丙环唑约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针丙环唑相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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丙环唑与内标物峰面积之比分别进行平均。丙环唑的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丙环唑与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丙环唑与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丙环唑的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于丙环唑原药、乳油等单制剂的分析。对其复配制剂, 视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

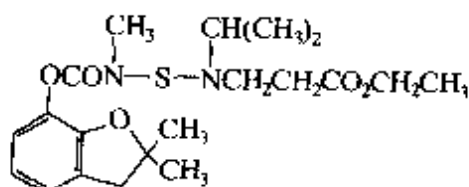
(单玮力)

丙硫克百威 (benfuracarb)

分子式 $C_{20}H_{30}N_2O_5S$

相对分子质量 410.5

结构式



化学名称 2, 3-二氢-2, 2-二甲基苯并呋喃-7-基 N -[(N -乙氧羰基乙基- N -异丙基)氨基硫基]- N -甲基氨基甲酸酯

其他名称 OK-174, 呋喃威, 安克力

物化性质 纯品为红棕色黏稠液体。沸点 $110^{\circ}\text{C}/0.023\text{mmHg}$, 蒸气压 $<1 \times 10^{-2}\text{mPa}$ (20°C), $K_{ow} \log P = 4.22$ (25°C), 相对密度 1.1493 (20°C)。溶解度 (g/L, 20°C): 水 0.00774 ($\text{pH} = 6.5$), 苯、二氯甲烷、乙醇、丙酮、己烷、二甲苯、乙酸乙酯 >1000 。稳定性: 在中性和弱碱性的条件下稳定, 在酸性和强碱性条件下不稳定, 227°C 分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用苯溶解, 以伏杀硫磷为内标物, 用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的丙硫克百威进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

苯;

丙硫克百威标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$;

内标物：伏杀硫磷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1.0g 伏杀硫磷，置于 100mL 容量瓶中，用苯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m × 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% OV-101/Chromosorb W AW-DMCS (180 ~ 250μm) 的填充物，在 280℃ 下老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 210，气化室 280，检测室 280；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 35，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含丙硫克百威约 100mg 的标样（精确至 0.2mg），置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含丙硫克百威约 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针丙硫克百威相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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丙硫克百威与内标物峰面积之比分别进行平均。丙硫克百威的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丙硫克百威与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丙硫克百威与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丙硫克百威的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于丙硫克百威原药、乳油、颗粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

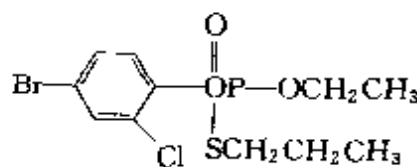
(季 颖)

丙溴磷 (profenofos)

分子式 $C_{11}H_{15}BrClO_3PS$

相对分子质量 373.6

结构式



化学名称 O-4-溴-2-氯苯基-O-乙基-S-正丙基硫代磷酸酯

其他名称 多虫磷

物化性质 纯品为淡黄色液体。沸点 $110^{\circ}\text{C}/0.13\text{Pa}$, 20°C 蒸气压 1.3mPa , 20°C 相对密度 $1.455\text{g}/\text{cm}^3$, $n_D^{25} 1.5493 \sim 1.5495$ 。在 20°C 水中溶解度为 $20\text{mg}/\text{L}$, 能与大多数有机溶剂互溶。 20°C 水解半衰期: 93d ($\text{pH}5$)、 14.6d ($\text{pH}7$)、 5.7d ($\text{pH}9$)。

常用分析方法 气相色谱法、高效液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二丙烯酯为内标物, 用 5%SE-30/Chromosorb W AW DMCS ($180 \sim 250\mu\text{m}$) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的丙溴磷进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

丙溴磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丙烯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二丙烯酯 6g , 置于 500mL 容量瓶

中，加入乙酸乙酯溶解，稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理仪；

色谱柱：1.0m×3.2mm (id) 玻璃柱，内装 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 的填充物。

1.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 205，气化室 240，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 60，氢气 50，空气 500；

进样量：1μL；

保留时间：丙溴磷约 7~8min，邻苯二甲酸二丙烯酯约 4~5min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取丙溴磷标样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含丙溴磷 100mg 试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针丙溴磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中丙溴磷与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中丙溴磷的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丙溴磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丙溴磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丙溴磷的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于丙溴磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 高效液相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇-水为流动相, 用 YWG-C₁₈ 为固定相的色谱柱和紫外检测器对试样中的丙溴磷进行液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

丙溴磷标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 YWG-C₁₈ 固定相 (5 μ m) 填充物。

2.4 操作条件

柱温: 室温 (不低于 15℃);

流动相: 甲醇+水=80+20(V/V), 使用前过滤、脱气;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 225nm;

进样量: 20 μ L;

保留时间: 丙溴磷约 6~7min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 丙溴磷标样 (精确至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 准确移取 5mL 该溶液置于 25mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 丙溴磷 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 50mL

容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；准确移取 5mL 该溶液置于 25mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针丙溴磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中丙溴磷峰面积分别进行平均。试样中丙溴磷的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中丙溴磷峰面积的平均值；

r_2 —— 试样溶液中丙溴磷峰面积的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中丙溴磷的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于丙溴磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。本方法的分离度、平行测定稳定性优于气相色谱法，尤其适用于对复配制剂的分析。

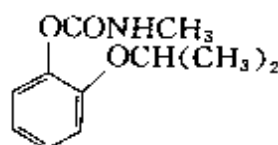
(叶纪明)

残杀威 (propoxur)

分子式 $C_{11}H_{15}NO_3$

相对分子质量 209.3

结构式



化学名称 2-异丙氧基苯基-N-甲基氨基甲酸酯

其他名称 拜高

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 90.7°C ，蒸气压 (20°C)

1.3mPa。溶解度 (20℃): 水 1.9g/L, 二氯甲烷、异丙醇 >200g/L, 甲苯 100g/L。水解 (20℃) DT₅₀40min (pH10)。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经二氯甲烷溶解, 用邻苯二甲酸二丙烯酯作内标物, 用 10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的残杀威进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷;

残杀威标样: 已知质量分数, ≥98%;

内标物: 邻苯二甲酸二丙烯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二丙烯酯 5g, 置于 500mL 容量瓶中, 用二氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

数据处理仪: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1000mm × 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (125~150μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 170, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 20, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 残杀威约 3.8min, 内标物约 6.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含残杀威约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入二氯甲烷 5mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含残杀威约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入二氯甲烷 5mL, 摇匀。

5.3 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，直至相邻两针残杀威相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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残杀威与内标物峰面积之比分别进行平均。残杀威的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中残杀威与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中残杀威与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中残杀威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于残杀威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

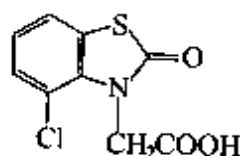
(王国联)

草除灵 (benazolin)

分子式 $C_9H_6ClNO_3S$

相对分子质量 243.7

结构式



化学名称 4-氯-2-氧代苯并噻唑-3-基乙酸

其他名称 Cornox CWK, 高特克

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 193°C ，蒸气压 $1 \times 10^{-4} \text{ MPa}$ (计算值, 20°C)。 20°C 溶解度：在水中为 600 mg/L ，但其碱金属盐和双(2-羟基乙基)铵 (benazolin diolamine) 盐迅速溶解 (600 g 草除灵钾盐/L)。能与苯氧乙酸类的盐相混。 $\text{pH} 8.5 \sim 10.0$ 其碱金

属盐的溶液对铝、白铁和锡板有腐蚀性。原药纯度约 90%，熔点 189℃。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丙烯酯为内标物，用 HP-5 为固定相的毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的草除灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

草除灵标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1g 邻苯二甲酸二丙烯酯，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：30m $\times$ 0.32mm (id)，膜厚 0.25 μ m，石英毛细管柱，内装 HP-5 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 210，气化室 255，检测室 270；

气体流速（mL/min）：载气（He）1.5，氢气 40，空气 300；

进样量：0.2 μ L；

保留时间：草除灵约 3.1min，内标物约 1.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含草除灵约 100mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 3mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含草除灵约 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 3mL，加入丙酮 5mL，摇匀。必要时离心。

5.3 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，直至相邻两针草除灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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草除灵与内标物峰面积之比分别进行平均。草除灵的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中草除灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 —— 试样溶液中草除灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中草除灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于草除灵原药、乳油、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

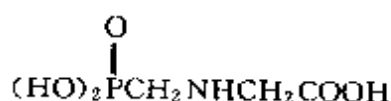
(季 颖)

草甘膦 (glyphosate)

分子式 $C_3H_8NO_5P$

相对分子质量 169.1

结构式



化学名称 N-(磷酸甲基)甘氨酸

其他名称 农达、镇草宁

物化性质 纯品为白色固体。25℃ 时在水中的溶解度为 1.2%，100℃ 时为 8g/mL，不溶于一般有机溶剂，其异丙胺盐完全溶于水。不可燃、不爆炸，常温贮存稳定；在 230℃ 左右熔化并伴随分解；易吸水，与金属离子有较强螯合力。原药常温贮存稳定。

常用分析方法 高效液相色谱法和亚硝化紫外分光光度法。过去也采用络合滴定法，但不能排除杂质干扰，现很少采用，可用于标准品定值。

1 高效液相色谱法

1.1 方法提要

试样用流动相溶解，用强阴离子交换柱和紫外检测器对试样中的草甘膦进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

甲醇：优级纯或重蒸；

二次蒸馏水；

磷酸二氢钾；

草甘膦标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。称量前在 105°C 干燥 2h，放置干燥器中恒温后备用。

1.3 仪器

液相色谱仪：具有可调波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm} \times 4.6\text{mm}$ (id)，内装强阴离子交换树脂（如：Partisil SAX， $10\mu\text{m}$ ）填充物；

微量注射器： $25\mu\text{L}$ 。

1.4 操作条件

柱温：室温（不低于 15°C ）；

流速： $1\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 195nm ；

进样量： $20\mu\text{L}$ ；

保护柱： $5\text{cm} \times 4.6\text{mm}$ (id)，内装 Partisil SAX $10\mu\text{m}$ ；

保留时间：草甘膦约 7.6min 。

1.5 测定步骤

1.5.1 流动相的制备

称取 $0.73\sim 0.75\text{g}$ 磷酸二氢钾，置于 1000mL 容量瓶中，加入适量的水使其完全溶解，加入 160mL 甲醇，用水稀释至刻度，摇匀，用 85% 磷酸调 pH 值至 1.9。流动相使用前过滤、脱气。

1.5.2 标样溶液的制备

称取草甘膦标样 100mg （精确至 0.2mg ），置于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.3 试样溶液的制备

称取含草甘膦约 100mg （精确至 0.2mg ）的试样，置于 50mL

容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.4 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，直至相邻两针草甘膦相对响应值变化小于1.5%后，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。

1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中草甘膦峰面积分别进行平均。草甘膦的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中草甘膦峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中草甘膦峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中草甘膦的质量分数，%。

草甘膦异丙胺盐含量可由草甘膦含量乘以1.3496而得到。

1.7 方法适用范围

本方法适用于分析草甘膦原药、草甘膦盐的各种制剂，为产品质量仲裁分析方法。

2 亚硝化紫外分光光度法

2.1 方法提要

试样中草甘膦在酸性溶液中与亚硝酸钠反应，生成亚硝基草甘膦，在243nm波长下，测定亚硝基草甘膦的吸光度，从而计算出试样中草甘膦的含量。

2.2 试剂和溶液

硫酸：1+1 溶液 (φ)；

溴化钾：250g/L 溶液；

亚硝酸钠：6.9g/L 溶液；

草甘膦标样：已知质量分数，≥98%。称量前在105℃干燥2h，放置干燥器中恒温后备用。

2.3 仪器

紫外分光光度计；

石英比色皿：1cm。

2.4 标准曲线的绘制

2.4.1 标准溶液的制备

称取草甘膦标准品 100mg (精确至 0.2mg), 置于 250mL 容量瓶中, 用蒸馏水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.4.2 亚硝化反应

准确移取上述标准溶液 2mL、4mL、6mL、8mL、10mL, 分别置于 5 个 100mL 棕色容量瓶中, 各加入 30mL 蒸馏水、2mL 硫酸溶液、1mL 溴化钾溶液, 混合后准确加入 2mL 亚硝酸钠溶液后, 立即将瓶塞塞紧, 充分摇匀, 在室温下 (室温不低于 15℃) 静置反应 30min, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。

在同样条件下做试剂空白试验。

2.4.3 吸光度测定

待仪器稳定后, 在 243nm 波长下, 用 1cm 石英比色皿, 以试剂空白溶液作参比, 测定上述各溶液的吸光度。

2.4.4 标准曲线的绘制

以草甘膦浓度 c ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.5 操作步骤

2.5.1 试样溶液的制备

称取含草甘膦约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 250mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。

2.5.2 亚硝化反应及吸光度的测定

准确移取上述溶液 5mL, 置于 100mL 棕色容量瓶中, 按 2.4.2 条中操作步骤进行亚硝化反应, 并按 2.4.3 条测定其吸光度 A_1 。

2.5.3 试样溶液 (未亚硝化) 吸光度测定

准确吸取 2.5.1 条中试样溶液 5mL, 置于 100mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。以蒸馏水作参比, 在 243nm 波长下, 用 1cm 石英比色皿测定其吸光度 A_2 。

试样溶液中亚硝基草甘膦的吸光度 $A = A_1 - A_2$ 。从标准曲线上查吸光度 A 相对应的草甘膦浓度 c ($\mu\text{g/mL}$)。

2.5.4 计算

草甘膦的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{c \times 100 \times 250 \times p}{m \times 5 \times 10^6}$$

式中 c ——从标准曲线上查得的草甘膦浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量, g ;

p ——标样中草甘膦的质量分数, %。

草甘膦异丙胺盐含量可由草甘膦含量乘以 1.3496 而得到。

2.6 方法适用范围

本方法可用于分析草甘膦原药及各种单制剂。

3 液相色谱法 (CIPAC-AOAC 方法)

本方法基本同方法 1, 但有下列条件不同:

流动相的制备: 称取 0.8437g 磷酸二氢钾, 置于 1000mL 容量瓶中, 加入适量的水使其完全溶解, 加入 40mL 甲醇, 用水稀释至刻度, 摇匀, 用 85% 磷酸调 pH 至 1.9。流动相使用前过滤、脱气。

流速: 2.3mL/min。进样体积 50 μL 。

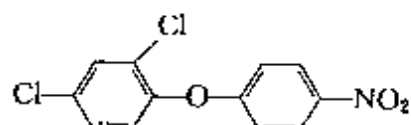
(叶纪明)

除草醚 (nitrofen)

分子式 $\text{C}_{12}\text{H}_7\text{Cl}_2\text{NO}_2$

相对分子质量 284.1

结构式



化学名称 2,4-二氯苯基-4'-硝基苯基醚

其他名称 Tok、Tokkorn、NIP, FW-925

物化性质 纯品为奶油色针状结晶。熔点 70~71 $^{\circ}\text{C}$, 蒸气压: 1.06mPa (40 $^{\circ}\text{C}$)。溶解度: 水 0.7~1.2mg/L (22 $^{\circ}\text{C}$), 易溶于乙醇、甲醇、乙酸、丙酮和苯等有机溶剂。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经丙酮溶解, 以二十三碳烷为内标物, 用 10% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对

试样中的除草醚进行分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

除草醚标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：二十三碳烷，不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取二十三碳烷 2.5g，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m×3mm (id) 玻璃柱或不锈钢柱，内装 5% OV-17 固定液/ Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 的填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 225°C，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含除草醚 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含除草醚约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针除草醚相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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除草醚与内标物峰面积之比分别进行平均。除草醚的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中除草醚与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中除草醚与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中除草醚的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于除草醚原药及单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 气相色谱法方法之二

1. FID 检测器, 1m × 4mm (id) 不锈钢柱, 内装 5% 阿皮松/101 W-AW (180~250 μ m); 温度 (°C): 柱室 214, 气化室 250~270, 检测室 250; 载气 (N₂) 流速: 45mL/min; 内标物: 草枯醚, 采用标准曲线法测定。

2. FID 检测器, 2m × 4mm (id) 不锈钢柱, 内装 5% OV-17/Gas Chrom W (180~250 μ m); 温度 (°C): 柱室 225, 气化室 280, 检测室 250; 载气 (N₂) 流速: 45mL/min; 内标物: 正二十三碳烷, 采用标准曲线法测定。

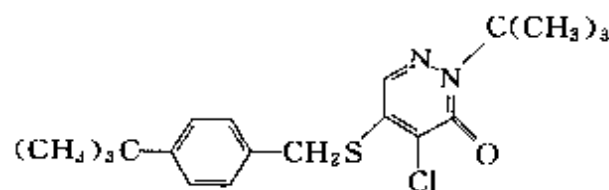
(王以燕)

吡嗪灵 (pyridaben)

分子式 C₁₉H₂₅ClN₂OS

相对分子质量 364.9

结构式



化学名称 2-叔丁基-5-(4-叔丁基苄硫基)-4-氯吡嗪-3(2H)-酮

其他名称 吡嗪酮, 速嗪酮

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 111~112°C, 蒸气压 0.25mPa (20°C), 相对密度 d_4^{20} 1.2。溶解度 (20°C): 水 0.012mg/L, 丙酮 460g/L, 苯 110g/L, 环己烷 320g/L, 乙醇 57g/L, 正辛醇 63g/L, 己烷 10g/L, 二甲苯 390g/L。稳定性: 在 50°C 稳定 90d; 在 pH4、pH7 和 pH9 在有机溶剂中稳定; 对光不稳定, 乳油在正常贮存条件下可稳定 ≥ 2 年。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈和水为流动相，用联苯作内标物和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的哒螨灵进行分离和测定。

1.2 试剂

甲醇；

乙腈；

水：新蒸二次蒸馏水；

内标物：联苯，不含干扰分析的杂质；

哒螨灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C_{18} (10 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：240nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：乙腈+水=70+30(V)；

保留时间：哒螨灵约 11min，联苯约 4min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 哒螨灵标样（精确至 0.2mg），再称取联苯 0.02g（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 哒螨灵的试样（精确至 0.2mg），再称取联苯 0.02g（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀

释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针哒螨灵与内标物峰面积比的平均值相对变化小于1.0%后，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。

1.6 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哒螨灵与内标物峰面积之比分别进行平均。哒螨灵的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot m'_2 \cdot p}{r_1 \cdot m_2 \cdot m'_1}$$

式中 r_1 ——标样溶液中哒螨灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中哒螨灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

m'_1 ——标样溶液中联苯的质量，g；

m'_2 ——试样溶液中联苯的质量，g；

p ——标样中哒螨灵的质量分数，%。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样经丙酮溶解，用邻苯二甲酸二正辛酯作内标物，用5% OV-101/Chromosorb W HP 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的哒螨灵进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮；

哒螨灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二正辛酯 5g，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm×2mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5% OV-101/Chromosorb W HP (150~180μm) 的填充物。

2.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 200，气化室 230，检测室 260；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：哒螨灵约 11min，内标物约 13min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含哒螨灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含哒螨灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针哒螨灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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哒螨灵与内标物峰面积之比分别进行平均。哒螨灵的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中哒螨灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中哒螨灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中哒螨灵的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于吡蚜灵原药、乳油、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

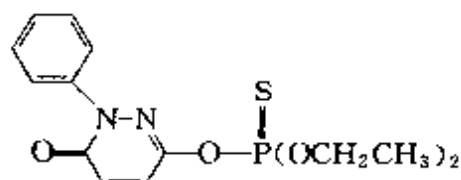
(王国联)

吡嗪硫磷 (pyridaphenthion)

分子式 $C_{14}H_{17}N_2O_4PS$

相对分子质量 340.3

结构式



化学名称 *O,O*-二乙基-*O*-(2,3-二氢-3-氧代-2-苯基-6-吡嗪基)硫代磷酸酯

其他名称 吡净松、吡净硫磷、苯吡磷

物化性质 纯品为淡黄色结晶。熔点 $54.5 \sim 56^\circ\text{C}$ ，蒸气压： 48°C 25.3Pa， 65°C 52Pa， 90°C 110.6Pa，相对密度 d_4^{20} 1.325。难溶于水，易溶于丙酮、甲醇、乙醚等有机溶剂，微溶于己烷、石油醚。对酸、热较稳定，对强碱不稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯作内标物，用 7%OV-210/Chromosorb W HP 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的吡嗪硫磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

吡嗪硫磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯，在色谱条件下无干扰杂质；

内标溶液：称取内标物 780mg，置于 100mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m × 3mm (id) 玻璃柱，内装 7% OV-210/Chromosorb W HP (150~180μm) 填充物。

1.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 210，气化室 240，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样体积：1.0μL；

保留时间 (min)：哒嗪硫磷约 9，邻苯二甲酸二 (2-乙基) 己酯约 5。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含哒嗪硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含哒嗪硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针哒嗪硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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哒嗪硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。哒嗪硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——试样溶液中哒嗪硫磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——标样溶液中哒嗪硫磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——标样的质量，g；

p ——标样中哒嗪硫磷的质量分数，%。

2 方法二

2.1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用对苄基联苯作内标物，用 4% OV-101/Chromosorb G AW-DMCS (或 Chromosorb W HP) 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的哒嗪硫磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

哒嗪硫磷标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ ；

内标物：对苄基联苯，在色谱条件下无干扰杂质；

内标溶液：称取内标物 400mg，置于 100mL 容量瓶中，用三氯甲烷并稀释至刻度，摇匀后置于冰箱中存放。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 4% OV-101/Chromosorb G AW-DMCS (或 Chromosorb W HP) (150~180 μ m) 填充物。

2.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 235，气化室 260，检测室 260；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 50，空气 400；

进样体积：1 μ L；

保留时间 (min)：对苄基联苯约 5，哒嗪硫磷约 8。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含哒嗪硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含哒嗪硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针哒嗪硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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哒嗪硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。哒嗪硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——试样溶液中哒嗪硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——标样溶液中哒嗪硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

p ——标样中哒嗪硫磷的质量分数, %。

3 方法适用范围

本方法适用于哒嗪硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(张志一)

代森锰锌 (mancozeb)

分子式 $(C_4H_6N_2S_4Mn)_x(Zn)_y$

结构式 $[-SCSNHCH_2CH_2NHCSSMn-]_x(Zn)_y$

化学名称 乙亚基-1,2-双(二硫代氨基甲酸)锰和锌离子的配位化合物

其他名称 大生, Dithane M-45, Manzate

物化性质 原药为灰黄色粉末, 约 150°C 分解, 无熔点, 闪点 138°C 。溶解度: 水 $6\sim 20\text{mg/L}$; 在大多数有机溶剂中不溶解。稳定性: 在密闭容器中及隔热条件下可稳定存放两年以上。水解速率 (25°C) DT_{50} 20d (pH5), 17h (pH7), 34h (pH9)。它可在环境中水解、氧化、光解及代谢, 土壤 DT_{50} $6\sim 15\text{d}$ 。

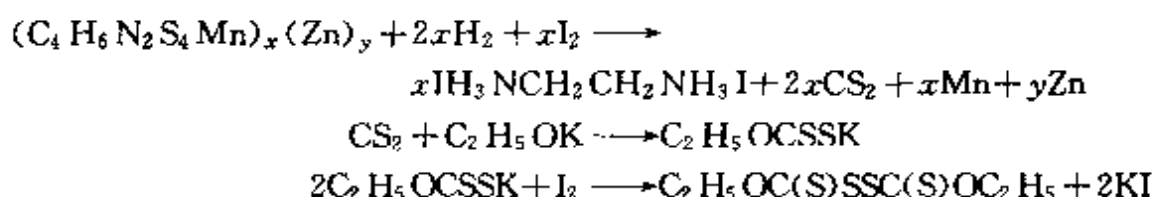
常用分析方法 碘量法

1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-冰乙酸溶液中分解, 生成二硫化碳、乙二胺盐及干扰分析的硫化氢气体。先用乙酸铅溶液吸收硫化氢, 继之以氢氧化钾-乙醇溶液吸收二硫化碳, 并生成乙基黄原酸钾。二

硫化碳吸收液用乙酸中和后立即以碘标准溶液滴定。

反应式如下：



2 试剂和溶液

乙醇；

冰乙酸溶液：30% (φ)；

氢氧化钾乙醇溶液：110g/L，使用前配制；

氢碘酸冰乙酸溶液：1份（约含）57%氢碘酸溶液与9份冰乙酸（φ）相混合，使用前配制；

乙酸铅溶液：100g/L；

碘标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) = 0.1\text{mol/L}$ ，按GB 601配制和标定；

淀粉指示液：10g/L，按GB 603中4.5.20条配制；

酚酞指示液：10g/L，按GB 603中4.5.22条配制。

3 仪器（见图1-1）

4 测定步骤

称取约含代森锰锌0.2g的试样（精确至0.2mg），置于干净的圆底烧瓶中，第一吸收管加50mL乙酸铅溶液，保持温度70~80℃，第二吸收管加50mL氢氧化钾-乙醇溶液，连接分解吸收装置，检查装置的密封性。打开冷却水，开启抽气源，控制抽气速度，以每秒2~4个气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加入50mL氢碘酸-冰乙酸溶液，摇匀。同时立即快速加热，小心控制防止反应液冲出，保持微沸50min。拆开装置，停止加热，取下第二吸收管，将内容物用200mL水洗入500mL锥形瓶中，以酚酞指示液检查吸收管，洗至管内无内残物。用乙酸溶液中和至酚酞退色，再过量3~4滴，立即用碘标准滴定溶液滴定，同时不断摇动，近终点时加5mL淀粉指示液，继续滴定至溶液呈浅灰紫色。同时做空白测定。

5 计算

代森锰锌的质量分数X(%),按下式计算：

$$X = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.1355 \times 100}{m}$$

式中 V_1 ——滴定试样消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.1355——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1\text{mol/L}\right]$ 相当的以 g 表示的代森锰锌的质量。

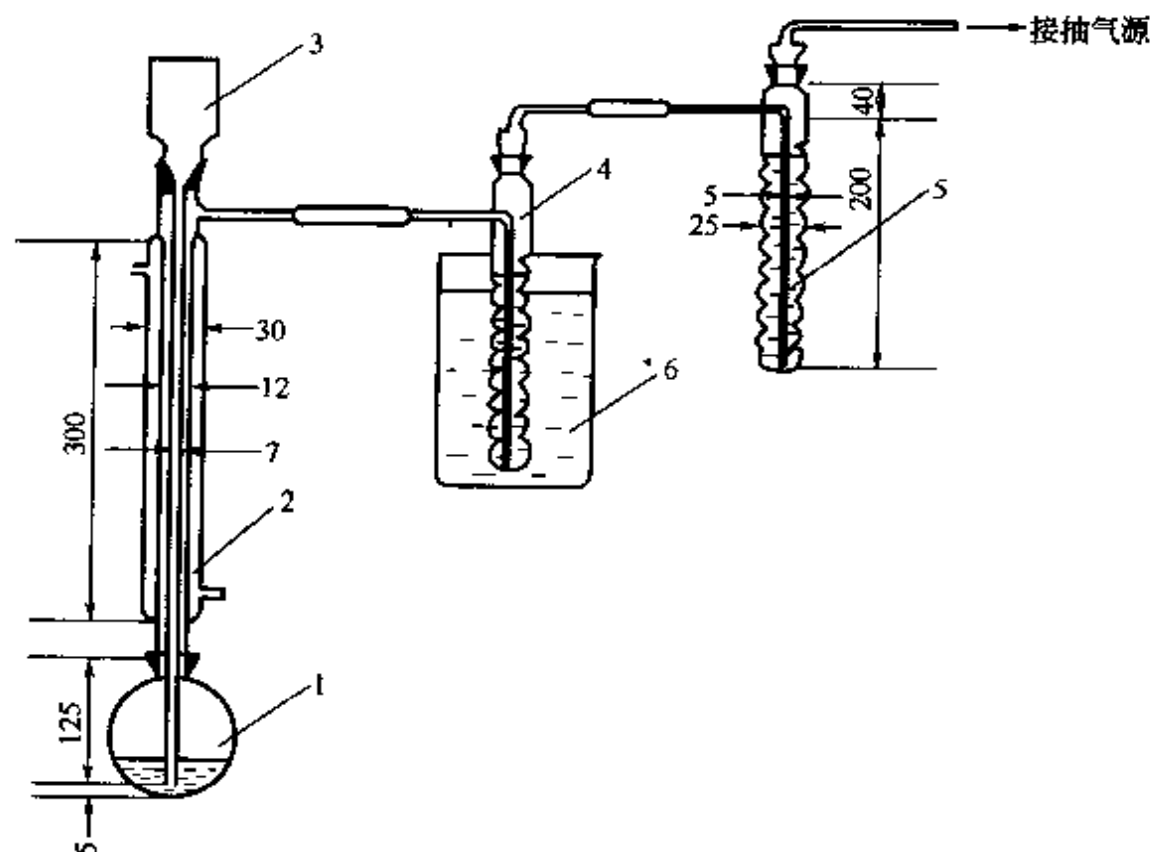


图 1-1 分解吸收装置

1—150mL 烧瓶; 2—直形冷凝器; 3—长颈漏斗; 4—第一吸收管;

5—第二吸收管; 6—水浴 (70~80℃)

6 方法适用范围

本方法适用于代森锰锌原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来满足分析的需要。

(刘绍仁 段丽芳)

代森锌 (zineb)

分子式 $C_4H_6N_2S_4Zn$

相对分子质量 275.9

结构式 $[-SCSNHCH_2CH_2NHCSSZn-]_x$

化学名称 亚乙基双二硫代氨基甲酸锌

其他名称 Dithane Z-78, Parzate

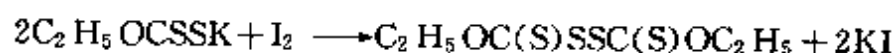
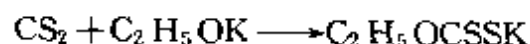
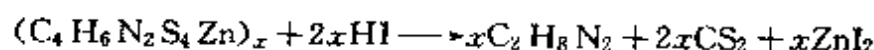
物化性质 原药为白色至淡黄色粉末, 纯度达 95% 以上。157℃ 分解。室温时在水中溶解度为 10mg/L, 在大多数有机溶剂中不溶解, 微溶于吡啶。对光、热、湿气不稳定, 容易分解放出二氧化碳。

常用分析方法 碘量法

1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-冰乙酸溶液中分解, 生成二硫化碳、乙二胺盐及干扰分析的硫化氢气体。先用乙酸铅溶液吸收硫化氢, 继之以氢氧化钾-乙醇溶液吸收二硫化碳, 并生成乙基黄原酸钾。二硫化碳吸收液用乙酸中和后立即以碘标准溶液滴定。

反应式如下:



2 试剂和溶液

乙醇;

冰乙酸溶液: 30% (φ);

氢氧化钾乙醇溶液: 110g/L, 使用前配制;

氢碘酸冰乙酸溶液: 1 份 (约含) 57% 氢碘酸溶液与 9 份冰乙酸 (φ) 相混合, 使用前配制;

乙酸铅溶液: 100g/L;

碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1\text{mol/L}$, 按 GB 601 配制和标定;

淀粉指示液: 10g/L, 按 GB 603 中 4.5.20 条配制;

酚酞指示液: 10g/L, 按 GB 603 中 4.5.22 条配制。

3 仪器 (见图 1-1, 第 61 页)

4 测定步骤

称取约含代森锌 0.2g 的试样 (精确至 0.2mg), 置于干净的圆底烧瓶中, 第一吸收管加 50mL 乙酸铅溶液, 保持温度 70~80℃, 第二吸收管加 50mL 氢氧化钾-乙醇溶液, 连接分解吸收装置, 检查装置的密封性。打开冷却水, 开启抽气源, 控制抽气速度, 以每秒 2~4 个气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加入 50mL 氢碘酸-冰乙酸溶液, 摇匀。同时立即快速加热, 小心控制防止反应液冲出, 保持微沸 50min。拆开装置, 停止加热, 取下第二吸收管, 将内容物用 200mL 水洗入 500mL 锥形瓶中, 以酚酞指示液检查吸收管, 洗至管内无内残物。用乙酸溶液中和至酚酞退色, 再过量 3~4 滴, 立即用碘标准滴定溶液滴定, 同时不断摇动, 近终点时加 5mL 淀粉指示液, 继续滴定至溶液呈浅灰紫色。同时做空白测定。

5 计算

代森锌的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.1379 \times 100}{m}$$

式中 V_1 ——滴定试样消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.1379——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1\text{mol/L} \right]$ 相当的以 g 表示的代森锌质量。

6 方法适用范围

本方法适用于代森锌原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来满足分析的需要。

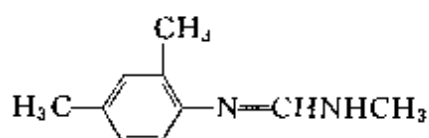
(刘绍仁 段丽芳)

单甲脒 (semiamitraz)

分子式 $C_{10}H_{14}N_2$

相对分子质量 162.0

结构式



化学名称 *N*-(2,4-二甲基苯基)-*N'*-甲基甲脒

其他名称 杀螨脒

物化性质 纯品为无色针状结晶。熔点 75~76℃。不溶于水，易溶于乙醇、苯、甲苯、二甲苯等有机溶剂。在环己烷中溶解度随温度升高而大大增加，加热时二者可以互溶。可与氢卤酸、硫酸、乙酸、苯磺酸等成盐。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二甲酯为内标物，用 PEG-20M/Gas Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的单甲脒进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

单甲脒标样：已知质量分数，≥99%；

内标物：邻苯二甲酸二甲酯，不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二甲酯 1.0g，置于 100mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m×3mm (id) 玻璃柱或不锈钢柱，内装 10% PEG-20M/Gas Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物，在 270℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 200，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 50，空气 500；

进样量：1μL；

保留时间：单甲脒约 7.4min，邻苯二甲酸二甲酯约 3.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取单甲脒标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含单甲脒 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针单甲脒相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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单甲脒与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中单甲脒的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中单甲脒与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中单甲脒与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中单甲脒的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于单甲脒原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

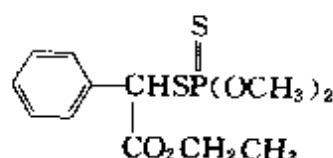
(宗伏霖)

稻丰散 (phenthoate)

分子式 $C_{12}H_{17}O_4PS_2$

相对分子质量 320.4

结构式



化学名称 *S*-α-乙氧羰基苄基-*O,O*-二甲基二硫代磷酸酯

其他名称 Cidial, Elsan, 爱乐散

物化性质 纯品为无色结晶固体, 具有芳香气味。熔点 17~18℃, 相对密度 d_4^{20} 1.226, 40℃ 蒸气压 5.3Pa。溶解度 (20℃): 水中 11mg/L。原药 (纯度 90%~92%) 为红黄色油状物。溶解度 (20℃): 水 200mg/L, 1,2-二甲氧基乙烷 >200g/L, 己烷 120g/L, 石油醚 100~170g/L。在 3.9<pH<7.8 缓冲液中稳定, 但在 pH9.7 缓冲溶液中 20d 水解约 25%。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二丁酯为内标物, 用 2%OV-17 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的稻丰散进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

稻丰散标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.66g 邻苯二甲酸二丁酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

数据处理仪: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm×3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2%OV-17/chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 195, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 稻丰散约 12.6min, 邻苯二甲酸二丁酯约 7.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取稻丰散标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 稻丰散（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针稻丰散相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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稻丰散与内标物峰面积之比分别进行平均。稻丰散的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中稻丰散与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中稻丰散与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中稻丰散的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于稻丰散原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

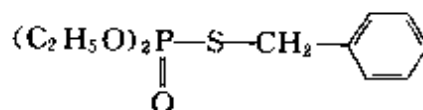
（刘绍仁 段丽芳）

稻瘟净（EBP）

分子式 $C_{11}H_{17}O_3PS$

相对分子质量 260.3

结构式



化学名称 O,O-二乙基-S-苄基硫代磷酸酯

物化性质 纯品为无色透明液体。沸点 $120 \sim 130^\circ\text{C}/13.3 \sim 20\text{Pa}$ ，相对密度 d^{20}_4 1.5248，折射率 n^{20}_D 1.1569，蒸气压 1.32Pa/20℃，闪

点 25~32℃。难溶于水 (18℃时为 0.25%), 易溶于乙醇、乙醚、二甲苯、环己酮等有机溶剂。对光照比较稳定, 在高温情况下时间过长引起分解, 对酸稳定, 但对碱不稳定。原药为黄色或棕黄色油状液体, 稍有特殊臭味, 纯度 80% 以上。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二丙烯酸酯为内标物, 用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的稻瘟净进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

稻瘟净标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丙烯酸酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 4g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

数据处理仪: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物, 在 250℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 165, 气化室 210, 检测室 210;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1.0 μ L;

保留时间: 稻瘟净约 6.5min, 邻苯二甲酸二丙烯酸酯约 4.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取稻瘟净标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 三氯甲烷稀释, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含稻瘟净 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针稻瘟净相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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稻瘟净与内标物峰面积之比分别进行平均。稻瘟净的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中稻瘟净与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中稻瘟净与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中稻瘟净的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于稻瘟净原药、可湿性粉剂、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

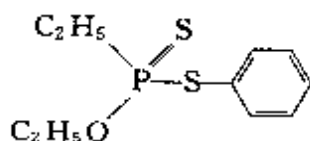
（单炜力 姜宜飞）

地虫硫磷 (fonofos)

分子式 $C_{10}H_{25}BrOPS_2$

相对分子质量 246.3

结构式



化学名称 O-乙基-S-苯基 (RS) 乙基二硫代磷酸酯

其他名称 大风雷，地虫磷，Dyfonote

物化性质 纯品为无色透明液体，具有芳香味。原药为浅黄色液体，有轻微刺激性气味，有效成分含量在95%以上，凝固点为 -31.7°C ，沸点 $130^{\circ}\text{C}/0.01\text{mPa}$ ， 25°C 蒸气压 28mPa ， 20°C 密度 $1.154\text{g}/\text{cm}^3$ ， $n_{\text{D}}^{25}1.585$ 。在 20°C 水中溶解度为 $13\text{mg}/\text{L}$ ，能与丙酮、乙醇、二甲苯等大多数有机溶剂互溶。 $<100^{\circ}\text{C}$ 稳定，对钢有腐蚀性。手性体已得到了分离，在四氯化碳、环己烷、甲醇中发生旋光性的逆转。*R*-异构体与*S*-异构体相比，对害虫和小白鼠毒力高，对胆碱酯酶的抑制作用也高。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以正十八碳烷为内标物，用10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$)为填充物的玻璃柱和FID检测器，对试样中的地虫硫磷进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

地虫硫磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：正十八碳烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$)；

内标溶液：称取正十八碳烷3g，置于500mL容量瓶中，加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

数据处理机；

色谱柱： $1.0\text{m}\times 3.2\text{mm}$ (id) 玻璃柱，内装10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室170，气化室230，检测室230；

气体流量 (mL/min)：载气 (N_2) 60，氢气50，空气500；

进样量： $1\mu\text{L}$ ；

保留时间：地虫硫磷约5~6min，正十八碳烷约7~8min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取地虫硫磷标样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含地虫硫磷 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针地虫硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中地虫硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。地虫硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中地虫硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中地虫硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中地虫硫磷的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于地虫硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 液相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 用 YWG-C₁₈ 为固定相的色谱柱和紫外检测器对试样中的地虫硫磷进行液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

地虫硫磷标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 YWG C₁₈ 为固定相 (5 μ m) 填充物。

2.4 操作条件

柱温：室温（不低于 15℃）；

流动相：甲醇+水=70+30 (v/v)。流动相使用前过滤、脱气；

流速：1.0mL/min；

检测波长：225nm；

检测灵敏度：0.08AUFS；

进样量：20 μ L；

保留时间：地虫硫磷约 6~7min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 地虫硫磷标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；准确移取 5mL 该溶液置于 25mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 地虫硫磷的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；准确移取 5mL 该溶液置于 25mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针地虫硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中地虫硫磷峰面积分别进行平均。地虫硫磷的质量分数 X (%)，按下式

计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中地虫硫磷峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中地虫硫磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中地虫硫磷的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于地虫硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。本方法的分离度、平行测定稳定性优于气相色谱法, 尤其适用于对复配制剂的分析。

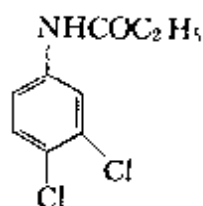
(叶纪明)

敌稗 (propanil)

分子式 $C_9H_9Cl_2NO$

相对分子质量 218.1

结构式



化学名称 N-(3,4-二氯苯基)丙酰胺

其他名称 Bay 30130, DP-35

物化性质 纯品为白色针状结晶。熔点 $92 \sim 93^\circ\text{C}$, 在 60°C 时蒸气压为 0.012Pa 。室温下水中溶解度为 225mg/L , 25°C 时在乙醇中溶解度为 54% , 可溶于甲醇、乙醚、丙酮、苯等有机溶剂。对碱不稳定, 在土壤中很快分解失效, 对金属无腐蚀作用。原药为浅黄色固体。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用十八碳烷作内标物，用 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的敌稗进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

敌稗标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：正十八碳烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取十八碳烷 5g，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 180，气化室 220，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：敌稗约 8min，内标物约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含敌稗约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含敌稗约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针敌稗相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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敌稗与内

标物峰面积之比分别进行平均。敌稗的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌稗与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中敌稗与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中敌稗的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于敌稗原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

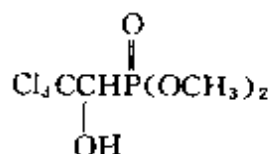
(季 颖)

敌百虫 (trichlorfon)

分子式 $C_4H_8Cl_3O_4P$

相对分子质量 257.4

结构式



化学名称 O,O -二甲基-(2,2,2-三氯-1-羟基乙基)膦酸酯

其他名称 Neguvon

物化性质 纯品为白色结晶粉末。熔点 $83 \sim 84^\circ\text{C}$, 20°C 时蒸气压为 $1.04 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 相对密度 $d_4^{20} 1.73$, 折射率 $n_D^{20} 1.3439$ (10% 水溶液)。25 $^\circ\text{C}$ 时水中溶解度为 154g/L, 可溶于苯、乙醇和大多数氯化烃, 不溶于石油醚, 微溶于乙醚和四氯化碳。室温下稳定, 但在高温下遇水分解, 在碱性溶液中可迅速脱去氯化氢而转化为毒性更大的敌敌畏。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二丙酯为内标物, 用 2% DEGS/Chromosorb W AW- DMCS (180~250 μm) 为填充物的玻

璃柱和 FID 检测器，对试样中的敌百虫进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

敌百虫标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酸酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取内标物 0.22g，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：玻璃柱， $1\text{m} \times 3\text{mm}$ (id)，内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS ($180 \sim 250\mu\text{m}$) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 140，气化室 210，检测室 210；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量： $1\mu\text{L}$ ；

保留时间：敌百虫约 6.1min，邻苯二甲酸二丙烯酸酯约 2.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含敌百虫约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含敌百虫约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针敌百虫相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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的敌百虫与内标物峰面积之比分别进行平均。敌百虫的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌百虫与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中敌百虫与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中敌百虫的质量分数，%。

7 方法适用范围

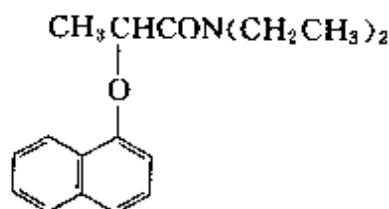
本方法适用于敌百虫原药、乳油、粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(张志一)

敌草胺 (napropamide)

分子式 $C_{17}H_{21}NO_2$

相对分子质量 271.4



结构式

化学名称 N,N -二乙基-2-(1-萘氧基)丙酰胺

其他名称 萘氧丙草胺，草萘胺

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 75°C ，蒸气压 0.53mPa (25°C)。溶解度 (20°C)：水 73mg/L ；煤油约 60g/L ；二甲苯约 500g/L ；微溶于丙酮、乙醇、4-甲基戊-2-酮。稳定性： 40°C 、 $4 < \text{pH} < 10$ 情况下，63d 内不分解。将其水溶液暴露于模拟阳光下， DT_{50} 25.7min ；土壤中 DT_{50} $130 \sim 200\text{d}$ ；实验室条件下， $21 \sim 32^\circ\text{C}$ ， DT_{50} $56 \sim 108\text{d}$ 。原药（纯度 $92\% \sim 96\%$ ）为棕色固体，熔点 $68 \sim 70^\circ\text{C}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经二硫化碳溶解，用甲氧氯作内标物，用 3%OV-1/Gas Chrom Q 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的敌草胺进行气相色谱

分离和测定。

2 试剂和溶液

二硫化碳；

敌草胺标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：甲氧氯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取甲氧氯 5g，置于 500mL 容量瓶中，用二硫化碳溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 3% OV-1/Gas Chrom Q (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 250，气化室 250，检测室 260；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：敌草胺约 4.3min，内标物约 8.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含敌草胺约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入二硫化碳 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含敌草胺约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入二硫化碳 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针敌草胺相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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敌草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。敌草胺的质量分数 X （%），按

下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌草胺与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中敌草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中敌草胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于敌草胺原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

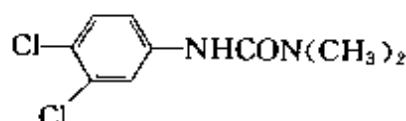
(王国联)

敌草隆 (diuron)

分子式 $C_9H_{10}Cl_2N_2O$

相对分子质量 233.1

结构式



化学名称 3-(3,4-二氯苯基)-1,1-二甲基脲

其他名称 Karmex

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 $158 \sim 159^{\circ}\text{C}$, 蒸气压 0.41mPa (50°C)。溶解度: 水约 42mg/L (25°C), 丙酮 53g/kg (27°C), 在烃类中溶解度低。对氧化和水解稳定, 在常温和中性条件下水解速度可忽略。在升温和酸碱条件下水解速度加快。该化合物在 $189 \sim 190^{\circ}\text{C}$ 分解, 在土壤中脱甲基化而降解, $\text{DT}_{50} 90 \sim 180\text{d}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相和紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的敌草隆进行分离和测定。

2 试剂

甲醇;

新蒸二次蒸馏水;

敌草隆标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.0mm (id) 不锈钢柱，内填 ODS (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.8mL/min；

检测波长：250nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：甲醇+水=60+40 (ϕ)；

保留时间：敌草隆 11.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 敌草隆标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 敌草隆的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针敌草隆相对响应值变化小于 1.0% 后，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

6 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敌草隆峰面积分别进行平均。敌草隆的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌草隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中敌草隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中敌草隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于敌草隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

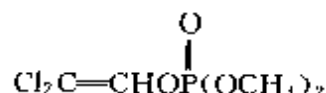
(王国联)

敌敌畏 (dichlorvos)

分子式 $C_4H_7Cl_2O_4P$

相对分子质量 221.0

结构式



化学名称 O,O -二甲基- O -(2,2-二氯乙烯基)磷酸酯

其他名称 DDVP, DDVF, ENT20738

物化性质 纯品为无色至琥珀色液体, 有芳香气味。沸点为 $35^\circ\text{C}/6.67\text{Pa}$, 20°C 时蒸气压为 1.6Pa , 相对密度 $d_4^{25} 1.415$, 折射率 $n_D^{25} 1.4523$ 。室温下水中溶解度约为 10g/L , 在煤油中溶解 $0.2\% \sim 0.3\%$, 能与大多数有机溶剂或气溶胶推进剂混溶。对热稳定, 但能水解。在室温下, 饱和水溶液中的敌敌畏转化成磷酸氢二甲酯和二氯乙烯, 其水解速度每天约 3% ; 在碱性溶液中, 水解更快。对铁和软钢有腐蚀性, 对不锈钢、铝、镍、“Hastelloy13” (一种耐蚀镍基合金) 和“Teflon” (聚四氟乙烯) 没有腐蚀性。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经氯仿溶解, 用十五碳烷作内标物, 用 $10\% \text{DC-550/上试101}$ 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的敌敌畏进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

氯仿;

敌敌畏标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 十五碳烷, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取十五碳烷 5g 置于 500mL 容量瓶中, 用氯仿溶

解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm×3mm（id）玻璃或不锈钢柱，内装 10% DC-550/上试 101（180~250μm）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 174，气化室 200，检测室 250；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）37，氢气 32，空气 300~400；

进样量：1μL；

保留时间：敌敌畏约 2.2min，内标物约 3.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含敌敌畏约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含敌敌畏约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针敌敌畏相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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敌敌畏与内标物峰面积之比分别进行平均。敌敌畏的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌敌畏与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中敌敌畏与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中敌敌畏的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于敌敌畏原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

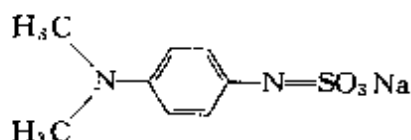
(王国联)

敌磺钠 (fenaminosulf)

分子式 $C_8H_{10}N_3NaO_3S$

相对分子质量 251.2

结构式



化学名称 4-二甲胺基苯重氮磺酸钠

其他名称 敌克松 (Dexon)、lesan

物化性质 原药为黄棕色无嗅粉末。200℃ 以上分解。溶解度: 水 4g/kg (20℃), 溶于二甲基甲酰胺、乙醇, 不溶于乙醚、苯、石油醚。它的水溶液对光敏感, 但在硫酸钠水溶液中稳定, 在碱性介质中稳定。

常用分析方法 液相色谱法、薄层-比色法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用二甲基甲酰胺溶解, 以甲醇+水+氨水为流动相、 C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器, 用反相液相色谱法对试样中的敌磺钠进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

甲醇: HPLC 级;

二次蒸馏水;

氨水;

二甲基甲酰胺;

0.2mol/L Na_2SO_4 溶液;

敌磺钠标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 Bondapak^{MT}

C₁₈ (10μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

定量进样阀：20μL。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.7mL/min；

检测波长：265nm；

进样体积：20μL；

流动相：甲醇+水+氨水=40+60+2 (φ)；

保留时间：敌磺钠约 5.6min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含敌磺钠 100mg (精确称至 0.2mg) 的标样，置于 50mL 棕色容量瓶中，用 10mL 二甲基甲酰胺超声溶解 10min，再用 0.2mol/L 硫酸钠溶液稀释至刻度，摇匀。

准确移取此溶液 5mL，置于另一个 50mL 棕色容量瓶中，用 0.2mol/L 硫酸钠溶液稀释定容。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含敌磺钠 100mg (精确称至 0.2mg) 的试样，置于 50mL 棕色容量瓶中，用 10mL 二甲基甲酰胺超声溶解 10min，再用 0.2mol/L 硫酸钠溶液稀释至刻度，摇匀。

准确移取此溶液 5mL，置于另一个 50mL 棕色容量瓶中，用 0.2mol/L 硫酸钠溶液稀释定容。

1.5.3 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，直至相邻两针敌磺钠相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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敌磺钠峰

面积分别进行平均。敌磺钠的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中敌磺钠峰面积的平均值;

r_2 —— 试样溶液中敌磺钠峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中敌磺钠的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于敌磺钠原药、可湿粉等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 用 15cm 长的 C_{18} 色谱柱; 流动相: 甲醇 + 水 + 氨水 = 32 + 65 + 3; 保留时间: 3.3min。

2 薄层-比色法

2.1 方法提要

敌磺钠试样用薄层分离提取后, 在波长 435nm 处测定亚硫酸钠溶液中的吸光度。

2.2 试剂和溶液

亚硫酸钠: 25.2g/L 溶液;

二甲基甲酰胺;

三氯甲烷;

甲醇;

氨水;

展开剂: 三氯甲烷 + 甲醇 + 氨水 = 75 + 25 + 2 (φ);

硅胶 G: 薄层层析用;

砂芯漏斗 G_4 (或布氏漏斗);

敌磺钠标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

紫外分光光度计, 备有 1cm 石英比色池。

2.4 测定步骤

2.4.1 薄层板的制备

称取 12g 硅胶 GF₂₅₄, 置于玻璃研钵中, 加入蒸馏水 26 ~ 28mL, 研磨至均匀糊状, 立即倒在一个预先洗净、干燥的 10cm ×

20cm 的玻璃板上,轻轻振动使硅胶在板上分布均匀且无气泡。置于水平处自然风干后移至烘箱中,在 120~150℃ 温度下活化 1h,取出放入干燥器中备用。

2.4.2 标样溶液的制备

称取敌磺钠标样 50mg (精确至 0.2mg),置于 10mL 棕色容量瓶中,用二甲基甲酰胺溶解并定容。

2.4.3 试样溶液的制备

称取含有敌磺钠 50mg 的试样 (精确至 0.2mg),置于 10mL 棕色容量瓶中,用二甲基甲酰胺溶解并定容。

2.4.4 层析

分别准确吸取 0.1mL 上述标样溶液和试样溶液,分别在已活化好的层析板上,距底边 2cm,距两侧各 1.5cm 处将标样溶液和试样溶液点成一直线,让溶剂挥发,置于在室温下充满展开剂饱和蒸气的展开缸中,板浸入溶剂的深度为 0.5~1cm 左右。当展开前沿上升至距点样线约 15~16cm 时,取出板置阴凉处晾干。待展开剂挥发后,将板上 $R_f=0.4$ 的黄色谱带刮入漏斗中,用亚硫酸钠溶液洗涤、过滤,直至硅胶颜色变白,将溶液全部转移至 100mL 棕色容量瓶中,加亚硫酸钠溶液至刻度,摇匀。在 435nm 处以亚硫酸钠溶液为参比,测吸光度 A 。

2.5 计算

敌磺钠的质量分数 X (%),按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中敌磺钠的吸光度;

r_2 ——试样溶液中敌磺钠的吸光度;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中敌磺钠的质量分数, %。

2.6 方法适用范围

本方法适用于敌磺钠原药、可湿粉等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

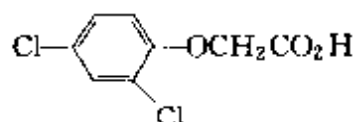
(王以燕)

2,4-滴 (2,4-D)

分子式 $C_6H_4Cl_2O_3$

相对分子质量 221.0

结构式



化学名称 2,4-二氯苯氧乙酸

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $140.5^{\circ}C$ ，蒸气压 ($25^{\circ}C$) 1.86×10^{-2} mPa。水中溶解度 ($25^{\circ}C$, mg/L): 311 (pH1)、20031 (pH5)、23180 (pH7)、34196 (pH9); 其他溶剂溶解度 ($20^{\circ}C$, g/kg): 乙醇 1250、乙醚 243、甲苯 0.67、二甲苯 5.8、庚烷 1.1、辛醇 120 (g/L, $25^{\circ}C$); 不溶于石油。对热、光不稳定。它是一强酸，有腐蚀性。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，用 C_{18} 不锈钢柱和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的 2,4-滴进行分离和测定。

2 试剂和溶液

甲醇: HPLC 级;

二次蒸馏水;

磷酸;

磷酸溶液: 10% 水溶液;

内标物: 对溴苯酚，不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取对溴苯酚 6.8g，置于 1000mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀;

2,4-滴标样: 已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 300mm $\times$ 3.9mm (id) 不锈钢柱，内填 μ -Bondapak C_{18} (10 μ m);

微量进样器：10 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流量：1mL/min；

检测波长：225nm；

进样体积：5 μ L；

流动相：甲醇+水（用磷酸溶液调 pH2.6）=65+35（ φ ）；

保留时间：2,4-滴 7.2min，内标 5.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 2,4-滴标样 50mg（准确至 0.2mg），置于 25mL 具塞容量瓶中，准确加入内标溶液 5mL，用甲醇溶解并定容，摇匀。

准确移取此溶液 1mL，置于 10mL 具塞容量瓶中，再用甲醇溶解并定容，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 2,4-滴 50mg（准确至 0.2mg）的试样，置于 25mL 具塞容量瓶中，准确加入内标溶液 5mL，用甲醇溶解并定容，摇匀。

准确移取此溶液 1mL，置于 10mL 具塞容量瓶中，再用甲醇溶解并定容，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针 2,4-滴相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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 2,4-滴与内标物峰面积之比分别进行平均。2,4 滴的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 2,4-滴与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中 2,4-滴与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中 2,4-滴的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于 2,4-滴原药及其盐类单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 对其酯类制剂, 可采用气相色谱法, 试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二甲酯为内标物, 用 5%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对其进行分离和测定。柱温: 180℃, 气化、检测温度 240℃; 保留时间: 2,4-滴丁酯 7.5min, 内标 10min。

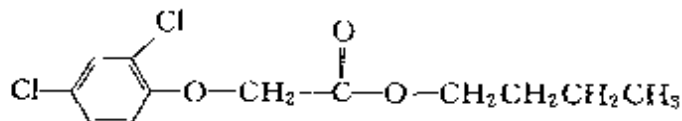
(李国平)

2,4-滴丁酯 (2,4-D-butylate)

分子式 $C_{12}H_{14}Cl_2O_3$

相对分子质量 277.1

结构式



化学名称 2,4-二氯苯氧乙酸正丁基酯

物化性质 纯品为无色油状液体。沸点 146~147℃/133.3Pa, 相对密度 d_4^{20} 1.24~1.26, 凝固点 9℃, 闪点 48℃以上, 25~28℃时的蒸气压 0.13Pa。难溶于水, 易溶于有机溶剂。挥发性强, 遇碱易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物, 用四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯和阿匹松 L 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的 2,4-滴丁酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

2,4-滴丁酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二异丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 7g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲

烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m×3mm (id) 玻璃柱，内装 1.7% 四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯 + 0.3% 阿匹松 1/Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物，在 210℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 170，气化室 260，检测室 260；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 32，空气 320；

进样量：1.0μL；

保留时间：2,4-滴丁酯约 11min，邻苯二甲酸二异丁酯约 6.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 2,4-滴丁酯标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含 2,4-滴丁酯 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针 2,4-滴丁酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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 2,4-滴丁酯与内标物峰面积之比分别进行平均。2,4-滴丁酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值；

- r_2 ——试样溶液中 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中 2,4-滴丁酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于 2,4-滴丁酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

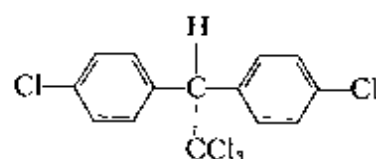
(单炜力 姜宜飞)

滴滴涕 (DDT)

分子式 $C_{14}H_9Cl_5$

相对分子质量 354.5

结构式



化学名称 1,1,1-三氯-2,2-双(4-氯苯基)乙烷

其他名称 二二三

物化性质 滴滴涕中主要含对, p' -异构体, 其次邻、 p' 位异构体占 30%, 也具有杀虫活性。 p , p' -异构体是白色结晶, 熔点 108.5°C , 蒸气压 $25.3\text{mPa}/20^{\circ}\text{C}$ 。不溶于水, 可溶于带羟基的和极性的溶剂, 易溶于丙酮、苯、二氯乙烷等有机溶剂。原药为白色、乳白色或淡黄色固体, 相对密度 1.6, 沸点 $92.5\sim 93^{\circ}\text{C}$ (13.3Pa), 熔点 $74\sim 74.5^{\circ}\text{C}$ 。贮存期较稳定, 但在高温和强碱情况下, 滴滴涕可经脱氯化氢面分解失效。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以 2,2'-二硝基联苯为内标物, 用 OV-210 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的滴滴涕进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

滴滴涕标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$;

内标物：2,2'-二硝基联苯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.5g 2,2'-二硝基联苯，置于 100mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.8m×2mm (id) 玻璃柱，内装 5% OV-210/Chromosorb W HP (125~150μm) 填充物，在 220℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 170，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 40，空气 300；

进样量：1μL；

保留时间：o, p-DDT 约 8.5min；p, p'-DDT 约 13.5min；内标物约 21.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含滴滴涕约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含滴滴涕约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针滴滴涕相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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滴滴涕与内标物峰面积之比分别进行平均。滴滴涕的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中滴滴涕与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中滴滴涕与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中滴滴涕的质量分数, %。

7 方法使用范围

本方法适用于滴滴涕原药、粉剂、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

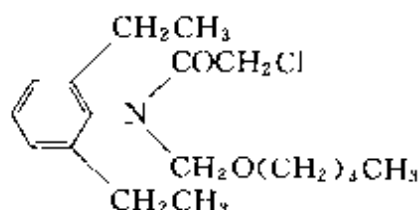
(单烯力)

丁草胺 (butachlor)

分子式 $C_{17}H_{26}ClNO_2$

相对分子质量 311.9

结构式



化学名称 N-(2,6-二乙基苯基)-N-正丁氧基甲基氯乙酰胺

其他名称 马歇特

物化性质 纯品为浅黄色到微紫色液体。熔点 $-2.8\sim-1.7^{\circ}\text{C}$, 沸点 $156^{\circ}\text{C}/67\text{Pa}$, 蒸气压 $2.4\times 10^{-1}\text{mPa}$, 相对密度 1.076 (25°C), 闪点 $>135^{\circ}\text{C}$, 黏度 37cP (25°C)。24 $^{\circ}\text{C}$ 水中溶解度为 20mg/L, 能与乙醚、丙酮、乙醇、己烷、三氯甲烷、苯、乙酸乙酯混溶。对紫外光稳定, 在 165°C 下开始分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以磷酸三苯酯为内标物, 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 用气相色谱法对试样中的丁草胺进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

丁草胺标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物：磷酸三苯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取磷酸三苯酯 2.0g，置于 100mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m×3mm（id）不锈钢柱，内装 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS（180~250μm）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 225，气化室 280，检测室 280；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）40，氢气 40，空气 400；

进样量：0.6μL；

保留时间：伯酰胺 2.2 min，丁草胺 7.0min，内标物 13.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含丁草胺约 100mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 10mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含丁草胺约 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 10mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入数针标样溶液，直至相邻两针丁草胺相对响应值变化小于 1.5%后，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。

6 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丁草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。丁草胺的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丁草胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丁草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丁草胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于丁草胺原药、乳油及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 气相色谱法之二

1. CIPAC D 方法: FID 检测器, 色谱柱 10% SP-2250/Supelcoport (125~150 μ m), 1.8m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱, 温度 (°C): 柱室 250, 气化室 280, 检测室 300; 气体流速 (mL/min): 载气 (He) 30; 保留时间: 乙草胺 5.9min, 内标物 (磷酸三苯酯) 18.5min。

2. 其他方法: 10% SE-30 /Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m), 1m $\times$ 3mm (id) 不锈钢柱, 温度 (°C): 柱室 200, 气化室 240, 检测室 240; 保留时间: 伯酰胺 2.2min, 丁草胺 7min, 内标物 (苡苡) 5.4min。

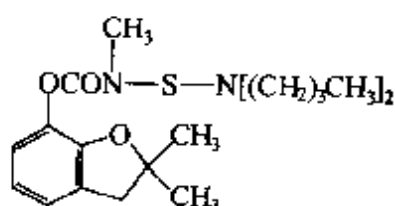
(王以燕)

丁硫克百威 (carbosulfan)

分子式 $C_{20}H_{32}N_2O_3S$

相对分子质量 380.5

结构式



化学名称 2,3-二氢-2,2-二甲基苯并呋喃-7-基-N-二丁基氨基硫基-N-甲基氨基甲酸酯

其他名称 好年冬, Marshall, Adrantage。

物化性质 原药为橘黄色至褐色黏稠液体。沸点 124~128°C, 闪点 95°C (闭杯法), 蒸气压 0.041mPa, 相对密度 1.056~1.083 (20°C)。几乎不溶于水 (溶解度 0.3mg/L, 25°C); 能与大部分有机溶剂互溶, 如二甲苯、正己烷、氯仿、二氯甲烷、丙酮、乙醇、甲醇等。在水溶液中易水解, 在酸性条件下很快水解成克百威, 例如, 在 25°C 纯水中 $DT_{50} < 1h$ (pH4), 22h (pH6), 7.6d (pH7),

14.2d (pH8), >58.3d (pH9)。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇和水为流动相, 使用以 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器, 对试样中的丁硫克百威进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

丁硫克百威标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 254nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 150mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 C_{18} (10 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

进样器: 20 μ L 定量进样阀。

1.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 甲醇 + 水 = 82 + 18 (ϕ);

保留时间: 丁硫克百威约 10min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 丁硫克百威标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 丁硫克百威的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针丁硫克百威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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丁硫克百威峰面积分别进行平均。丁硫克百威的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丁硫克百威峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中丁硫克百威峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中丁硫克百威的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于丁硫克百威原药、乳油、颗粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的丁硫克百威进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮；

丁硫克百威标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.8g 邻苯二甲酸二正丁酯，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m×3mm(id) 玻璃柱，内装 5%OV-101/Chromosorb

W AW-DMCS(180~250 μ m) 的填充物, 在 270℃ 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 (℃): 柱室 190, 气化室 220, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含丁硫克百威约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含丁硫克百威约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

2.5.3 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, 直至相邻两针丁硫克百威相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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丁硫克百威与内标物峰面积之比分别进行平均。丁硫克百威的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丁硫克百威与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中丁硫克百威与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丁硫克百威的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于丁硫克百威原药、乳油、颗粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

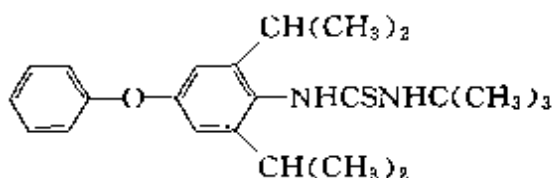
(季 颖)

丁醚脲 (diafenthiuron)

分子式 $C_{23}H_{32}N_2OS$

相对分子质量 384.6

结构式



化学名称 1-叔丁基-3-(2,6-二异丙基-4-苯氧基苯基)硫脲

物化性质 纯品为白色粉末。熔点 $144.6 \sim 147.7^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 $< 2 \times 10^{-3} \text{ mPa}$ (25°C)。溶解度 (25°C , g/L): 水 0.06mg/L, 丙酮 320, 乙醇 43, 甲苯 330, 正己烷 9.6, 正辛醇 26。在空气和水中稳定, 对光稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇+水+冰乙酸为流动相, C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器, 用液相色谱法对试样中的丁醚脲进行分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

二次蒸馏水;

冰乙酸;

丁醚脲标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $150\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内填 Symmetry C_{18} ($5\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $50\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 室温;

流量: $1\text{mL}/\text{min}$;

检测波长: 238nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇+水+冰乙酸=85+15+0.05 (ϕ);

保留时间: 丁醚脌约 5.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取丁醚脌标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含丁醚脌 50mg (精确称至 0.2mg) 的试样, 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解定容, 摇匀。离心, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针丁醚脌相对响应值变化小于 1.0% 后, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

6 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丁醚脌峰面积分别进行平均。丁醚脌的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丁醚脌峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中丁醚脌峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中丁醚脌的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于丁醚脌原药等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

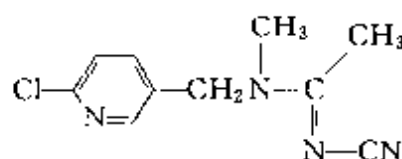
(王以燕)

啉虫脒 (acetamiprid)

分子式 $C_{10}H_{11}ClN_4$

相对分子质量 222.9

结构式



化学名称 (E)-N-[(6-氯-3-吡啶基)甲基]-N'-氰基-N-甲基乙酰胺

其他名称 莫比朗、吡虫清、乙虫脒

物化性质 纯品为白色结晶体。熔点 98.9℃，相对密度 1.33 (20℃)，蒸气压 4.4×10^{-4} Pa (25℃)，分配系数 (25℃) $\log P = 0.8$ 。溶解度 (25℃)：水 4.2g/L，易溶于甲醇、乙酸乙酯、丙酮、二氯甲烷、氯仿、乙腈、四氢呋喃等溶剂。在 pH4、5、7 的缓冲溶液中稳定，在 pH9 和 45℃ 时缓慢降解，对光稳定。pK_a0.7，弱碱性。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用 C₁₈ 不锈钢柱和 270nm 紫外检测器，对试样中的吡虫脒进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇；

乙腈；

二次蒸馏水；

吡虫脒标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 270nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id)，C₁₈ 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.8mL/min；

检测波长：270nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇 + 乙腈 + 水 = 15 + 15 + 70 (ϕ)；

保留时间：啉虫脒约 4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 啉虫脒标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 啉虫脒的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针啉虫脒相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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啉虫脒峰面积分别进行平均。啉虫脒的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中啉虫脒峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中啉虫脒峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中啉虫脒的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于啉虫脒原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

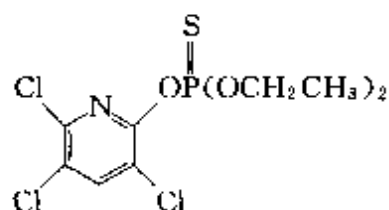
（赵永辉）

毒死蜱 (chlorpyrifos)

分子式 $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$

相对分子质量 350.6

结构式



化学名称 *O,O*-二乙基 *O*-(3,5,6-三氯-2-吡啶基)硫代磷酸酯

其他名称 乐斯本

物化性质 纯品为无色结晶，具有轻微的硫醇气味。熔点 42~43.5℃，蒸气压 2.5mPa (25℃)。溶解度 (25℃)：水 2mg/kg，易溶于一般有机溶剂。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以正二十碳烷为内标物，用 2% OV-17/ Chromosorb W HP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的毒死蜱进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

毒死蜱标样：已知质量分数，≥98%；

内标物：正二十碳烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取正二十碳烷 0.32g 于 100mL 容量瓶中，加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：100cm×3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 2% OV-17/ Chromosorb W HP 填充物，在 270℃老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 180，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：毒死蜱约 9min，正二十碳烷约 6.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取毒死蜱标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶

中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的配制

称取约含毒死蜱 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针毒死蜱相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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毒死蜱与内标物峰面积之比分别进行平均。毒死蜱的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中毒死蜱与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中毒死蜱与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中毒死蜱的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于毒死蜱原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

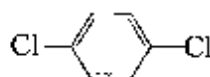
（宗伏霖）

对二氯苯（*p*-dichlorobenzene）

分子式 $C_6H_4Cl_2$

相对分子质量 147.0

结构式



化学名称 1,4-二氯苯

物化性质 纯品为白色结晶，易升华，有刺激性气味。沸点 173.4℃，熔点 53℃，闪点 150°F（闭环），25℃蒸气压 1.0mPa，20℃相对密度 1.455，25℃相对密度 1.4581。溶解度（25℃）：水 80mg/L，能与乙醇、苯、乙醚等大多数有机溶剂互溶。化学性质稳定，无腐蚀性。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以正十六碳烷为内标物，用 5% PEG-20M/Chromosorb W AW-DMCS（180~250 μ m）为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的对二氯苯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

对二氯苯标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：正十六碳烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取正十六碳烷 2.5g，置于 500mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m $\times$ 3.2mm（id）玻璃柱，内装 5% PEG-20M / Chromosorb W AW-DMCS（180~250 μ m）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 150，气化室 220，检测室 220；

气体流量（mL/min）：载气（N₂）60，氢气 50，空气 500；

进样量：1 μ L；

保留时间：对二氯苯约 4~5min，正十六碳烷约 7~8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取对二氯苯标样约 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含对二氯苯 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针对二氯苯相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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对二氯苯与内标物峰面积之比分别进行平均。对二氯苯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中对二氯苯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中对二氯苯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中对二氯苯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于对二氯苯原药及单剂的分析。对二氯苯易升华，在标样溶液和试样溶液制备过程中应予以注意；标样的保存也必须密封良好。

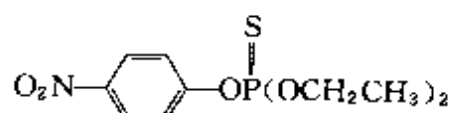
（叶纪明）

对硫磷（parathion）

分子式 $C_{10}H_{14}NO_5PS$

相对分子质量 291.3

结构式



化学名称 O,O-二乙基-O-对硝基苯基硫代磷酸酯

其他名称 一六〇五，E-605，Folidol

物化性质 纯品为淡黄色油状液体。熔点 6.0°C ， 20°C 时蒸气压为 7.6×10^{-2} Pa，沸点 $157 \sim 162^{\circ}\text{C}/80\text{Pa}$ 。 25°C 时水中溶解度为

24mg/L, 能溶于苯、甲苯、乙醇、丙酮等多种有机溶剂, 微溶或不溶于石油醚及矿物油。在中性及酸性介质中较稳定, 在碱性条件下分解; 常温下贮存两年, 有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解, 用邻苯二甲酸二丙烯酯作内标物, 以 2%OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的对硫磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

对硫磷标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丙烯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二丙烯酯 3g, 置于 1000mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1500mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱, 内装 2% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C): 柱室 195, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 20, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 对硫磷 9min, 内标物 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含对硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含对硫磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.3 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,直至相邻两针对硫磷相对响应值变化小于1.5%后,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。

6 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对硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。对硫磷的质量分数 X (%),按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中对硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中对硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中对硫磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

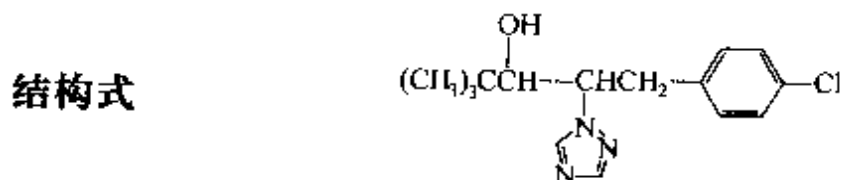
本方法适用于对硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(刘革革)

多效唑 (paclobutrazol)

分子式 $C_{15}H_{20}ClN_3O$

相对分子质量 293.8



化学名称 (2RS,3RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)戊-3-醇

其他名称 PP333, 氯丁唑

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 $165 \sim 166^{\circ}\text{C}$, 相对密度 1.22, 蒸气压 0.001mPa (20°C)。溶解性 (20°C): 水 35mg/L ,

甲醇 150g/L, 丙二醇 50g/L, 丙酮 110g/L, 环己酮 180g/L, 二氯甲烷 100g/L, 己烷 10g/L, 二甲苯 60g/L。K_{ow} 1590。稳定性: 50℃下至少 6 个月内稳定; 紫外光下, pH7, 10d 内不降解; 在 pH4、7、9 下, 对水稳定, 其水溶液在 25℃ 至少稳定 30d, pH7 的水溶液在紫外光下至少稳定 10d; 在通常条件下, 土壤中 DT₅₀ 0.5~1.0a, 在石灰质黏壤土 (pH8.8、有机质含量 14%) 中 DT₅₀ < 42d, 在粗砂壤土 (pH6.8、有机质含量 4%) 中 DT₅₀ > 14d。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样经丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二环己酯为内标物, 用 2% FFAP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的多效唑进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

多效唑标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 邻苯二甲酸二环己酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.0g 邻苯二甲酸二环己酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm × 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2% FFAP/Chromosorb W AW-DMCS (60~80 目) 的填充物。

1.4 操作条件

温度 (℃): 柱室 200, 气化室 220, 检测室 220;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 多效唑约 10min, 邻苯二甲酸二环己酯约 12min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取多效唑标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 多效唑（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针多效唑相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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多效唑与内标物峰面积之比分别进行平均。多效唑的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中多效唑与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中多效唑与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中多效唑的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于多效唑原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 液相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以 NOVA-PAK C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 230nm 紫外检测器，对试样中的多效唑进行高效液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

甲醇：优级纯；

乙腈：色谱纯；

二次蒸馏水；

多效唑标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 230nm 波长的紫外检测器；

色谱数据处理机;

色谱柱: 150mm×4.6mm (id) 不锈钢色谱柱, 内装 NOVA-PAK C₁₈ (5μm) 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

2.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 25μL;

流动相: 甲醇+乙腈+水=46+18+36 (φ);

保留时间: 多效唑约 5.0min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取多效唑标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 多效唑的试样 (精确称至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 再用 0.45μm 孔径滤膜过滤。

2.5.3 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, 直至相邻两针多效唑相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

2.6 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多效唑峰面积分别进行平均。多效唑质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中多效唑峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中多效唑峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中多效唑的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于多效唑原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

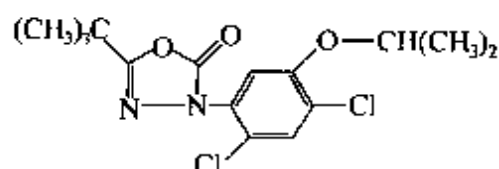
(刘绍仁 段丽芳)

噁草酮 (oxadiazon)

分子式 $C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$

相对分子质量 345.3

结构式



化学名称 5-叔丁基-3-(2,4-二氯-5-异丙氧基苯基)-1,3,4-噁二唑-2(3H)-酮

其他名称 Ronstar, 农思它

物化性质 纯品为无色结晶。熔点约 90°C ，蒸气压 $<0.133\text{mPa}$ (20°C)。 20°C 时溶解度：水 0.7mg/L ，丙酮、苯乙酮、苯甲醚 600g/L ，苯、甲苯、氯仿 1kg/L ，乙醇、甲醇 100g/L 。 K_{ow} 63100。常温下贮存稳定。土壤中 DT_{50} 约 90d。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以茚蒎为内标物，用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的噁草酮进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

噁草酮标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：茚蒎，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W HP ($125\sim 150\mu\text{m}$)；

内标溶液：称取 0.5g 茚蒎，置于 100mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.0m×3mm (id) 玻璃柱，内装 2% OV-101/Chromosorb W HP (125~150μm) 填充物，在 300℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 170，气化室 230，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 350；

进样量：1μL；

保留时间：噁草酮约 11min，内标物约 5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含噁草酮约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含噁草酮约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。必要时离心。

5.3 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，直至相邻两针噁草酮相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噁草酮与内标物峰面积之比分别进行平均。噁草酮的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中噁草酮的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于噁草酮原药、乳油、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

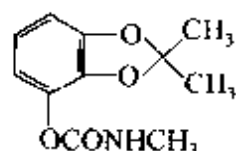
(季 颖)

噁虫威 (bendiocarb)

分子式 $C_{11}H_{13}NO_4$

相对分子质量 223.3

结构式



化学名称 2,3-(亚异丙基二氧)苯基-N-甲基氨基甲酸酯

其他名称 苯恶威、高卫生

物化性质 纯品为白色结晶体, 有令人不愉快气味。熔点 129~130℃, 25℃蒸气压 0.667mPa, 饱和蒸气浓度 66 μ g/m³。溶于极性溶剂, 在非极性溶剂中较难溶解; 25℃溶解度 (g/g): 丙酮 20%, 二氯甲烷 20%, 乙醇 4%, 苯 4%, 水 0.004%。在碱性溶液中水解较快, 在酸性中较慢。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

噁虫威用含有苯乙酮作内标物的一定体积的乙腈溶解, 用乙腈+水作流动相, 在反相色谱柱上用 254nm 紫外检测器进行色谱分析。

2 试剂和溶液

乙腈: HPLC 级;

二次蒸馏水;

内标物: 苯乙酮, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液配制: 称取 1g 内标物, 置于 1000mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

噁虫威标样: 已知质量分数, $\geq 98.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm × 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 Partisil ODS-2；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

进样器：20μL 定量进样阀。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20μL；

流动相：乙腈 + 水 = 40 + 60 (φ)；

保留时间：噁虫威约 4.2min，内标物约 6.3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 噁虫威标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 具塞三角瓶中，准确加入 25mL 内标溶液，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 噁虫威的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 具塞三角瓶中，准确加入 25mL 内标溶液，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针噁虫威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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噁虫威峰面积分别进行平均。噁虫威的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁虫威峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁虫威峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中噁虫威的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于噁虫威原药、可湿性粉剂、粉剂、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

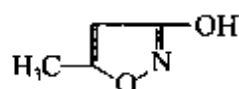
(单烯力)

噁霉灵 (hymexazol)

分子式 $C_4H_5NO_2$

相对分子质量 99.15

结构式



化学名称 3-羟基-5-甲基异噁唑

其他名称 Tachigaren, 土菌消

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 86°C , 25°C 下蒸气压低于 133mPa 。溶解度 (25°C): 水 80g/L , 丙酮、乙醇、甲醇 $>75\text{g/L}$, 乙酸乙酯 425g/L 。 K_{ow} 0.22 (pH 5.8)。酸性, pK_a 5.92。无腐蚀性。对光稳定, 对酸碱稳定。土壤中 DT_{50} 2~25d。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解, 以乙腈+水为流动相, 使用 ODS 不锈钢柱和紫外检测器, 对试样中的噁霉灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈: 色谱纯;

二次蒸馏水;

噁霉灵标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $250\text{mm} \times 4\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内装 ODS ($5\mu\text{m}$) 填

充物；

进样器：25 μ L。

4 操作条件

流动相：乙腈+水=70+30 (φ)；

流速：1.5mL/min；

检测波长：235nm；

进样体积：10 μ L；

柱温：室温；

保留时间：噁霉灵约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 噁霉灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 的容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 噁霉灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针噁霉灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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噁霉灵峰面积分别进行平均。噁霉灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁霉灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁霉灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噁霉灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于噁霉灵原药、水剂、可湿性粉剂等单制剂的分

析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

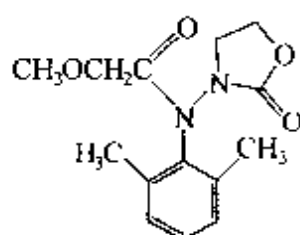
(季 颖)

噁霜灵 (oxadixyl)

分子式 $C_{14}H_{18}N_2O_4$

相对分子质量 278.3

结构式



化学名称 *N*-(2-氧代-1,3-噁唑烷-3-基)-2-甲氧基乙酰基-2',6'-二甲基苯胺

其他名称 杀毒矾

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $104 \sim 105^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 0.0033mPa (20°C)。溶解度 (g/kg, 25°C): 水 3.4, 丙酮 344, 二甲基亚砜 390, 甲醇 112, 乙醇 50。 $K_{ow} 4.5 \sim 6.3$ ($22 \sim 24^{\circ}\text{C}$)。稳定性: $52 \sim 56^{\circ}\text{C}$ 贮存稳定 28d, $68 \sim 72^{\circ}\text{C} \geq 15\text{d}$; 0.5g/L 甲醇溶液对日光十分稳定; 其水溶液在 pH5~9 $< 70^{\circ}\text{C}$ 情况下稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二戊酯作内标物，用内涂 DB-1 的弹性毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的噁霜灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

噁霜灵标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正戊酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二戊酯 5g, 置于 500mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：30m×0.32mm (id) 弹性毛细管柱，内涂 DB-1。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 220，气化室 250，检测室 250；

气体流速（mL/min）：载气（He）1，氢气 30，空气 300；

进样量：1μL；

保留时间：噁霜灵 4.9min，内标物 4.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含噁霜灵约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含噁霜灵约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针噁霜灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噁霜灵与内标物峰面积之比分别进行平均。噁霜灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁霜灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁霜灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噁霜灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于噁唑禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

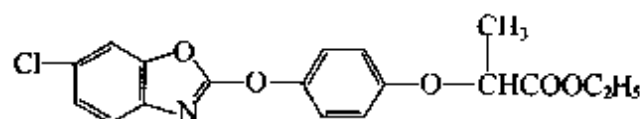
(黄修柱)

噁唑禾草灵 (fenoxaprop-ethyl)

分子式 $C_{18}H_{16}ClNO_5$

相对分子质量 361.8

结构式



化学名称 (RS)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸乙酯

物化性质 纯品为无色固体，熔点 $84 \sim 85^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 19nPa (20°C)。溶解度 (25°C)：水 0.9mg/L ，丙酮 $>500\text{g/kg}$ ，环己烷、乙醇、正辛醇 $>10\text{g/kg}$ ，乙酸乙酯 $>20\text{g/kg}$ ，甲苯 $>300\text{g/kg}$ 。 $K_{ow}13200$ 。稳定性： 50°C 下稳定6个月，对光不敏感，酸、碱介质中分解，土壤中 DT_{50} 为 $1 \sim 10\text{d}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用异辛烷+异丙醇=100+0.1溶解，过滤，以异辛烷+异丙醇+三氟乙酸为流动相，使用硅胶为填充物的不锈钢柱和280nm紫外检测器，对试样中的噁唑禾草灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

异丙醇；

异辛烷；

三氟乙酸；

噁唑禾草灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有280nm紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，硅胶为填充物；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 280nm ；

进样体积： $10\mu\text{L}$ ；

流动相：异辛烷 + 异丙醇 + 三氟乙酸 = $500 + 3 + 1 (\varphi)$ ；

保留时间：噁唑禾草灵 S 体约 15min ，R 体约 16.2min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 噁唑禾草灵标样（精确至 0.2mg ），置于 100mL 容量瓶中，用异辛烷 + 异丙醇 = $100 + 0.1$ 溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 噁唑禾草灵的试样（精确至 0.2mg ），置于 100mL 容量瓶中，用异辛烷 + 异丙醇 = $100 + 0.1$ 溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针噁唑禾草灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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噁唑禾草灵峰面积分别进行平均。噁唑禾草灵的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁唑禾草灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁唑禾草灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噁唑禾草灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于噁唑禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

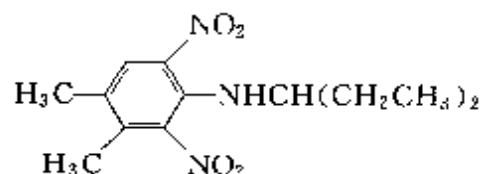
(赵永辉)

二甲戊灵 (pendimethalin)

分子式 $C_{13}H_{19}N_3O_4$

相对分子质量 281.5

结构式



化学名称 N-(1-乙基丙基)-3,4-二甲基-2,6-二硝基苯胺

其他名称 施田补，除草通

物化性质 纯品为橙黄色结晶。熔点 54~58℃，25℃时蒸气压为 40Pa。水中溶解度小于 0.5mg/L，易溶于氯代烃及芳香烃类溶剂中。对酸碱稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经丙酮溶解，用邻苯二甲酸二丙酯作内标物，用 HP-5 石英毛细管色谱柱和 FID 检测器，对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

二甲戊灵标样：已知质量分数，≥98.0%；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 3g 邻苯二甲酸二丙酯，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：HP-5 石英毛细管色谱柱，30m×0.25mm (id)，膜

厚 0.25 μ m。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 210, 气化室 245, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (He) 1.5, 氢气 45, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 二甲戊灵约 4~5min, 内标物约 2~3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含二甲戊灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入丙酮 5mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含二甲戊灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入丙酮 5mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针二甲戊灵相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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二甲戊灵与内标物峰面积之比分别进行平均。二甲戊灵的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中二甲戊灵的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于二甲戊灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

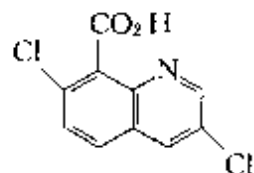
(季 颖)

二氯喹啉酸 (quinclorac)

分子式 $C_{10}H_5Cl_2NO_2$

相对分子质量 242.1

结构式



化学名称 3,7-二氯喹啉-8-羧酸

其他名称 快杀稗

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 274°C ，相对密度 1.75，蒸气压 $<0.01\text{mPa}$ 。溶解度 (20°C , g/kg): 水 0.065mg/kg (pH7); 丙酮 2, 乙醇 2, 乙醚 1, 乙酸乙酯 1; 难溶于甲苯、二氯甲烷、正己烷、正辛醇。在 pH3~9 时, 对热和光稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水+冰乙酸为流动相, 用 ODS-2 为填充物的色谱柱和紫外检测器, 对试样中的二氯喹啉酸进行液相色谱法分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

冰乙酸;

二次蒸馏水;

二氯喹啉酸标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $150\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内填 ODS-2 ($5\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $50\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 室温;

流量: 0.8mL/min;

检测波长: 238nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 甲醇+水+冰乙酸=85+15+0.1 (ϕ);

保留时间: 二氯喹啉酸约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取二氯喹啉酸标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 75mL 甲醇溶解, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。再准确移取此溶液 5mL, 置于 50mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含二氯喹啉酸 50mg (精确称至 0.2mg) 的试样, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 75mL 甲醇溶解, 用甲醇稀释至刻度, 充分摇匀, 过滤待用。再准确移取此溶液 5mL, 置于 50mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针二氯喹啉酸相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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二氯喹啉酸峰面积分别进行平均。二氯喹啉酸的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中二氯喹啉酸峰面积的平均值;

r_2 —— 试样溶液中二氯喹啉酸峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中二氯喹啉酸的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于二氯喹啉酸原药及其单制剂的分析。对不同的复

配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：液相色谱法之二（CIPAC 方法）

紫外检测器 UV-238nm，色谱柱：125mm×4（或 4.6）mm（id）不锈钢柱，内填 Spherisorb ODS-2（3~5μm）；流动相：四氢呋喃+硫酸溶液（0.5mol/L）=36+64（φ），流速：0.8 mL/min，保留时间：二氯喹啉酸约 8min。

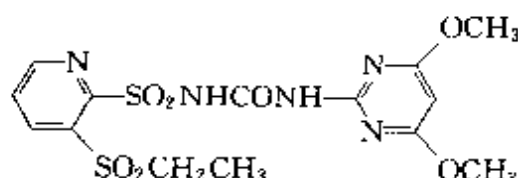
（王以燕）

砒嘧磺隆（rimsulfuron）

分子式 $C_{14}H_{17}N_5O_7S_2$

相对分子质量 431.7

结构式



化学名称 1-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-3-(3-乙基磺酰基-2-吡啶磺酰基)脲

其他名称 DPX-E9636，玉嘧磺隆

物化性质 纯品为白色晶体。相对密度 0.784，熔点 176~178℃，25℃蒸气压为 1.5×10^{-6} Pa。溶解度（25℃）：水小于 10mg/L，pH7 缓冲水 7.3mg/L。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈和水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的砒嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙腈：HPLC 级；

二次蒸馏水；

85%磷酸；

砒嘧磺隆标样：已知质量分数，≥99%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (5μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10μL；

流动相：乙腈+水—40+60 (φ) (用磷酸调节 pH 值为 3.0)；

保留时间：硃噻磺隆 6.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 标样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 硃噻磺隆的试样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针硃噻磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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硃噻磺隆峰面积分别进行平均。硃噻磺隆的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中硃噻磺隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中硃噻磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中硃噻磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于砒嘧磺隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

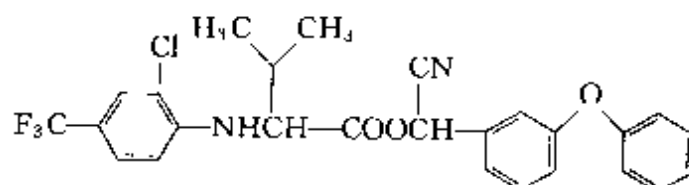
(单炜力 姜宜飞 孙绮丽)

氟胺氟菊酯 (*tau*-fluvalinate)

分子式 $C_{26}H_{22}ClF_3N_2O_3$

相对分子质量 502.9

结构式



化学名称 (RS)- α -氰基-3-苯氧基苄基-N-(2-氯-4-三氟甲基苯基)-D- α -氨基异戊酸酯

其他名称 马扑立克

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $49\sim 50^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 0.730mPa (20°C)，相对密度 $d_4^{25} 1.150$ 、 $d_{25}^{25} 1.153$ 。溶解度 (25°C)：水 0.33mg/L ，环己酮、二甲苯 1kg/kg ，甲醇 337g/kg 。原药为黄褐色固体，熔点 $45\sim 50^{\circ}\text{C}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二癸酯为内标物，用 5% SE-30/Chromosorb W AW- DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的氟胺氟菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

氟胺氟菊酯标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二癸酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二癸酯 10g ，置于 500mL 容量瓶中，加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m×3.2mm (id) 玻璃柱，内装 5% SE-30 /Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 240，气化室 260，检测室 260；

气体流量 (mL/min)：载气 (N₂) 60，氢气 50，空气 500；

进样量：1μL；

保留时间：氟胺氰菊酯约 6~7min，邻苯二甲酸二癸酯约 9~10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟胺氰菊酯标样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含氟胺氰菊酯 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针氟胺氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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氟胺氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氟胺氰菊酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中氟胺氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 —— 试样溶液中氟胺氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氟胺氰菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氟胺氰菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

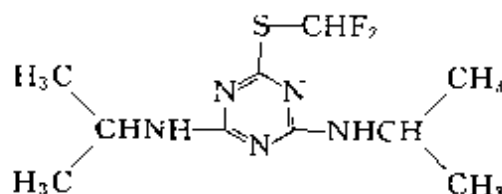
(叶纪明)

氟 草 净

分子式 $C_{10}H_{17}F_2N_5S$

相对分子质量 277.2

结构式



化学名称 2-二氟甲硫基-4,6-双(异丙基氨基)-1,3,5-三嗪

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $56\sim 57^{\circ}\text{C}$ 。易溶于多数有机溶剂, 难溶于水。原药纯度 90%、85%, 外观为浅黄色或棕色固体。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇和水为流动相, 使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的氟草净进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

新蒸二次蒸馏水;

氟草净标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $25\text{cm} \times 4.0\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内装 ODS 填充物 ($10\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：甲醇+水=80+20（ φ ）；

保留时间：氟草净约 15min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟草净标样 50mg（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氟草净 50mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氟草净相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟草净峰面积分别进行平均。氟草净的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟草净峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟草净峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟草净的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟草净原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

（单炜力 姜宜飞）

氟虫脲 (flufenoxuron)

分子式 $C_{21}H_{11}ClF_6N_2O_3$

相对分子质量 488.1

结构式



化学名称 1-[4-(2-氯-4-三氟甲基苯氧基)-2-氟苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲

其他名称 卡死克

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $169\sim 172^{\circ}\text{C}$ (分解), 蒸气压 $4.55\times 10^{-9}\text{ Pa}$ (20°C)。溶解度 (15°C): 水 $70\mu\text{g/L}$ (pH 7)、 $4\mu\text{g/L}$ (20°C), 丙酮 74g/L 、 82g/L (25°C), 二甲苯 6g/L (20°C), 二氯甲烷 24g/L (25°C), 己烷 0.023g/L (20°C)。 K_{ow} 12600 (pH 7)。稳定性: $\leq 190^{\circ}\text{C}$ 稳定; 自然日光下, 在水中 DT_{50} 11d; 模拟日光下, 玻璃板上的薄膜稳定 $> 100\text{h}$; 对水解 (20°C) DT_{50} 206d (pH 5), 267d (pH 7), 36.7d (pH 9), 2.7d (pH 12)。原药纯度 $98\%\sim 100\%$, 为无色固体。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用 1,4-二氧六环溶解, 以乙腈+水+异丙醇为流动相、紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的氟虫脲进行分离和测定。

2 试剂

1,4-二氧六环;

乙腈;

异丙醇;

新蒸二次蒸馏水;

氟虫脲标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱：25cm×4.0mm (id) 不锈钢柱，内填 ODS (5μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：25℃；

流速：1.2mL/min；

检测波长：250nm；

进样体积：10μL；

流动相：乙腈+水+异丙醇=60+35+5(φ)；

保留时间：氟虫脲约 16min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氟虫脲标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用 1,4-二氧六环溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氟虫脲的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用 1,4-二氧六环溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氟虫脲相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟虫脲峰面积分别进行平均。氟虫脲的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟虫脲峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟虫脲峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟虫脲的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟虫脲原药及其单制剂的分析。对不同的复配制

剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

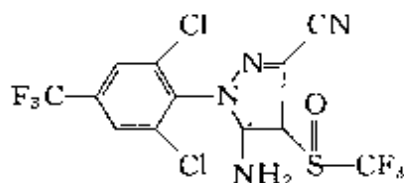
(王国联)

氟虫腈 (fipronil)

分子式 $C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$

相对分子质量 437.0

结构式



化学名称 (RS)-5-氨基-1-(2,6-二氯-4-三氟甲基苯基)-4-三氟甲基亚磺酰基吡啶-3-腈

其他名称 锐劲特、Regent

物化性质 原药为白色粉末, 具有霉的气味。熔点 $195.5 \sim 203^{\circ}\text{C}$ 。
25 $^{\circ}\text{C}$ 溶解度: 水 0.2g/L, 丙酮 550g/L, 二氯甲烷 22.3g/L, 玉米油 1000g/L。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解, 过滤, 以乙腈+水+甲醇为流动相, 使用 C_{18} 不锈钢柱和 220nm 紫外检测器, 对试样中的氟虫腈进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙腈;

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

磷酸;

氟虫腈标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 220nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 C_{18} 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm ;

进样器：20 μ L 定量进样阀。

4 操作条件

柱温：40 $^{\circ}$ C；

流速：1.5mL/min；

检测波长：220nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：乙腈 + 甲醇 + 0.05% H_3PO_4 水溶液 = 33 + 25 + 55 (φ)；

保留时间：氟虫腈约 10.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氟虫腈标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氟虫腈的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氟虫腈相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟虫腈峰面积分别进行平均。氟虫腈的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟虫腈峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟虫腈峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟虫腈的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟虫腈原药、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的

复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

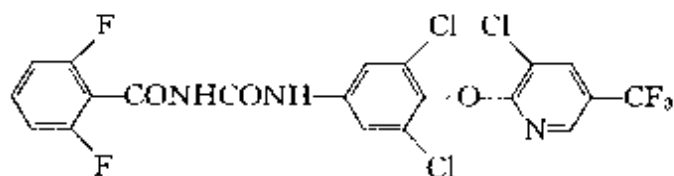
(单埽力)

氟啶脲 (chlorfluazuron)

分子式 $C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$

相对分子质量 540.9

结构式



化学名称 1-[3,5-二氯-4-(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶氧基)苯基]-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲

其他名称 定虫隆，抑太保，Atabron，Jupiter

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 228°C (分解)，蒸气压 $< 10\text{mPa}$ (20°C)。溶解度 (20°C)：水 $< 0.01\text{mg/L}$ ，丙酮 55g/L ，环己酮 110g/L ，二氯甲烷 22g/L ，己烷 $< 10\text{mg/L}$ ，甲醇、二甲苯 2.5g/L ，正辛醇 1g/L ，异丙醇 7g/L ，甲苯 6.5g/L 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，过滤，以异丙醇+正己烷为流动相，使用以 ZORBAX-SIL 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的氟啶脲进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯；

异丙醇；

正己烷；

氟啶脲标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $250\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内装 ZORBAX-SIL 填充物 ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 254nm ；

进样体积： $25\mu\text{L}$ ；

流动相：异丙醇+正己烷= $1.4+98.6(\varphi)$ ；

保留时间：氟啶脲约 18.4min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟啶脲标样 50mg （精确至 0.2mg ），置于 50mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氟啶脲的待测试样（精确至 0.2mg ），置于 50mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容至刻度，摇匀，再用 $0.45\mu\text{m}$ 孔径滤膜过滤。

5.3 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，直至相邻两针氟啶脲响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟啶脲峰面积分别进行平均。氟啶脲质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟啶脲峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟啶脲峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量， g ；

m_2 ——试样的质量， g ；

p ——标样中氟啶脲的质量分数， $\%$ 。

7 方法适用范围

本方法适用于氟啶脲原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复

配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

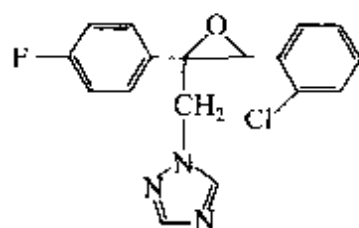
(刘绍仁 段丽芳)

氟环唑 (epoxiconazole)

分子式 $C_{17}H_{13}ClFN_3O$

相对分子质量 329.8

结构式



化学名称 (2*RS*,3*SR*)-1-[3-(2-氯苯基)-2,3-氧桥-2-(4-氟苯基)丙基]-1*H*-1,2,4-三唑

物化性质 纯品为无色结晶。熔点为 136.2℃，蒸气压 < 0.01mPa (20℃)。溶解度 (g/L): 水 6.63 (20℃, mg/kg), 丙酮 144, 二氯甲烷 291, 庚烷 0.4。在 pH 5~7 条件下, 12 天不会发生水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+甲醇+水为流动相，用 C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器，对试样中的氟环唑进行反相液相色谱法分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

乙腈: HPLC 级;

二次蒸馏水;

氟环唑标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器 UV-205nm;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C_{18} (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

定量进样阀: 25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：205nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：乙腈+甲醇+水=30+30+40(φ)；

保留时间：氟环唑约 6.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含氟环唑 50mg（精确称至 0.2mg）的标样，置于 50mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，充分摇匀。移取该溶液 5mL，置于另一个 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并定容。

5.2 试样溶液的制备

称取含约氟环唑 50mg（精确称至 0.2mg）的试样，置于 50mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，充分摇匀。移取该溶液 5mL，置于另一个 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并定容。

5.3 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，直至相邻两针氟环唑相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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氟环唑峰面积分别进行平均。氟环唑的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟环唑峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟环唑峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟环唑的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟环唑原药及其单制剂的分析, 对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

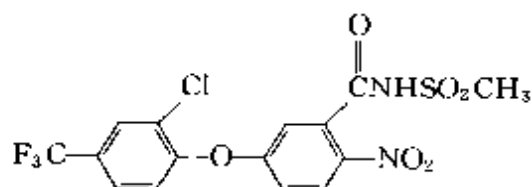
(王以燕)

氟磺胺草醚 (fomesafen)

分子式 $C_{15}H_{10}ClF_3N_2O_6S$

相对分子质量 438.9

结构式



化学名称 2-氯-4-三氟甲基苯基-3'-甲磺酰基氨基甲酰基-4'-硝基苯基醚

其他名称 虎威, 北斗星, 氟磺草

物化性质 纯品为白色结晶固体, 熔点 $220 \sim 221^{\circ}\text{C}$, 相对密度 1.28 (20°C), 蒸气压 $< 0.1\text{mPa}$ (约 50°C)。溶解度 (20°C): 水中约 50mg/L 、 $< 1\text{mg/L}$ ($\text{pH}1$), 丙酮 300g/L , 环己酮 150mg/L , 二氯甲烷 10g/L , 己烷 500mg/L , 二甲苯 1.9g/L 。 K_{ow} 794 ($\text{pH}1$)。呈酸性, pK_a 约 2.7 (20°C)。能生成水溶性盐。稳定性: 50°C 下稳定 6 个月以上, 光照下不稳定, 在酸性或碱性条件下不易水解。在灌水土壤中, $\text{DT}_{50} \leq 3$ 周, 在实验室好气土壤中, DT_{50} 6~12 个月。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇+水+乙酸溶液为流动相, 使用 ODS 不锈钢柱和 230nm 紫外检测器, 对试样中的氟磺胺草醚进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇;

水: 二次蒸馏;

乙酸;

氟磺胺草醚标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 230nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id)，C₁₈ 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：230nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：甲醇+水+乙酸=60+40+0.5 (ϕ)；

保留时间：氟磺胺草醚约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氟磺胺草醚标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氟磺胺草醚的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，必要时离心，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氟磺胺草醚相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟磺胺草醚峰面积分别进行平均。氟磺胺草醚的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟磺胺草醚峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟磺胺草醚峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氟磺胺草醚的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氟磺胺草醚原药、水剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

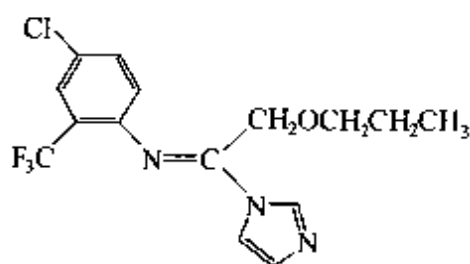
(赵永辉)

氟菌唑 (triflumizole)

分子式 $C_{15}H_{15}ClF_3N_3O$

相对分子质量 345.9

结构式



化学名称 (E)-4-氯- α,α,α -三氟-N-(1-咪唑-1-基-2-正丙氧亚乙基)

邻甲苯胺

其他名称 特富灵

物化性质 纯品为白色无嗅晶体。熔点 63.5°C , 相对密度 1.40, 25°C 时的蒸气压 0.0014mPa 。溶解度 (20°C): 水 12.5g/L , 氯仿 2.22kg/L , 丙酮 1.44kg/L , 二甲苯 0.64kg/L , 己烷 17.6g/L , 甲醇 496g/L 。常温贮存稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二正辛酯为内标物, 用 DEGS 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的氟菌唑进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

氟菌唑标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：DEGS；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 7g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物，在 240 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 200，气化室 230，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 40，氢气 40，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：氟菌唑约 7min，邻苯二甲酸二正辛酯约 4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟菌唑标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氟菌唑 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针氟菌唑相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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氟菌唑与内标物峰面积之比分别进行平均。氟菌唑的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中氟菌唑与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟菌唑与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氟菌唑的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氟菌唑原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

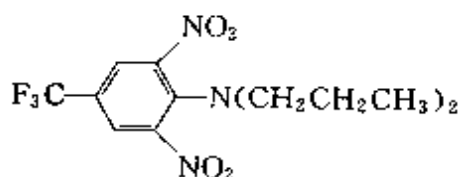
(单炜力 姜宜飞)

氟乐灵 (trifluralin)

分子式 $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$

相对分子质量 335.3

结构式



化学名称 N,N-二正丙基-4-三氟甲基-2,6-二硝基苯胺

其他名称 特福力, 氟特力, 氟利克

物化性质 纯品为橘黄色结晶。熔点 $48.5 \sim 49^\circ\text{C}$ (原药 $43 \sim 47.5^\circ\text{C}$), 沸点 $96 \sim 97^\circ\text{C}/24\text{Pa}$, 蒸气压 (25°C) $6.1 \times 10^{-3}\text{Pa}$, 相对密度 1.36 (22°C)。溶解度 (g/L, 25°C): 水 1.84×10^{-4} (pH5), 2.21×10^{-4} (pH7), 1.89×10^{-4} (pH9); 丙酮、氯仿、乙腈、甲苯、乙酸乙酯 > 1000 ; 甲醇 33~40; 己烷 50~67。稳定性: 52°C 热贮下稳定, pH3、pH6、pH9 (52°C) 稳定, 紫外光下分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以反式茛为内标物, 用 10% DC-550 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的氟乐灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

氟乐灵标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$;

内标物：反式芪，不含干扰分析的杂质；

固定液：DC-550；

载体：101 白色担体（150~180 μ m）；

内标溶液：称取 0.46g 反式芪，置于 100mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 10%DC-550/101 白色担体（150~180 μ m）填充物。

4 操作条件

温度（ $^{\circ}$ C）：柱室 185，气化室 230，检测室 230；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：氟乐灵约 11min，反式芪约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含氟乐灵约 100mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氟乐灵约 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针氟乐灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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氟乐灵与内标物峰面积之比分别进行平均。氟乐灵的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟乐灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟乐灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟乐灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟乐灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

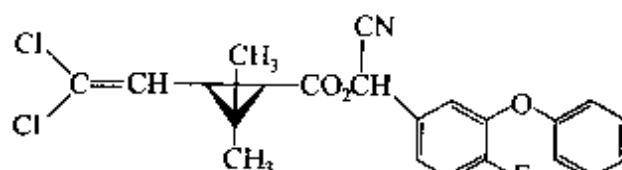
(季 颖)

氟氯氰菊酯 (cyfluthrin)

分子式 $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

相对分子质量 434.3

结构式



化学名称 (RS)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1RS, 3RS; 1RS, 3SR)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 百树得，百治菊酯，百树菊酯

物化性质 纯品为黏稠的、部分结晶的琥珀色油状物。熔点 60°C (工业品)，相对密度 $1.27\sim 1.28$ 。溶解度 (20°C)：异构体 I：水 $2.5\mu\text{g/L}$ (pH 3)、 $2.2\mu\text{g/L}$ (pH 7)，二氯甲烷、甲苯 $>200\text{g/L}$ ，正己烷 $10\sim 20\text{g/L}$ ，异丙醇 $20\sim 50\text{g/L}$ ；异构体 II：水 $2.1\mu\text{g/L}$ (pH 3)、 $1.9\mu\text{g/L}$ (pH 7)，二氯甲烷、甲苯 $>200\text{g/L}$ ，正己烷 $10\sim 20\text{g/L}$ ，异丙醇 $5\sim 1100\text{mg/L}$ ；异构体 III：水 $3.2\mu\text{g/L}$ (pH 3)、 $2.2\mu\text{g/L}$ (pH 7)，二氯甲烷、甲苯 $>200\text{g/L}$ ，正己烷、异丙醇 $10\sim 20\text{g/L}$ ；异构体 IV：水 $4.3\mu\text{g/L}$ (pH 3)、 $2.9\mu\text{g/L}$ (pH 7)，二氯甲烷 $>200\text{g/L}$ ，甲苯 $100\sim 200\text{g/L}$ ，正己烷 $1\sim 2\text{g/L}$ ，异丙醇 $2\sim 5\text{g/L}$ 。稳定性：室温稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二苯酯为内标物，用 2%OV-

101 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的氟氯氰菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

氟氯氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.89g 邻苯二甲酸二苯酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2% OV-101/Chromosorb W HP (125~150 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$): 柱室 240, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 氟氯氰菊酯约 10.4min, 内标物约 2.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟氯氰菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 氟氯氰菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针氟氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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氟氯氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氟氯氰菊酯的质量分数 X

(%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟氯氰菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氟氯氰菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

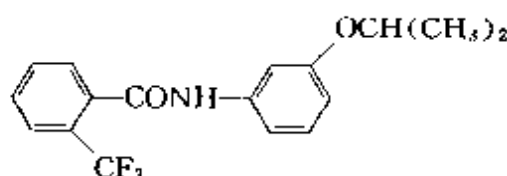
(刘绍仁 段丽芳 单炜力)

氟酰胺 (flutolanil)

分子式 $C_{17}H_{16}F_3NO_2$

相对分子质量 323.3

结构式



化学名称 N-(3-异丙氧基苯基)-2-三氟甲基苯甲酰胺

其他名称 望佳多, Moncut

物化性质 纯品为无色晶体，熔点 104~105℃，蒸气压 6.5×10^{-3} mPa/25℃，相对密度 1.32 (20℃)。溶解度 (g/L, 20℃)：水 6.53mg/L，丙酮 1439，甲醇 1832，乙醇 374，氯仿 674，苯 135，甲苯 29。在酸和碱的介质下 (pH 3~11) 稳定，对热和光稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯为内标物，5%XE-60/Chromosorb P 的玻璃柱和 FID 检测器，用气相色谱法对试样中的氟酰胺进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

氟酰胺：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸（2-乙基）己酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯 5g，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m × 3mm (id) 玻璃柱，内装 5% XE-60/Chromosorb P (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 215，气化室 240，检测室 240；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）46，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：氟酰胺约 9.8min，内标 7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氟酰胺标样 70mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 6mL，补加 5mL 三氯甲烷溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氟酰胺约 70mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 6mL，补加 5mL 三氯甲烷溶解，摇匀。

5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入数针标样溶液，直至相邻两针氟酰胺相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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氟酰胺与内标物峰面积之比分别进行平均。氟酰胺的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟酰胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟酰胺与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氟酰胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氟酰胺原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 也可采用二十二碳烷作内标物。

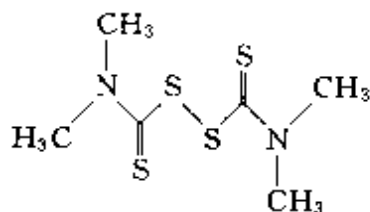
(王以燕)

福美双 (thiram)

分子式 $C_6H_{12}N_2S_4$

相对分子质量 342.4

结构式



化学名称 四甲基秋兰姆二硫化物

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 140°C (分解), 蒸气压 $<50 \times 10^{-3} \text{ mPa}$ (25°C), 相对密度 d_4^{20} 为 1.29。溶解度 (25°C): 水 $3.6 \mu\text{g/L}$ (20°C), 丙酮 18 g/L , 氯仿 94 g/L , 乙醇 4 g/L , 二甲基甲酰胺 53 g/L 。遇酸易分解。

● 常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相和紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的福美双进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

福美双标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (10μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水=60+40(φ)；

保留时间：福美双 7.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 福美双标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 福美双的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针福美双相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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福美双峰面积分别进行平均。福美双的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中福美双峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中福美双峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中福美双的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于福美双原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(孙绮丽)

福美锌 (ziram)

分子式 $C_6H_{12}N_2S_4Zn$

相对分子质量 305.9

结构式 $[(CH_3)_2NCS_2]_2Zn$

化学名称 二甲基二硫代氨基甲酸锌

其他名称 Milbam, Zerlate, Fuklasin。

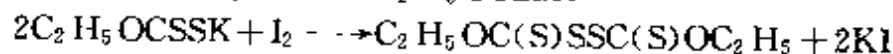
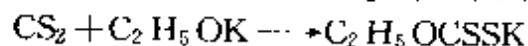
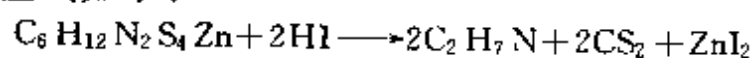
物化性质 白色无嗅固体粉末。熔点 $246^{\circ}C$ ，相对密度 2.0。在室温下水中的溶解度为 65mg/L，微溶于乙醚和乙醇，可溶于氯仿、二硫化碳和氨水。遇酸分解，在空气中暴露也能很快分解失效。

常用分析方法 碘量法

1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-冰乙酸溶液中分解，生成二硫化碳、乙胺盐及干扰分析的硫化氢气体。先用乙酸铅溶液吸收硫化氢，继之以氢氧化钾-乙醇溶液吸收二硫化碳，并生成乙基黄原酸钾。二硫化碳吸收液用乙酸中和后立即以碘标准溶液滴定。

反应式如下：



2 试剂和溶液

乙醇；

冰乙酸溶液：30% (V/V)；

氢氧化钾乙醇溶液：110g/L，使用前配制；

氢碘酸冰乙酸溶液：1份（约含）57%氢碘酸溶液与9份冰乙酸 (V/V) 相混合，使用前配制；

乙酸铅溶液：100g/L；

碘标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601 配制和

标定；

淀粉指示液：10g/L，按 GB 603 中 4.5.20 条配制；

酚酞指示液：10g/L，按 GB 603 中 4.5.22 条配制。

3 仪器（见图 1-1，第 61 页）

4 测定步骤

称取约含福美锌 0.2g 的试样（精确至 0.2mg），置于干净的圆底烧瓶中，第一吸收管加 50mL 乙酸铅溶液，保持温度 70~80℃，第二吸收管加 50mL 氢氧化钾-乙醇溶液，连接分解吸收装置，检查装置的密封性。打开冷却水，开启抽气源，控制抽气速度，以每秒 2~4 个气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加入 50mL 氢碘酸-冰乙酸溶液，摇匀。同时立即快速加热，小心控制防止反应液冲出，保持微沸 50min。拆开装置，停止加热，取下第二吸收管，将内容物用 200mL 水洗入 500mL 锥形瓶中，以酚酞指示液检查吸收管，洗至管内无内残物。用乙酸溶液中和至酚酞退色，再过量 3~4 滴，立即用碘标准滴定溶液滴定，同时不断摇动，近终点时加 5mL 淀粉指示液，继续滴定至溶液呈浅灰紫色。同时做空白测定。

5 计算

试样中福美锌的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.1529 \times 100}{m}$$

式中 V_1 ——滴定试样消耗碘标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定空白消耗碘标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试样的质量，g；

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

0.1529——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1\text{mol/L} \right]$ 相当的，以 g 表示的福美锌质量。

6 方法适用范围

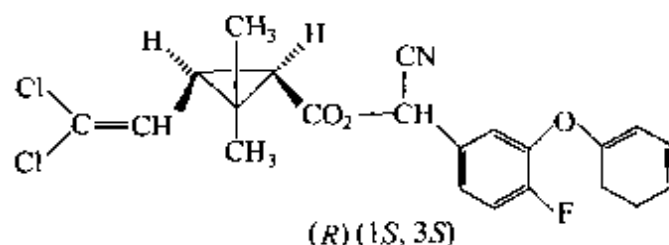
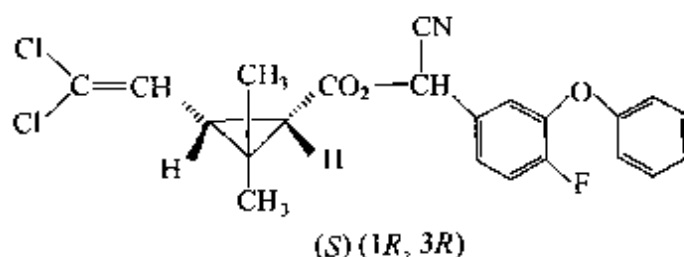
本方法适用于福美锌原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来满足分析的需要。

（刘绍仁 段丽芳）

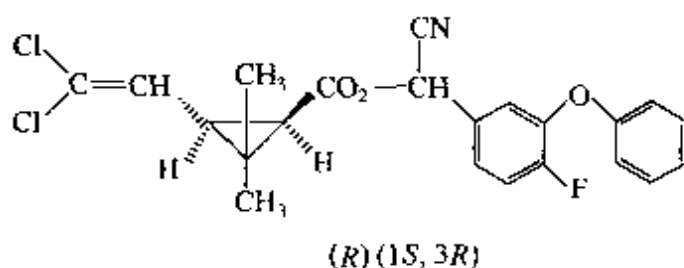
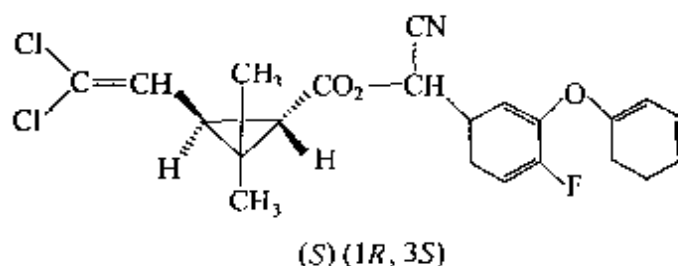
高效氯氟氰菊酯 (*beta*-cyfluthrin)

分子式 $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

相对分子质量 434.3



结构式



化学名称 本品含两个对映体对的混合物，其比例约 1 : 2。即 (*S*)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1*R*, 3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1*S*, 3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯与(*S*)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1*R*, 3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1*S*, 3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 保得

物化性质 对映体对Ⅱ (*S* 1*R*-顺-+*R* 1*S*-顺-) 的熔点 81℃, 蒸气压 10mPa (20℃)。溶解度 (20℃): 水 0.002mg/L, 二氯甲烷、甲苯 >200g/L, 己烷 1~2g/L, 异丙醇 2~5g/L。在酸性介质中稳定, 在碱性 (pH>7.5) 介质不稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 氟氯氰菊酯含量的测定

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二苯酯为内标物, 用 2%OV-101 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的氟氯氰菊酯进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

氟氯氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.89g 邻苯二甲酸二苯酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2%OV-101/Chromosorb W HP (125~150 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 (℃): 柱室 240, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 氟氯氰菊酯约 10.4min, 内标物约 2.4min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取氟氯氰菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 氟氯氰菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解,

摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针氟氯氰菊酯相对响应值变化小于1.5%后，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。

1.6 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氟氯氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氟氯氰菊酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氟氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氟氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氟氯氰菊酯的质量分数，%。

2 高效氟氯氰菊酯含量的测定

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以 OV-101 为固定液的石英毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的高效氟氯氰菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂

乙酸乙酯；

高效氟氯氰菊酯标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID) 和毛细管装置；

色谱数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：25m $\times$ 0.25mm (id) 石英毛细管柱，内涂 OV-101 固定液，膜厚 0.2 μ m。

2.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 150，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (He) 1.5，尾吹气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取高效氟氯氰菊酯标样 10mg，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 10mg 高效氟氯氰菊酯的试样，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入标样溶液，然后注入试样溶液，根据标样溶液的主峰保留时间确定样品溶液中高效氟氯氰菊酯的保留时间。

2.6 计算

高效氟氯氰菊酯的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot X}{A_1 + A_2}$$

式中 A_1 ——试样溶液中高效氟氯氰菊酯的峰面积；

A_2 ——试样溶液中高效氟氯氰菊酯的其他异构体峰面积之和；

X ——试样中氟氯氰菊酯的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于高效氟氯氰菊酯原药、乳油等单制剂的分析，对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

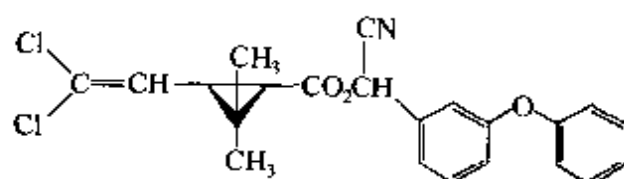
(刘绍仁 段丽芳 单炜力)

高效氟氯氰菊酯 (*beta*-cypermethrin)

分子式 $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量 416.3

结构式



化学名称 两对外消旋体混合物，其顺反比约 2 : 3。即 (S)- α -氟

基-3-苯氧基苄基(1*R*,3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*S*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯;(*S*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*R*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*S*,3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

物化性质 纯品为白色至浅黄色无嗅结晶。熔点 63~65℃, 蒸气压 $\leq 1.8 \times 10^{-4}$ mPa (20℃)。溶解度 (20℃, mg/L): 水 51.5 (μ g/L, pH 7, 5℃); 二氯甲烷 3878, 丙酮 2102, 乙酸乙酯 1427, 二甲苯 349.8, 石油醚 13.1, 异丙醇 11.5。在碱性条件下发生差相异构, 强碱性介质中水解。在弱酸及中性条件下稳定, 对空气和光稳定, 热稳定性好。

常用分析方法 液相色谱法

1 液相色谱外标法

1.1 方法提要

试样用正己烷溶解, 以正己烷+无水乙醚为流动相、硅胶色谱柱和紫外 230nm 检测器, 使用正相液相色谱外标法, 对试样中的高效氯氰菊酯进行分离和测定。

1.2 试剂

正己烷: HPLC 级;

无水乙醚: HPLC 级;

高效氯氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 150mm $\times$ 3.9mm (id) 不锈钢柱, 硅胶 Nova-Pak SiO₂ (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

定量进样阀: 20 μ L。

1.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1mL/min;

检测波长: 230nm;

流动相：正己烷+无水乙醚=98+2(φ)；

进样量：5 μ L；

保留时间：高效氯氰菊酯的低效顺式 [(*R*)- α , (1*R*)-顺式 + (*S*)- α , (1*S*)-顺式] 5.2min, 高效氯氰菊酯
高效顺式 [(*S*)- α , (1*R*)-顺式 + (*R*)- α , (1*S*)-顺式] 5.9min, 高效氯氰菊酯
低效反式 [(*R*)- α , (1*R*)-反式 + (*S*)- α , (1*S*)-顺式] 6.7min, 高效氯氰菊酯
高效反式 [(*S*)- α , (1*R*)-反式 + (*S*)- α , (1*S*)-顺式] 7.5min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取高效氯氰菊酯标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氯氰菊酯 50mg (精确称至 0.2mg) 的试样, 置于 50mL 容量瓶中, 加入正己烷溶解并定容, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针高效氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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高效氯氰菊酯峰面积分别进行平均。高效氯氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——试样溶液中高效氯氰菊酯 (高效顺式+高效反式) 峰面积的平均值;

r_2 ——标样溶液中高效氯氰菊酯 (高效顺式+高效反式) 峰面积的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

p ——标样中高效氯氰菊酯的质量分数, %。

2 液相色谱内标法 (仲裁法)

2.1 方法提要

试样用正己烷溶解, 以正己烷+乙酸乙酯为流动相、硅胶色谱柱和紫外 278nm 检测器, 使用正相液相色谱内标法, 对试样中的高效氯氰菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂和溶液

正己烷: 色谱级;

乙酸乙酯: 色谱级;

内标物: 苯甲酸甲酯, 不含有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取苯甲酸甲酯 3.8g, 置于 1L 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

高效氯氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有紫外波长检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 200mm $\times$ 3.9mm (id) 不锈钢柱, 硅胶 Hypersil SiO₂ (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

定量进样阀: 5 μ L。

2.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1mL/min;

检测波长: 278nm;

流动相: 正己烷+乙酸乙酯=99+1(φ);

进样量: 5 μ L;

保留时间: 内标 4.5min; 高效氯氰菊酯中的

低效顺式 [(*R*)- α , (1*R*)-顺式 + (*S*)- α , (1*S*)-顺式] 7.8min,

高效顺式 [(*S*)- α , (1*R*)-顺式 + (*R*)- α , (1*S*)-顺式] 9.2min,

低效反式 [(*R*)- α , (1*R*)-反式 + (*S*)- α , (1*S*)-反式] 10.3min,

高效反式 [(S)- α , (1R)-反式 + (S)- α , (1S)-反式] 11.3min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取高效氯氰菊酯标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 15mL 具塞玻璃瓶中, 准确加入内标溶液 10mL 溶解, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氯氰菊酯 50mg (精确称至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞玻璃瓶中, 准确加入内标溶液 10mL 溶解, 摇匀。

2.5.3 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, 直至相邻两针高效氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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高效氯氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。高效氯氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中高效氯氰菊酯 (高效顺式 + 高效反式) 与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中高效氯氰菊酯 (高效顺式 + 高效反式) 与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中高效氯氰菊酯的质量分数, %。

3 方法适用范围

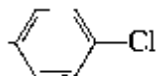
本方法适用于高效氯氰菊酯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(王以燕)

禾草丹 (thiobencarb)

分子式 $C_{12}H_{16}ClNOS$

相对分子质量 257.8

结构式 $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NCOSCH}_2$ 

化学名称 *N,N*-二乙基硫代氨基甲酸-*S*-4-氯苄酯

其他名称 B3015, INC-3950

物化性质 纯品为淡黄色液体。沸点 126~129℃/1.07Pa, 熔点 3.3℃, 闪点 172℃, 相对密度 d^{20}_4 1.16, 蒸气压 0.295mPa (23℃)。20℃时在水中溶解度为 27.5mg/L (pH 6~7), 易溶于二甲苯、醇类、丙酮等的有机溶剂。对酸、碱稳定, 对光较稳定。制剂为淡黄色或黄色液体, 相对密度 1.12~1.14, 闪点 365℃。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物, 用 2%OV-101/Gas Chromosorb W AW-DMCS (150~180μm) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的禾草丹进行分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

禾草丹标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 邻苯二甲酸二异丁酯, 不含有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.36g 内标物, 置于 500mL 容量瓶内, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m×3mm (id) 玻璃柱, 内装 2%OV-101/Chromosorb W AW-DMCS (150~180μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 190, 气化室 220, 检测室 220;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 禾草丹 10~12min, 内标物 6~8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含禾草丹约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 15mL, 超声波振荡 20min。

5.2 试样溶液的制备

称取含禾草丹约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 15mL, 超声波振荡 20min。

5.3 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, 直到相邻两针禾草丹相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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禾草丹与内标物峰面积之比分别进行平均。禾草丹的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中禾草丹与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中禾草丹与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中禾草丹的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于禾草丹原药、颗粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

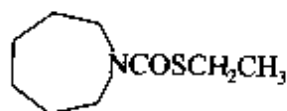
(简 秋)

禾草敌 (molinate)

分子式 $C_9H_{17}NOS$

相对分子质量 187.3

结构式



化学名称 *N,N*-六亚甲基硫代氨基甲酸-S-乙酯

其他名称 禾大壮、禾田净

物化性质 纯品为透明液体，有芳香气味。沸点 202℃/1.33kPa，闪点 100℃，蒸气压 746mPa (25℃)，相对密度 1.063。溶解度：水 990mg/kg (pH5)，900 (pH9)；可溶于大多数有机溶剂，如：丙酮、乙醇、甲醇、苯、醚、二甲苯等。在酸和碱介质下 (pH5~9) 水解相对稳定，但可溶解低密度塑料；在室温下至少 2 年和在 120℃ 下 1 个月稳定。对光不稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以十六碳烷作内标物，10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的禾草敌进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

禾草敌标样：已知质量分数，≥99.0%；

内标物：十六碳烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取十六碳烷 3.5g，置于 200mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m × 2mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 145，气化室 210，检测室 210；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：禾草敌约 6min，内标物约 3.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取禾草敌标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含禾草敌约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针禾草敌相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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禾草敌与内标物峰面积之比分别进行平均。禾草敌的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中禾草敌与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中禾草敌与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中禾草敌的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于禾草敌原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

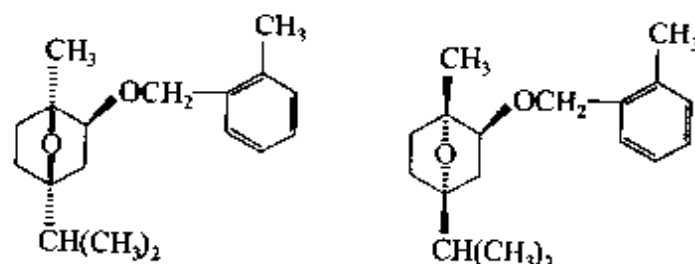
(王以燕)

环庚草醚 (cinmethylin)

分子式 $C_{18}H_{28}O_{22}$

相对分子质量 274.4

结构式



化学名称 (1RS, 2SR, 4SR)-1,4-桥氧-对-苧-2-基 2-甲基苄基醚

其他名称 艾割

物化性质 深琥珀色液体。沸点 313℃, 蒸气压 10mPa (20℃), 相对密度 d_4^{20} 1.014g/cm³。溶解度 (29℃): 水 63mg/L, 易溶于有机溶剂。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二异戊酯为内标物, 用 2% FFAP/ Sumikasob HP 为填充物的色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的环庚草醚进行分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯;

环庚草醚标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二异戊酯, 不含有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二异戊酯 1.2 g, 置于 100mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 100cm × 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱, 内装 2% FFAP/ Sumikasob HP 填充物, 在 270℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 200, 气化室 240, 检测室 240;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 环庚草醚约 5min, 邻苯二甲酸二异戊酯约 9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取环庚草醚标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含环庚草醚 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于

15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针环庚草醚相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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环庚草醚峰面积分别进行平均。环庚草醚的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中环庚草醚与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中环庚草醚与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中环庚草醚的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于环庚草醚原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

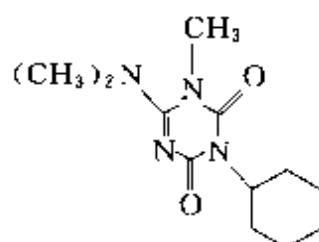
(宗伏霖)

环嗪酮 (hexazinone)

分子式 $C_{12}H_{20}N_4O_2$

相对分子质量 252.3

结构式



化学名称 3-环己基-6-二甲基氨基-1-甲基-1,3,5-三嗪-2,4(1H,3H)-二酮

其他名称 DPX A3674

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $115\sim 117^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 0.03mPa (25°C)。溶解度 (g/kg , 25°C): 水 33, 氯仿 3880, 甲醇 2650, 苯 940, 丙酮 792, 甲苯 386, 正己烷 3, 二甲基甲酰胺 836。在 37°C 下 $\text{pH}5\sim 7$ 水溶液里稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相、Zorbax RX- C_8 为填充物的色谱柱和紫外检测器，用反相液相色谱法对试样中的环嗪酮进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈：HPLC 级；

二次蒸馏水；

酸化乙腈：用 10% 磷酸溶液配制 3mL/L 乙腈；

85% 磷酸；

50% 磷酸水溶液；

10% 磷酸水溶液；

内标物：苯酰替苯胺，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取苯酰替苯胺 9g，置于 1000mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀；

样品配制溶液：乙腈+水 = $50+50(\varphi)$ ；

环嗪酮标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器 UV-254nm ；

色谱数据处理机；

色谱柱： $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内填 Zorbax RX- C_8 ($5\mu\text{m}$)，或 Zorbax SB- C_8 ；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

定量进样阀： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温： 40°C ；

流速： 1.5mL/min ；

检测波长： 254nm ，参考波长： 350nm ；

进样体积： $5\mu\text{L}$ ；

流动相：乙腈+水（用磷酸调 pH3）=50+50（φ）；

保留时间：环嗪酮约 2.8min，内标约 4.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含环嗪酮 80mg（精确称至 0.2mg）的标样，置于 150mL 具塞瓶中，准确加入 10mL 内标溶液和 90mL 样品配制溶液溶解，超声振荡 10min，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含环嗪酮 80mg（精确称至 0.2mg）的试样，置于 150mL 具塞瓶中，准确加入 10mL 内标溶液和 90mL 样品配制溶液溶解，超声振荡 10min，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针环嗪酮相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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环嗪酮与内标物峰面积之比分别进行平均。环嗪酮的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中环嗪酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中环嗪酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中环嗪酮的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于环嗪酮原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：此方法是 CIPAC J 手册中的方法。

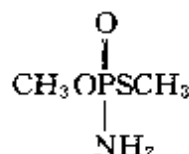
（王以燕）

甲胺磷 (methamidophos)

分子式 $C_2H_8NO_2PS$

相对分子质量 141.1

结构式



化学名称 O-甲基-S-甲基硫代磷酰胺

物化性质 纯品为无色固体。熔点 $44.5^{\circ}C$ ，相对密度 1.27 (20°)，折射率 n_D^{40} 1.5092， $30^{\circ}C$ 蒸气压为 40mPa。溶解度 ($20^{\circ}C$)：水 $>2kg/L$ ，苯、二甲苯 $<100g/L$ ，氯仿、二氯甲烷、乙醚 20~25g/L。原药对软钢和含铜合金有轻微腐蚀性，不能与碱性农药混用。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用水溶解，过滤，以水+乙腈为流动相，使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的甲胺磷进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

新蒸二次蒸馏水；

乙腈：HPLC 级；

甲胺磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 C_{18} ($5\mu m$) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu m$ ；

微量进样器：25 μL 。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.5mL/min；

检测波长：210nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：水+乙腈=94+6(φ)；

保留时间：甲胺磷约 3.7min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取甲胺磷标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含甲胺磷 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 的容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针甲胺磷相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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甲胺磷峰面积分别进行平均。甲胺磷的质量分数 X_1 （%），按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲胺磷峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲胺磷峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲胺磷的质量分数，%。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇和三氯甲烷混合溶剂溶解，以磷酸三丁酯为内标物，用 DEGS 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的甲胺磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

甲醇；

三氯甲烷；

甲胺磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：磷酸三丁酯，不含干扰分析的杂质；

混合溶剂：甲醇+三氯甲烷=50+50(ϕ)；

固定液：DEGS；

载体：Chromosorb W HP (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 2.5g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用混合溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% DEGS/Chromosorb W HP (180~250 μ m) 填充物，在 220 $^{\circ}$ C 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 145，气化室 180，检测室 180；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：甲胺磷约 7.5min，磷酸三丁酯约 5.1min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取甲胺磷标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 混合溶剂稀释，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含甲胺磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 混合溶剂稀释，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针甲胺磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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甲胺磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲胺磷的质量分数 X_2 (%)，按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲胺磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲胺磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲胺磷的质量分数，%。

3 方法适用范围

以上两种方法适用于甲胺磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

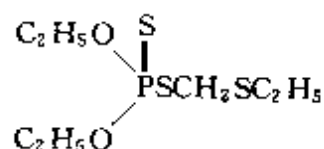
(单炜力 姜宜飞)

甲拌磷 (phorate)

分子式 $C_7H_{17}O_2PS_3$

相对分子质量 260.4

结构式



化学名称 O,O-二乙基-S-乙硫基甲基二硫代磷酸酯

物化性质 纯品为清澈流动的液体。熔点低于 $-15^{\circ}C$ ，蒸气压 $0.11Pa$ ($20^{\circ}C$)。溶解度 ($25^{\circ}C$)：水 $0.33mg/L$ ，环己酮、二甲苯 $1kg/kg$ ，甲醇 $337g/kg$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一 (HG 2464.1—1993)

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以林丹为内标物，用 12% DC-550/Chromosorb W AW-DMCS ($180 \sim 250\mu m$) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的甲拌磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮；

甲拌磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：林丹，不含干扰分析的杂质；

固定液：DC-550；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取林丹 6g，置于 500mL 容量瓶中，加丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2.0m $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 12% DC-550/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 180，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 60，氢气 50，空气 500；

进样量：1 μ L；

保留时间：甲拌磷约 6min，林丹约 8min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取甲拌磷标样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含甲拌磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针甲拌磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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甲拌磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲拌磷的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲拌磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲拌磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中甲拌磷的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于甲拌磷原药、乳油、颗粒剂等各种单剂的分析, 不适用对其复配制剂(如: 种衣剂等)的分析; 对颗粒剂分析, 试样应在超声波振荡器中萃取 5min 后, 离心, 取上清液进行分析。对其复配制剂的分析方法, 视产品组成情况, 可适当改变色谱条件来达到分析要求。

2 方法二

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以正十六碳烷为内标物, 用 5%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的甲拌磷进行分离和测定。

2.2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

甲拌磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 正十六碳烷, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取正十六碳烷 2g, 置于 500mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪: 带有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1.5m $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 5%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C): 柱室 185, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 60, 氢气 50, 空气 500;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 甲拌磷约 7~8min, 正十六碳烷约 5~6min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取甲拌磷标样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 溶解, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含甲拌磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 溶解, 摇匀。

2.5.3 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, 直至相邻两针甲拌磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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甲拌磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲拌磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中甲拌磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中甲拌磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中甲拌磷的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用范围同方法一。本方法的优点是: 内标物、固定液易得; 气化室、检测室温度要求低于方法一, 有利于产品的分析。

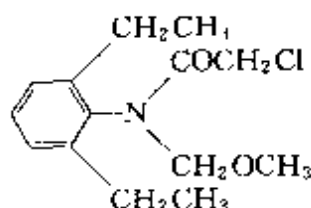
(叶纪明)

甲草胺 (alachlor)

分子式 $C_{14}H_{20}ClNO_2$

相对分子质量 269.8

结构式



化学名称 *N*-(2,6-二乙基苯基)-*N*-甲氧甲基氯乙酰胺

其他名称 拉索、Lasso

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 40 ~ 41.5℃, 沸点 100℃/0.0026kPa, 相对密度 1.1330 (25℃), 蒸气压 (25℃): 2.0mPa。溶解度: 水中 170.31mg/L (pH7, 20℃), 溶于乙醚、丙酮、苯、氯仿、乙醇、乙酸乙酯, 微溶于庚烷。在 105℃下分解。在强酸或碱性介质中易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二戊酯为内标物, 用 5% SE-30 为填充物的不锈钢柱和 FID 检测器, 对试样中的甲草胺进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

甲草胺标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 邻苯二甲酸二戊酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二戊酯 3.2g, 置于 200mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m × 3mm (id), 内装 5% SE-30 /Chromosorb W-HP (180~250μm) 的填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 200, 气化室 220, 检测室 220;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 33, 空气 320;

进样量: 1μL;

保留时间: 甲草胺约 4.5min, 内标物 9.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含甲草胺约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 10mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含甲草胺约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 10mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针甲草胺相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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甲草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。甲草胺的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲草胺与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中甲草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——试样中甲草胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲草胺原药及其单制剂的分析, 对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 气相色谱法之二

1. FID 检测器, 色谱柱: 1.8m × 2mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SP-2250/Supelcoport (125~150 μ m); 温度 (°C): 柱室 230, 气化室 250, 检测室 260; 气体流速 (mL/min): 载气 (He) 35; 保留时间: 甲草胺约 5.5min, 内标物 (邻苯二甲酸二戊酯) 11.2min。

2. 还可采用 OV-17 柱, 内标也可选用邻苯二甲酸二丁酯或十八碳烷。

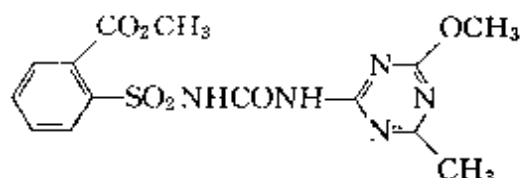
(王以燕)

甲磺隆 (metsulfuron-methyl)

分子式 $C_{14}H_{15}N_5O_6S$

相对分子质量 381.7

结构式



化学名称 3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苯基磺酰基)脲

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 158°C ，蒸气压 $3.3 \times 10^{-7} \text{ mPa}$ (25°C)。溶解度：水 550mg/L (pH5)，2.79g/L (pH7)，213g/L (pH9)；(20°C) 丙酮 36g/L，二氯甲烷 121g/L，乙醇 2.3g/L，甲醇 7.3g/L，二甲苯 580mg/L。稳定性：在空气中约 140°C 以下稳定；在酸性溶液中水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以极性溶剂为流动相，使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的甲磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

冰乙酸；

二次蒸馏水；

甲磺隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器：25 μL 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇+水+冰乙酸=60+40+0.4(φ);

保留时间: 甲磺隆 4.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 甲磺隆标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 甲磺隆的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针甲磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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甲磺隆峰面积分别进行平均。甲磺隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲磺隆峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中甲磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中甲磺隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲磺隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

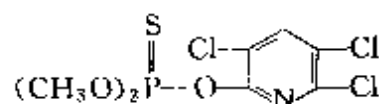
(孙绮丽)

甲基毒死蜱 (chlorpyrifos-methyl)

分子式 $C_7H_7Cl_3NO_3PS$

相对分子质量 322.5

结构式



化学名称 *O,O*-二甲基-*O*-(3,5,6-三氯-2-吡啶基)硫代磷酸酯

其他名称 Dowco 214

物化性质 纯品为无色结晶，有轻微的硫醇气味。熔点 $45.5 \sim 46.5^\circ\text{C}$ ，蒸气压 5.6mPa (25°C)。溶解度 (24°C)：水 4mg/kg ，丙酮 6.4kg/kg ，苯 5.2kg/kg ，氯仿 3.5kg/kg ，己烷 230g/kg 。在中性介质中相对稳定，在 $\text{pH}4 \sim 6$ 、 $\text{pH}8 \sim 10$ 有水解现象。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以毒死蜱为内标物，用 2% OV-101/Chromosorb W HP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的甲基毒死蜱进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

甲基毒死蜱标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：毒死蜱，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.9g 内标物，置于 100mL 容量瓶中，加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱： $1.0\text{m} \times 3\text{mm}$ (id) 玻璃柱，内装 2% OV-101/Chromosorb W HP 填充物，在 270°C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^\circ\text{C}$)：柱室 180，气化室 220，检测室 220°C ；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 50，空气 500；

进样量： $1\mu\text{L}$ ；

保留时间：甲基毒死蜱约 4.6min ，毒死蜱约 6.2min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲基毒死蜱标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含甲基毒死蜱 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针甲基毒死蜱相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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甲基毒死蜱峰面积分别进行平均。甲基毒死蜱的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基毒死蜱与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中甲基毒死蜱与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中甲基毒死蜱的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲基毒死蜱原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

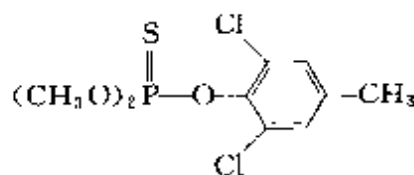
(宗伏霖)

甲基立枯磷 (tolclofos-methyl)

分子式 $C_9H_{11}Cl_2O_3PS$

相对分子质量 301.1

结构式



化学名称 O,O-二甲基-O-2,6-二氯-4-甲基苯基硫代磷酸酯

其他名称 立枯灭、S-3349

物化性质 纯品为无色结晶，无嗅。熔点 $78\sim 80^{\circ}\text{C}$ ，相对密度 d^{20}_{40} 1.55，蒸气压 90.5mPa (20°C)。几乎不溶于水，易溶于多种有机溶剂。溶解度 (25°C)：丙酮 50%，乙醇 0.3%，环己烷 36.0%，正己烷 3.8%，三氯甲烷 49%，二甲苯 36%。对光、热、潮湿均较稳定。原药为无色至浅棕色固体，贮存稳定性良好， 5°C 下贮存 10 个月无分解现象。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以茚蒎为内标物，用 10% SE-30/Gas Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的甲基立枯磷进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

甲基立枯磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：茚蒎，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.36g 内标物，置于 500mL 容量瓶内，加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 190，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μL ；

保留时间：甲基立枯磷 3~5min，内标物 6~8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含甲基立枯磷约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波振荡 20min。

5.2 试样溶液的制备

称取含甲基立枯磷约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波振荡 20min。

5.3 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，直至相邻两针甲基立枯磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲基立枯磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲基立枯磷的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基立枯磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲基立枯磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲基立枯磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲基立枯磷原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

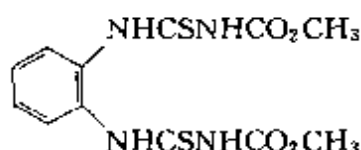
（简 秋）

甲基硫菌灵 (thiophanate-methyl)

分子式 $C_{12}H_{14}N_4O_4S_2$

相对分子质量 342.4

结构式



化学名称 4,4'-(邻亚苯基)双(3-硫代脲基甲酸甲酯)

其他名称 甲基托布津

物化性质 纯品为白色晶体。熔点前分解，熔点 172℃ (分解)；蒸气压 0.0095mPa。溶解度 (20℃)：水 26.6mg/L (25℃)，丙酮 58g/L，氯仿 26g/L，甲醇 29g/L。稳定性：对酸、碱稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的甲基硫菌灵进行分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

甲基硫菌灵标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (10μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：269nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水=70+30(φ)；

保留时间：甲基硫菌灵 6.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 甲基硫菌灵标样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容

量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 甲基硫菌灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针甲基硫菌灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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甲基硫菌灵峰面积分别进行平均。甲基硫菌灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基硫菌灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲基硫菌灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲基硫菌灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲基硫菌灵原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

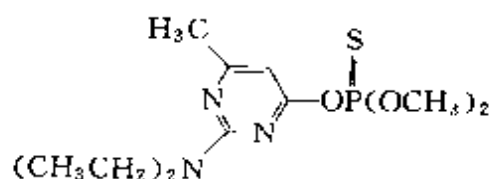
（孙绮丽）

甲基嘧啶磷（pirimiphos-methyl）

分子式 $C_{11}H_{20}N_3O_3PS$

相对分子质量 333.4

结构式



化学名称 O,O-二甲基-O-(2-二乙胺基-6-甲基嘧啶-4-基)硫代磷酸酯

其他名称 PP511

物化性质 纯品为稻草色液体。相对密度 1.157, 折射率 n_D^{25} 1.527, 蒸气压 13mPa (30℃)。溶解度 (30℃): 水约 5mg/L, 在大多数有机溶剂中互溶或易溶。在强酸和碱性介质中水解。对黄铜、不锈钢、尼龙、聚乙烯和铝无腐蚀、对矽钢片和软钢有轻微腐蚀。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以正十八烷为内标物, 用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的甲基嘧啶磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

甲基嘧啶磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 正十八烷, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (125~150 μ m);

内标溶液: 称取 5g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (125~150 μ m) 填充物, 在 250℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 185, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1.0 μ L;

保留时间: 甲基嘧啶磷约 9.5min, 正十八烷约 5.1min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲基嘧啶磷标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 三氯甲烷稀释,

摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含甲基嘧啶磷 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针甲基嘧啶磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲基嘧啶磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲基嘧啶磷的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基嘧啶磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲基嘧啶磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲基嘧啶磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲基嘧啶磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

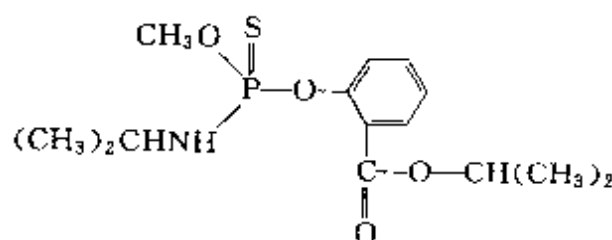
（单炜力 姜宜飞）

甲基异柳磷 (isofenphos-methyl)

分子式 $C_{14}H_{22}NO_4PS$

相对分子质量 331.3

结构式



化学名称 O-甲基-O-[(2-异丙氧羰基)苯基]-N-异丙基硫代磷酰胺

其他名称 甲基异柳磷胺

物化性质 纯品为淡黄色油状液体。折射率 1.5221。易溶于苯、甲苯、二甲苯和乙醚等有机溶剂，难溶于水。常温下贮存较稳定，遇强酸和碱易分解，光和热也能加速其分解。原油为棕色油状液体。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以癸二酸二正丁酯为内标物，用 OV-3 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的甲基异柳磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

甲基异柳磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：癸二酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-3；

载体：101 硅烷化白色担体（ $180\sim 250\mu\text{m}$ ）；

内标溶液：称取 5g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 5%OV-3/101 硅烷化白色担体（ $180\sim 250\mu\text{m}$ ）填充物，在 260℃老化 24h。

1.4 操作条件

温度（℃）：柱室 210，气化室 270，检测室 270；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μL ；

保留时间：甲基异柳磷约 6.9min，癸二酸二正丁酯约 9.7min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取甲基异柳磷标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三

角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯稀释，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含甲基异柳磷 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯稀释，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针甲基异柳磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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甲基异柳磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲基异柳磷的质量分数 X_1 （%），按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基异柳磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲基异柳磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲基异柳磷的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于甲基异柳磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 方法二

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的甲基异柳磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

甲基异柳磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-17；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m)；

内标溶液：称取 7g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 3% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物，在 250 $^{\circ}$ C 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 210，气化室 240，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：甲基异柳磷约 4.7min，邻苯二甲酸二正丁酯约 3.0min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取甲基异柳磷标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯稀释，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含甲基异柳磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯稀释，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针甲基异柳磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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甲基异柳磷与内标物峰面积之比分别进行平均。甲基异柳磷的质量分数 X_2

(%)，按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲基异柳磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲基异柳磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲基异柳磷的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用范围同方法一。它是在方法一的基础上，通过改变色谱柱的极性得到的，其分离效果也可以满足分析的需要。

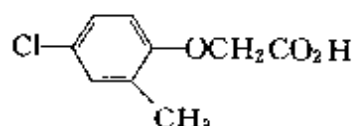
(单沛力 姜宜飞)

2 甲 4 氯 (MCPA)

分子式 $C_9H_9ClO_3$

相对分子质量 200.6

结构式



化学名称 2-甲基-4-氯苯氧基乙酸

物化性质 纯品为无色、无嗅晶体。熔点 118~119℃。水中溶解度 (20℃) 8.25mg/L。易吸潮，但不降解。本品具有良好的贮存稳定性。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+0.1mol/L 乙酸为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的 2 甲 4 氯进行分离和测定。

2 试剂

甲醇：HPLC 级；

乙酸；

2 甲 4 氯标样：已知质量分数，≥98%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm × 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 Spherisorb C₈ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 50μL。

4 操作条件

柱温: 30℃;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 280nm;

进样体积: 15μL;

流动相: 甲醇+0.1mol/L 乙酸=60+40(φ);

保留时间: 2 甲 4 氯 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 2 甲 4 氯标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 2 甲 4 氯的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针 2 甲 4 氯相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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 2 甲 4 氯峰面积分别进行平均。2 甲 4 氯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 2 甲 4 氯峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中 2 甲 4 氯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中 2 甲 4 氯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于 2 甲 4 氯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 2 甲 4 氯钠盐的分析也可参照此法进行。

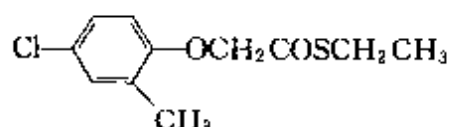
(李国平)

2 甲 4 氯乙硫酯 (MCPA-thioethyl)

分子式 $C_{11}H_{13}ClO_2S$

相对分子质量 244.7

结构式



化学名称 S-乙基 4-氯-2-甲基苯氧基硫代乙酸酯

其他名称 酚硫杀、芳米大、Herbit、phenothiol (JMAF)

物化性质 纯品为白色结晶体。熔点 $41 \sim 42^\circ\text{C}$, 沸点 $165^\circ\text{C}/930\text{Pa}$, 蒸气压 21mPa (20°C)。溶解度 (g/L, 20°C): 水 2.3 (mg/L, 25°C); 丙酮 >1000 , 二甲苯 >1000 , 苯 >1000 , 氯仿 >1000 , 乙醇 330, 己烷 290, 甲醇 130。在酸性介质中稳定, 在碱性介质中相对不稳定; 在 200°C 稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二丁酯为内标物, 使用 OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 的色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的 2 甲 4 氯乙硫酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

2 甲 4 氯乙硫酯: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二丁酯 1.25g, 置于 100mL 容量

瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m×3mm（id）玻璃或不锈钢柱，内装 OV-17/
Chromosorb W AW-DMCS（180~250μm）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 180，气化室 220，检测室 220；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）35，氢气 30，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：2 甲 4 氯乙硫酯约 6min，内标物 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 2 甲 4 氯乙硫酯标样 50mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 2mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.1 试样溶液的制备

称取含 2 甲 4 氯乙硫酯试样约 50mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 2mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针 2 甲 4 氯乙硫酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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 2 甲 4 氯乙硫酯与内标物峰面积之比分别进行平均。2 甲 4 氯乙硫酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 2 甲 4 氯乙硫酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中 2 甲 4 氯乙硫酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中 2 甲 4 氯乙硫酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于 2 甲 4 氯乙硫酯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

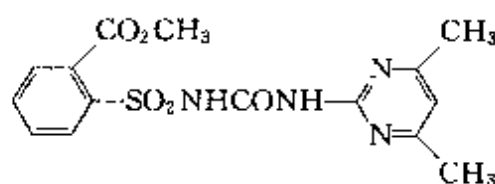
(王以燕)

甲噁磺隆 (sulfometuron-methyl)

分子式 $C_{15}H_{16}N_4O_5S$

相对分子质量 364.4

结构式



化学名称 3-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苯基磺酰基)脲

其他名称 DPX 5648

物化性质 纯品为无色固体。熔点为 $203 \sim 205^{\circ}\text{C}$, 蒸气压 $7.3 \times 10^{-11} \text{ mPa}$ (25°C)。溶解度 (g/kg, 25°C): 水 244 (mg/L, pH=7); 丙酮 3.3, 乙腈 1.8, 乙酸乙酯 0.65, 乙醚 0.06, 甲醇 0.55, 二氯甲烷 15, 己烷 <0.001 , 甲苯 0.24, 辛醇 0.14, 二甲基亚砜 32。悬浮剂在 pH5~7 条件下稳定, 不会发生水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解, 以乙腈+水 (用磷酸调 pH 3) 为流动相, ODS 为填充物的色谱柱和紫外检测器, 用反相液相色谱法对试样中的甲噁磺隆进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈: HPLC 级;

二次蒸馏水;

85%磷酸;

内标物：苯酰替苯胺，不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取苯酰替苯胺 5g，置于 500mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀；

甲嘧磺隆标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器 UV-234nm；

色谱数据处理机；

色谱柱：150mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 YMC ODS-AQ (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

定量进样阀：25 μ L。

4 操作条件

柱温：40℃；

流速：1.5mL/min；

检测波长：234nm，参考波长：350nm；

进样体积：5 μ L；

流动相：乙腈+水（用磷酸调 pH 3）=40+60(ϕ)；

保留时间：甲嘧磺隆约 4.7min，内标物 6.9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含甲嘧磺隆 75mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 150mL 具塞瓶中，准确加入内标溶液 10mL 和乙腈 90mL，超声震荡 15min，使其溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含甲嘧磺隆 75mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 150mL 具塞瓶中，准确加入内标溶液 10mL 和乙腈 90mL，超声震荡 15min，使其溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针甲嘧磺隆相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲嘧磺隆

与内标物峰面积之比分别进行平均。甲嘧磺隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲嘧磺隆与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中甲嘧磺隆与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中甲嘧磺隆的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲嘧磺隆原药及其单制剂的分析, 对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 1. 此方法是 CIPAC J 手册中的方法。

2. 其酸为 sulfometuron

分子式 $C_{14}H_{14}N_4O_5S$

相对分子质量 350.3

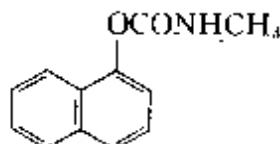
(王以燕)

甲萘威 (carbaryl)

分子式 $C_{12}H_{11}NO_2$

相对分子质量 201.2

结构式



化学名称 1-萘基甲基氨基甲酸酯

其他名称 西维因, 胺甲萘

物化性质 纯品为无色至浅棕褐色结晶体。熔点 142°C , 25°C 蒸气压 $<5.3\text{mPa}$, 相对密度 $0.52 \sim 0.61$ 。溶解度 (30°C): 水 40mg/L , 25°C 二甲基甲酰胺、二甲基亚砜 $400 \sim 450\text{g/kg}$ 。对光和 $<70^{\circ}\text{C}$ 稳定, 在 $\text{pH} > 9$ 时快速分解为 1-萘酚。可与强碱性农药配伍。原药纯度 $\geq 99\%$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的甲萘威进行分离和测定。

2 试剂

甲醇；

新蒸二次蒸馏水；

甲萘威标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：15cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：甲醇+水=50+50(ϕ)；

保留时间：甲萘威约 5.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 甲萘威标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 甲萘威的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针甲萘威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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甲萘威峰

面积分别进行平均。甲萘威的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲萘威峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中甲萘威峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中甲萘威的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲萘威原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

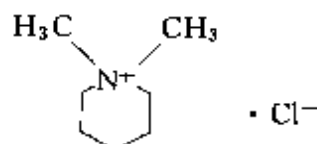
(王国联)

甲哌鎗 (mepiquat chloride)

分子式 $C_7H_{16}ClN$

相对分子质量 149.7

结构式



化学名称 1,1-二甲基哌啶氯化铵

其他名称 助壮素、缩节胺、调节啉、壮棉素

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 223°C (285°C 分解), 蒸气压 $< 0.01\text{mPa}$ (20°C)。溶解度 (20°C , g/kg): 水 1000, 乙醇 162, 三氯甲烷 10.5, 丙酮、苯、乙酸乙酯、环己烷均 < 1 。稳定性: 本品吸水, 对热稳定, 在空气中分解, 起氧化还原反应, 腐蚀金属容器。

常用分析方法 离子对高效液相色谱法

1 方法提要

试样用水溶解, 以水 (3.5mmol/L 草酸 + 2.5mmol/L 乙二胺) + 丙酮为流动相、Zorbax SCX 为填充物的色谱柱和电导检测器, 用离子对高效液相色谱法对试样中的甲哌鎗进行分离和

测定。

2 试剂和溶液

丙酮：HPLC 纯；

草酸溶液：3.5mmol/L；

乙二胺溶液：2.5mmol/L；

甲哌鎓标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (id)，不锈钢柱，内填 Zorbax SCX (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：50 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.8mL/min；

电导检测器；

背景电导：400 μ S；

进样体积：20 μ L；

流动相：水(3.5mmol/L 草酸+2.5mmol/L 乙二胺)+丙酮=85+15(φ)；

保留时间：甲哌鎓约 8~9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲哌鎓标样 150mg (精确称至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含甲哌鎓 150mg (精确称至 0.2mg) 的试样，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标准溶液，直至相邻两针甲哌鎓相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲哌酯峰面积分别进行平均。甲哌酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中甲哌酯峰面积的平均值;

r_2 —— 试样溶液中甲哌酯峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中甲哌酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于甲哌酯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 1. 新柱使用前需先用异丙醇 100mL 冲洗, 再用 2.5mmol/L HNO_3 100mL 冲洗, 最后用流动相平衡柱子。

2. 本方法是 CAPAC J 手册中的方法。

3. 甲哌酯原药及 *N*-甲基哌啶相加酸含量测定方法——非水滴定法。

试样用水溶解, 甲哌酯和甲基哌啶盐酸盐与四苯硼钠生成络合物沉淀, 干燥至恒重, 用二甲基甲酰胺溶解沉淀中的甲基哌啶盐酸盐, 用四丁基氢氧化铵进行非水滴定, 测定四基哌啶盐酸盐的含量, 计算甲哌酯的含量。

4. 甲哌酯水剂含量测定方法——纸层析-银量电位滴定法

用电位滴定法测定试样总氯含量, 并用纸层析法分别在碱性和中性展开剂中将含氯的各组分分离, 再用银量电位滴定法测定各组分含氯的百分比, 从而计算出试样中各组成分的含量。

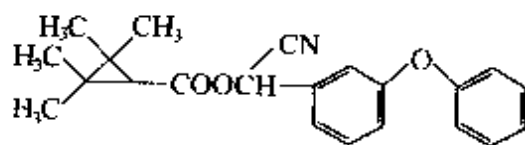
(王以燕)

甲氰菊酯 (fenpropathrin)

分子式 $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{NO}_3$

相对分子质量 349.4

结构式



化学名称 (RS)- α -氰基-3-苯氧苄基 2,2,3,3-四甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 灭扫利

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 49~50℃, 蒸气压 0.730mPa (20℃), 相对密度 1.150。溶解度 (25℃): 水 0.33mg/L, 环己酮、二甲苯 1kg/kg, 甲醇 337g/kg。原药为黄褐色固体, 熔点45~50℃。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以磷酸三苯酯为内标物, 用 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的甲氰菊酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

甲氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 磷酸三苯酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取磷酸三苯酯 8g, 置于 500mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 带有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1.5m $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 5% SE-30 /Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 230, 气化室 250, 检测室 250;

气体流量 (mL/min): 载气 (N₂) 60, 氢气 50, 空气 500;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 甲氰菊酯约 7~8min, 磷酸三苯酯约 5~6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲氰菊酯标样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含甲氰菊酯 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三

角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针甲氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。甲氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲氰菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲氰菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

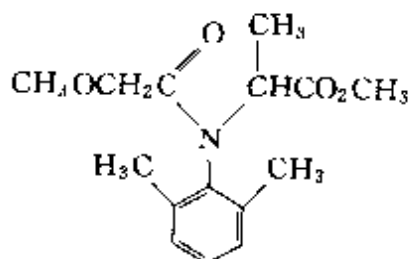
(叶纪明)

甲霜灵 (metalaxyl)

分子式 $C_{15}H_{21}NO_4$

相对分子质量 279.4

结构式



化学名称 N-(2-甲氧基乙酰基)-N-(2,6-二甲基苯基)-DL- α -氨基丙酸甲酯

其他名称 雷多米尔

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $71.8\sim 72.3^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 0.293mPa (20°C)，相对密度 1.21 (20°C)。溶解度 (20°C , g/L): 水 7.1 ，二氯甲烷 550 ，甲醇 650 ，辛醇 130 ，丙醇 270 。在 300°C 以下稳定，水解 (20°C) DT_{50} (计算值) $> 200\text{d}$ (pH 1)， 115d (pH 9)， 12d (pH 10)。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 5% 环己烷二甲醇聚酯为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的甲霜灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

甲霜灵标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1.6g 邻苯二甲酸二正丁酯，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱： $1100\text{mm}\times 3.2\text{mm}$ (id) 玻璃柱，内装 5% 环己烷二甲醇聚酯/Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 205 ，气化室 250 ，检测室 250 ；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 40 ，氢气 35 ，空气 400 ；

进样量： $1\mu\text{L}$ ；

保留时间：甲霜灵约 7min ，邻苯二甲酸二正丁酯约 5min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲霜灵标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL ，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 甲霜灵 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL

三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针甲霜灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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甲霜灵与内标物峰面积之比分别进行平均。甲霜灵的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中甲霜灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 —— 试样溶液中甲霜灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中甲霜灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲霜灵原药、单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

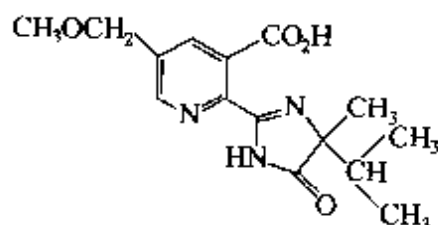
(刘绍仁 段丽芳)

甲氧咪草烟 (imazamox)

分子式 $C_{15}H_{19}N_3O_4$

相对分子质量 305.3

结构式



化学名称 2-(4-异丙基-4-甲基-5-氧代-2-咪唑啉-2-基)-5-(甲氧基甲基)烟酸

其他名称 金豆

物化性质 纯品为白色粉末状无嗅固体。相对密度 d_4^{20} 1.39，熔点 $165.5 \sim 167.2^\circ\text{C}$ ， 25°C 蒸气压小于 1.3×10^{-2} mPa。溶解度 (g/

L): 正己烷 6.3 (mg/L), 甲醇 63, 丙酮 30, 二氯甲烷 140, 乙酸乙酯 10, 微溶于水。化学性质稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解, 过滤, 以乙腈和磷酸二氢钾缓冲溶液为流动相, 使用 Zorbax C₈ 不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的甲氧咪草烟进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈: HPLC 级;

85% 磷酸溶液;

磷酸二氢钾;

新蒸二次蒸馏水;

缓冲溶液: 称取 13.6g 磷酸二氢钾, 置于 1000mL 容量瓶中, 用蒸馏水溶解并稀释至刻度, 用磷酸调节 pH 值为 2.1;

乙腈溶液: 750mL 乙腈和 250mL 蒸馏水混合, 放至室温;

甲氧咪草烟标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, Zorbax C₈;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.5mL/min;

检测波长: 300nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 乙腈溶液+缓冲溶液+水=380+450+170(ϕ);

保留时间: 甲氧咪草烟约 13.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取甲氧咪草烟标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含甲氧咪草烟 50mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针甲氧咪草烟相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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甲氧咪草烟峰面积分别进行平均。甲氧咪草烟的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中甲氧咪草烟峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中甲氧咪草烟峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中甲氧咪草烟的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于甲氧咪草烟原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

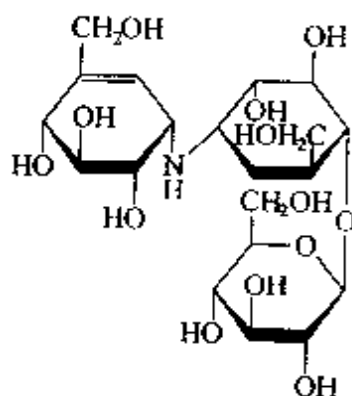
（单炜力 姜宜飞）

井冈霉素 (jinggangmycin)

分子式 $C_{20}H_{35}O_{13}N$

相对分子质量 487.5

结构式



化学名称 $N-[(1S)-(1,4,6/5)-3\text{-羟甲基-4,5,6-三羟基-2-环己烯基}][O-\beta\text{-D-吡喃葡萄糖基-(1}\rightarrow\text{3)}]-1S-(1,2,4/3,5)-2,3,4\text{-三羟基-5-羟甲基-环己基胺}$

物化性质 井冈霉素是由水链霉菌井冈变种产生的水溶性抗生素——葡萄糖苷类化合物。共有 6 个组分，主要活性物质为井冈霉素 A 和 B。纯品为无色无嗅吸湿性粉末。熔点 $130\sim 135^{\circ}\text{C}$ （分解）。易溶于水，溶于甲醇、二甲基甲酰胺、二甲基亚砷，微溶于乙醇和丙酮，难溶于乙醚和乙酸乙酯。稳定性：室温下中性和碱性介质中稳定，酸性介质中不太稳定， $pK_{b8.0}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以磷酸氢二钠-磷酸（pH7）缓冲溶液+3%甲醇为流动相，使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 210nm 紫外检测器，对试样中的井冈霉素进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

无水磷酸氢二钠；

磷酸；

井冈霉素标样：已知含量。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 210nm 的紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：200mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 C_{18} 填充物 (5 μm)；

过滤器：滤膜孔径 0.45 μm ；

微量进样器：50 μL 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.5mL/min；

检测波长：210nm；

进样体积：20 μL ；

流动相：5mmol/L 磷酸氢二钠-磷酸（pH7）缓冲液+甲醇=97+3(φ)；

保留时间：井冈霉素 A 约 5.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含井冈霉素 A 100mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 50mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释溶解并定容，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含井冈霉素 A 约 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用蒸馏水溶解并定容，摇匀，用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

5.3 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，直到相邻两针井冈霉素 A 相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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井冈霉素 A 的峰面积分别进行平均。井冈霉素 A 的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中井冈霉素 A 峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中井冈霉素 A 峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——试样中井冈霉素 A 的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于井冈霉素 A 原药、可溶性粉剂、水剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

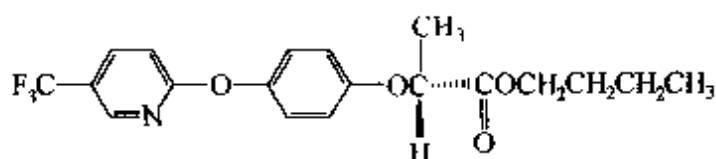
（简 秋）

精吡氟禾草灵（fluazifop-P-butyl）

分子式 $C_{19}H_{20}F_3NO_4$

相对分子质量 383.4

结构式



化学名称 (R)-2-[4-(5-三氟甲基-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸正丁酯

其他名称 精稳杀得

物化性质 见吡氟禾草灵。经过精制分离后的精吡氟禾草灵 R 体含约 90%，其除草活性较吡氟禾草灵提高 1 倍。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+水+四氢呋喃为流动相，使用 OB 不锈钢柱和 270nm 紫外检测器，对试样中的精吡氟禾草灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

四氢呋喃：优级纯；

精吡氟禾草灵标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 270nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id)，OB 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：270nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水+四氢呋喃=85+15+0.6(φ)；

保留时间：吡氟禾草灵 R 体（精吡氟禾草灵）约 9.5min，S 体约 12.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 精吡氟禾草灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 精吡氟禾草灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针精吡氟禾草灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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精吡氟禾草灵峰面积分别进行平均。精吡氟禾草灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中精吡氟禾草灵峰面积的平均值；

r_2 —— 试样溶液中精吡氟禾草灵峰面积的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中精吡氟禾草灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于精吡氟禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

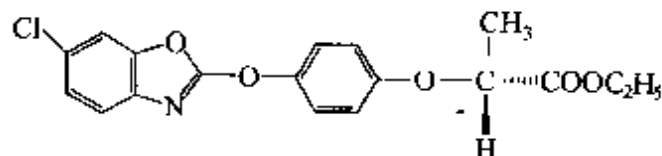
（赵永辉）

精噁唑禾草灵 (fenoxaprop-P-ethyl)

分子式 $C_{18}H_{16}ClNO_5$

相对分子质量 361.8

结构式



化学名称 (*R*)-2-[4-(6-氯-2-苯并噁唑氧基)苯氧基]丙酸乙酯

其他名称 蝶马, 威霸

物化性质 见噁唑禾草灵。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用异辛烷+异丙醇溶解, 过滤, 以异辛烷+异丙醇+三氟乙酸为流动相, 使用手性不锈钢柱和 280nm 紫外检测器, 对试样中的精噁唑禾草灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

异丙醇;

异辛烷;

三氟乙酸;

精噁唑禾草灵标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 280nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.6mm (id), ET250/4 Nucl EosiL Chiral-3 不锈钢柱;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 280nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 异辛烷+异丙醇+三氟乙酸=500+3+1(φ);

保留时间: 噁唑禾草灵 S 体约 15min, R 体 (精噁唑禾草灵) 约 16.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 精噁唑禾草灵标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用稀释液 (异辛烷+异丙醇=100+0.1, φ) 溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 精噁唑禾草灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用稀释液（异辛烷+异丙醇=100+0.1， φ ）溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针精噁唑禾草灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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精噁唑禾草灵峰面积分别进行平均。精噁唑禾草灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中精噁唑禾草灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中精噁唑禾草灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中精噁唑禾草灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于精噁唑禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

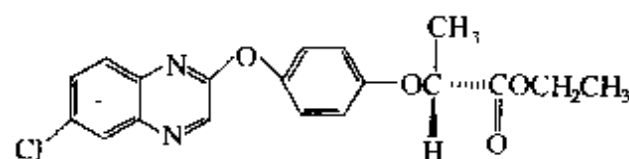
（赵永辉）

精噁唑禾灵 (quizalofop-P-ethyl)

分子式 $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$

相对分子质量 372.9

结构式



化学名称 R -2-[4-(6-氯喹啉-2-基氧基)苯氧基]丙酸乙酯

其他名称 精禾草克

物化性质 见啞禾灵

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用流动相溶解，过滤，以二氯甲烷和正己烷为流动相，使用 OJ 不锈钢手性柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的精啞禾灵进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

二氯甲烷；

正己烷：液相色谱级；

甲醇：优级纯；

精啞禾灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 OJ 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速：2.5mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：二氯甲烷+正己烷+甲醇=25+250+1(φ)；

保留时间：啞禾灵 S 体 5.6min，R 体（精啞禾灵）9.3min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 精啞禾灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 精啞禾灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针精噻禾灵相对响应值变化小于1.0%后，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。

1.6 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精噻禾灵峰面积分别进行平均。精噻禾灵的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中精噻禾灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中精噻禾灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中精噻禾灵的质量分数，%。

2 气相色谱法

2.1 气相色谱法测定噻禾灵含量

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二辛酯为内标物，用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的噻禾灵进行气相色谱分离和测定。

2.1.1 方法提要

先用气相色谱法测定噻禾灵的含量，再用液相色谱手性柱测定其中精噻禾灵所占比例，从而可换算出精噻禾灵的含量。

2.1.2 试剂和溶液

丙酮；

噻禾灵标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W HP (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 5.0g 邻苯二甲酸二正辛酯，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m×2.5mm (id) 玻璃柱，内装 5%OV-101/ Chromosorb W HP (180~250μm) 填充物。

2.1.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 225，气化室 255，检测室 255；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 25，氢气 30，空气 300；

进样量：0.6μL；

保留时间：啞禾灵约 5min，内标物约 8min。

2.1.5 测定步骤

2.1.5.1 标样溶液的制备

称取含啞禾灵约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.1.5.2 试样溶液的制备

称取含啞禾灵约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.1.5.3 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，直至相邻两针啞禾灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.1.6 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啞禾灵与内标物峰面积之比分别进行平均。啞禾灵的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中啞禾灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中啞禾灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中啞禾灵的质量分数，%。

2.2 液相色谱法测定精啞禾灵所占比例

2.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，过滤，以二氯甲烷和正己烷为流动相，使用 OJ 不锈钢手性柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的精啞禾灵进

行高效液相色谱分离和测定。

2.2.2 试剂

二氯甲烷；

正己烷：液相色谱级；

甲醇：优级纯；

精噻禾灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

2.2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 OJ 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

2.2.4 操作条件

柱温：室温；

流速：2.5mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：二氯甲烷+正己烷+甲醇=25+250+1(φ)；

保留时间：噻禾灵 S 体 5.6min，R 体（精噻禾灵）9.3min。

2.2.5 测定步骤

2.2.5.1 试样溶液的制备

取少量试样，置于小三角瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

2.2.5.2 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，进样测定。

2.2.6 计算

将测得的试样溶液中噻禾灵 R 体和 S 体的各峰面积进行平均，试样中精噻禾灵所占比例按下式计算：

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S}$$

式中 A_R ——试样溶液中噻禾灵 R 体峰面积的平均值；

A_S ——标样溶液中噻禾灵 S 体峰面积的平均值。

2.3 精喹禾灵含量的计算

精喹禾灵的质量分数 X_2 按下式计算:

$$X_2 = X_1 \times K$$

3 方法适用范围

本方法适用于精喹禾灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件达到较好分离。

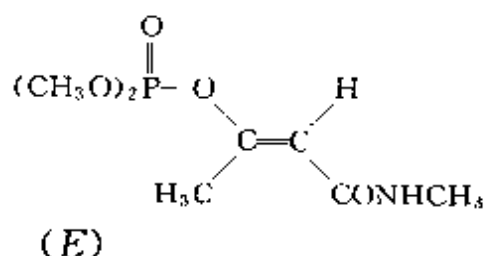
(赵永辉)

久效磷 (monocrotophos)

分子式 $C_7H_{14}NO_5P$

相对分子质量 223.2

结构式



化学名称 O,O-二甲基 (E)-O-(1-甲基-2-甲基氨基甲酰基) 乙烯基磷酸酯

其他名称 Azodrin, SD-9129, Nuvacon

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $54\sim 55^{\circ}\text{C}$, 沸点 $125^{\circ}\text{C}/66.66\text{mPa}$, 蒸气压 (20°C) $290\mu\text{Pa}$, 相对密度 (20°C) 1.22。溶解度 (g/kg, 20°C): 水 1000、丙酮 700、二氯甲烷 800、正辛醇 250、甲醇 1000、甲苯 60; 微溶于柴油和煤油。在 38°C 以上不稳定; 在 55°C 以上热分解加剧。在 20°C 时, 水解半衰期取决于 pH 值, pH5 时 96d、pH7 时 66d、pH9 时 17d。在低级醇中不稳定, 对黑铁板、滚筒钢、不锈钢 304 和黄铜有腐蚀性。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样溶于甲醇中, 以甲醇+乙腈+水作流动相, 使用紫外检测器, 在以 Lichrospher RP-18 为填料的色谱柱上进行反相液谱分离, 外标法定量。

1.2 试剂

乙腈：色谱级；

甲醇：色谱级；

新蒸二次蒸馏水；

久效磷标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm(id) 不锈钢柱，内填 Lichrospher RP-18 (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流动相：甲醇+乙腈+水=10+10+80(φ)；

流速：1.0mL/min；

检测波长：230nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间：久效磷约 11.3min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 久效磷标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解、定容，摇匀，过滤。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 久效磷的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解、定容，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针久效磷相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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久效磷峰面积分别进行平均。久效磷的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中久效磷峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中久效磷峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中久效磷的质量分数，%。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样经三氯甲烷溶解，用邻苯二甲酸二丙酯作内标物，以 2% 聚乙二醇丁二酸酯 (DEGS) / Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的久效磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

久效磷标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丙酯 1.5g，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm(id) 玻璃或不锈钢柱，内装 2% 聚乙二醇丁二酸酯 (DEGS) / Chromosorb W AW-DMCS (180 ~ 250 μ m) 的填充物。

2.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 190，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：久效磷 6~8min，内标物 4~5min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含久效磷约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，超声波振荡 10min。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含久效磷约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 超声波振荡 10min。

2.5.3 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, 直至相邻两针久效磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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久效磷与内标物峰面积之比分别进行平均。久效磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中久效磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中久效磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中久效磷的质量分数, %。

3 方法适用范围

本方法适用于久效磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

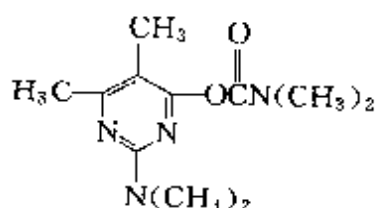
(刘革革)

抗蚜威 (pirimicarb)

分子式 $C_{11}H_{18}N_4O_2$

相对分子质量 238.3

结构式



化学名称 2-二甲基氨基-5,6-二甲基嘧啶-4-基二甲基氨基甲酸酯

物化性质 纯品为无色无臭固体。熔点 90.5℃, 30℃ 蒸气压

4.0mPa。25℃水中溶解度 0.27g/100mL，溶于大多数有机溶剂。在一般条件下存放比较稳定，但遇强酸或强碱易分解，在紫外光下易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 HP-1 毛细管色谱柱和 FID 检测器，对试样中的抗蚜威进行气相色谱法分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

抗蚜威标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1.5g 邻苯二甲酸二正丁酯，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：HP-1 毛细管石英柱，30m $\times$ 0.32mm (id)，膜厚 0.25 μ m。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 190，气化室 220，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (He) 1.5，氢气 50，空气 250；

进样量：0.2 μ L；

保留时间：抗蚜威约 2.9min，邻苯二甲酸二正丁酯约 3.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含抗蚜威约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含抗蚜威约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。必要时离心，取上清液进样。

5.3 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，直至相邻两针抗蚜威相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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抗蚜威与内标物峰面积之比分别进行平均。抗蚜威的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中抗蚜威与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中抗蚜威与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中抗蚜威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于抗蚜威原药、乳油、可湿性粉剂、可分散性粒剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

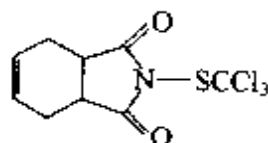
(单炜力)

克菌丹 (captan)

分子式 $C_9H_8Cl_3NO_2S$

相对分子质量 300.6

结构式



化学名称 N -三氯甲硫基-1,2,3,6-四氢苯邻二甲酰亚胺

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 178°C ，蒸气压 1.3mPa (25°C)。溶解度 (25°C , g/L): 水 3.3 (mg/L), 丙酮 21, 氯仿 70, 环己酮 23, 二甲苯 20。在水中缓慢分解，在强碱性介质中快速分解。原药 (纯度 90%~95%) 为无色到米黄色无定形固体，带有刺激性气味。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以正二十二烷为内标物，用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的克菌丹进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

克菌丹标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：正二十二烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-17；

载体：Chromosorb W HP ($180\sim 250\mu\text{m}$)；

内标溶液：称取 3g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% OV-17/ Chromosorb W HP ($180\sim 250\mu\text{m}$) 填充物，在 240℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 210，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μL 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取克菌丹标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含克菌丹 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针克菌丹相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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克菌丹与内标物峰面积之比分别进行平均。克菌丹的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中克菌丹与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中克菌丹与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中克菌丹的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于克菌丹原药、可湿性粉剂、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

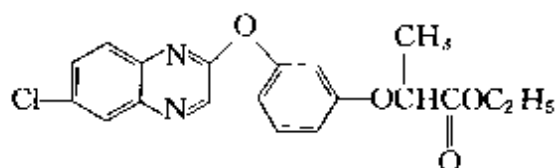
(单炜力 姜宜飞)

喹禾灵 (quizalofop)

分子式 $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$

相对分子质量 372.9

结构式



化学名称 (RS)-2-[4-(6-氯喹喔啉-2-基氧基)苯氧基]丙酸乙酯

其他名称 禾草克

物化性质 纯品为白色粉末结晶。熔点 $91.7 \sim 92.1^\circ\text{C}$, 沸点 $220^\circ\text{C}/26.7\text{Pa}$, 蒸气压为 0.04mPa (20°C)。溶解度 (20°C , g/L): 水 0.4 (mg/L), 丙酮 650, 乙醇 22, 二甲苯 360。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二辛酯为内标物, 用 OV-101

为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的噻禾灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

噻禾灵标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W HP (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 5.0g 邻苯二甲酸二正辛酯，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 2.5mm (id) 玻璃柱，内装 5%OV-101/ Chromosorb W HP (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 225，气化室 255，检测室 255；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 25，氢气 30，空气 300；

进样量：0.6 μ L；

保留时间：噻禾灵约 5min，内标约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含噻禾灵约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含噻禾灵约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针噻禾灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噻禾灵与

内标物峰面积之比分别进行平均。噻禾灵的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噻禾灵与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中噻禾灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中噻禾灵的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于噻禾灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件达到较好分离。

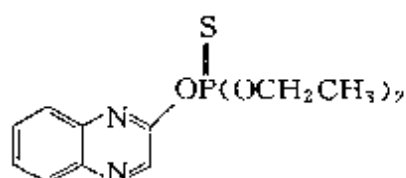
(赵永辉)

噻硫磷 (quinalphos)

分子式 $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$

相对分子质量 298.3

结构式



化学名称 O,O -二乙基- O -噻唞啉-2-基硫代磷酸酯

其他名称 爱卡士

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 $31 \sim 32^\circ\text{C}$, 沸点 142°C (分解)/ 0.04Pa , 相对密度 d_4^{20} 1.235, 折射率 n_D^{25} 1.5624, 20°C 蒸气压 0.347mPa 。溶解度 ($23 \sim 24^\circ\text{C}$): 水 22mg/L , 与丙酮、氯仿、乙醚、二甲亚砜、乙醇和二甲苯完全互溶, 己烷约 250g/L 。纯品在 20°C 稳定约 1 年; 原药稳定性差, 但在适宜的非极性溶剂中是稳定的; 制剂是稳定的。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用

SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的喹硫磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

喹硫磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W HP ($180\sim 250\mu\text{m}$);

内标溶液: 称取 10g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: $1\text{m} \times 3\text{mm}$ (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W HP ($180\sim 250\mu\text{m}$) 填充物, 在 260°C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^\circ\text{C}$): 柱室 190, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 40, 空气 400;

进样量: $1.0\mu\text{L}$;

保留时间: 喹硫磷约 8.0min, 邻苯二甲酸二正丁酯约 5.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取喹硫磷标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯稀释, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含喹硫磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯稀释, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针喹硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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噻硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。噻硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中噻硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中噻硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中噻硫磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于噻硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

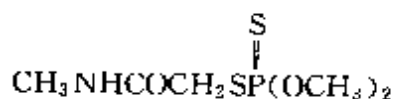
(单炜力 姜宜飞)

乐果 (dimethoate)

分子式 $C_5H_{12}NO_3PS_2$

相对分子质量 229.3

结构式



化学名称 O,O -二甲基- S -(甲基氨基甲酰甲基)二硫代磷酸酯

其他名称 Roger, Roxion

物化性质 纯品为白色结晶, 略带令人愉快的气味。熔点 $52 \sim 53^\circ\text{C}$, 25°C 时相对密度为 1.277, 折射率 n_D^{65} 1.5334, 蒸气压 5.999Pa (30°C)。溶解度 (20°C): 水 (g/L) 23.3 (pH 5)、23.8 (pH 7)、25.0 (pH 9); 易溶于大多有机溶剂, 如: 乙醇、酮类、苯、甲苯、氯仿、二氯甲烷 (均 $>300\text{g/kg}$), 溶于四氯化碳、饱和脂肪烃、正辛醇 >50 (g/kg)。稳定性: 水溶液中 pH 2~7 相当稳定, 碱液中水解, 遇热分解。

常用分析方法 我国国家标准规定的方法为薄层-溴化法和气相色谱

谱法, CIPAC 方法为高效液相色谱法。

1 薄层-溴化法

方法提要 采用硅胶 G 薄层板, 用苯+丙酮为展开剂, 氯化钼为显色剂, 刮下乐果谱带, 用溴化法测定。详细测定方法参照 GB 15582—1995。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以正二十三烷为内标物, 使用 3%OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的乐果进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮;

乐果标样: 已知质量分数, $\geq 95.0\%$;

内标物: 正二十三烷、不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.56g 正二十三烷, 置于 100mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m $\times$ 2 mm (id) 玻璃柱, 内装 3% OV-17/Chromosorb W-HP (180~250 μ m) 的填充物。

2.4 操作条件

温度 (°C): 柱室 160, 气化室 200, 检测室 250;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 30, 空气 300;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 乐果约 3.6min, 正二十三烷约 9.7min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含乐果约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含乐果约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针乐果相对响应值变化小于1.5%后，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。

2.6 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乐果与内标物峰面积之比分别进行平均。乐果的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乐果与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中乐果与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中乐果的质量分数，%。

3 液相色谱法

3.1 方法提要

试样用流动相溶解，过滤，以乙腈+水+冰乙酸为流动相，使用 C_8 不锈钢柱和 210nm 紫外检测器，对试样中的乐果进行高效液相色谱分离和测定。

3.2 试剂

乙腈；

二次蒸馏水；

冰乙酸；

乐果标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 210nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：125cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 Nucleosil $R_5 C_8$ (5 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

3.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.5mL/min；

检测波长：210nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：乙腈 + 水 + 冰乙酸 = 400 + 600 + 1 (φ)；

保留时间：乐果约 2min。

3.5 测定步骤

3.5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 乐果标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

3.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 乐果的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

3.5.3 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，直至相邻两针乐果相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

3.6 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乐果峰面积分别进行平均。乐果的质量分数 X_2 （%），按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乐果峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中乐果峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中乐果的质量分数，%。

4 方法适用范围

本方法适用于乐果原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

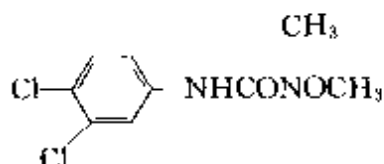
（李 颖）

利谷隆 (linuron)

分子式 $C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$

相对分子质量 249.1

结构式



化学名称 1-甲氧基-1-甲基-3-(3,4-二氯苯基)脲

物化性质 纯品为白色无嗅结晶。熔点 $93 \sim 94^\circ C$ ，蒸气压为 $2.0\text{mPa}/24^\circ C$ 。 $25^\circ C$ 在水中的溶解度为 75mg/L ，略溶于脂肪烃，溶于丙酮，在乙醇和芳香烃中的溶解度中等。在熔点下和溶液中都是稳定的，在酸和碱中及在潮湿土壤中慢慢分解，无腐蚀性。

常用分析方法 液相色谱法、薄层-定氮法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用乙腈和水溶解，过滤，以乙腈+水+二氯环己烷为流动相，使用 C_8 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的利谷隆进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

二氯环己烷；

乙腈：HPLC 级；

新蒸二次蒸馏水；

利谷隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm} \times 4.0\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内装 C_8 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 254nm ；

进样体积：20 μ L；

流动相：乙腈+水+二氯环己烷=45+45+10 (φ)；

保留时间：利谷隆约 6.9min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取利谷隆标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用稀释液 (乙腈+水=35+45, φ) 溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含利谷隆 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用稀释液 (乙腈+水=35+45, φ) 溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针利谷隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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利谷隆峰面积分别进行平均。利谷隆的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中利谷隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中利谷隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中利谷隆的质量分数，%。

2 薄层-定氯法

2.1 方法提要

本方法采用薄层分离得到利谷隆后，通过加热碱解，使有机氯变为氯离子，然后用硝酸银定氯。

2.2 试剂和溶液

苯；
丙酮；
展开剂：苯+丙酮 = 8.5+1.5 (φ)；
硅胶：GGF₂₅₄；
二甲苯；
无水乙醇；
30%硝酸溶液；
甲基橙指示剂；
0.01mol/L 硝酸银标准溶液；
金属钠。

2.3 仪器

紫外灯；
砂芯漏斗；
50mL 圆底烧瓶；
100mL 烧杯；
水冷凝器；
217 型银-甘汞电极。

2.4 测定步骤

称取 200mg 试样（精确至 0.2mg），置于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并定容，摇匀。准确吸取 0.5mL 此溶液点在已经活化过的 GF₂₅₄ 硅胶板上，在盛有展开剂的层析缸中展开 ($R_f = 0.5$)。散气后的硅胶板在紫外灯下显色，将有效成分谱带刮入砂芯漏斗中，用浸过丙酮的棉花球将谱带处玻板擦洗干净后，一并放入砂芯漏斗中，用 25mL 丙酮分 4~5 次将组分淋洗入 50mL 的圆底烧瓶中。在 80℃ 水浴上将丙酮蒸干，加 15mL 二甲苯，加约 1g 金属钠，接上冷凝器后加热。沸腾后，将 10mL 无水乙醇分 4~5 次加入圆底烧瓶中，加热回流 20min，如果仍有剩余的钠，用 50% 的乙醇将金属钠反应完全。冷却，用少量水冲洗冷凝管，然后将瓶中物转入 100mL 烧杯中，滴加几滴甲基橙指示剂，用 30% 硝酸溶液中和至溶液变红。插入 217 型银-甘汞电极，用 0.01mol/L 的硝酸银标准溶液在搅拌下滴定，以二次微商法求得终点。同样的条件下做一空白测定。

2.5 计算

利谷隆的质量分数 X_2 (%), 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 124.5}{m \times 20}$$

式中 V_1 ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, mg;

124.5——与 1.00mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的利谷隆的质量;

20——体积系数。

3 方法适用范围

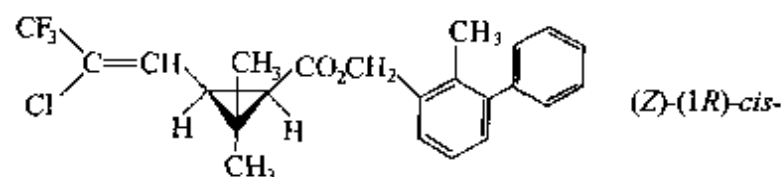
以上两种方法均适用于利谷隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(单炜力 姜宜飞)

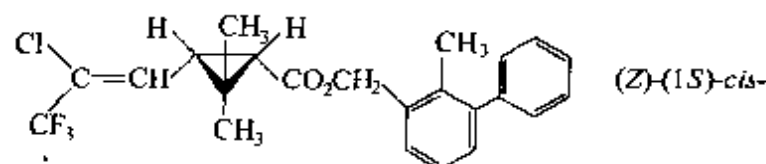
联苯菊酯 (bifenthrin)

分子式 $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{ClF}_3\text{O}_2$

相对分子质量 422.9



结构式



化学名称 2-甲基联苯-3-基甲基-(Z)-(1RS)-顺-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙-1-烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 天王星, 氟氯菊酯, Talstar

物化性质 纯品为固体。熔点 $68 \sim 70.6^\circ\text{C}$, 闪点 165°C , 相对密度

1.210 (25℃), 蒸气压 0.024mPa (25℃)。溶解度: 水 0.1mg/L, 丙酮 1.25kg/L, 溶于氯仿、二氯甲烷、乙醚、甲苯、庚烷 (89g/L), 微溶于戊烷、甲醇。K_{ow}1000000。稳定性: 原药 (熔点 61~66℃) 在 25℃ 稳定 1 年以上, 在天然日光下 DT₅₀255d, 在太阳光下 DT₅₀11.9d, 在 pH 5~9 (21℃) 稳定 21d, 在土壤中 DT₅₀65~125d。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以磷酸三苯酯为内标物, 用 2%OV-101 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的联苯菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

联苯菊酯标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 磷酸三苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 2.0g 磷酸三苯酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm×3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2%OV-101/Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 205, 气化室 240, 检测室 240;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 联苯菊酯约 6.4min, 内标物约 4.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取联苯菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 联苯菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于

15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针联苯菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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联苯菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。联苯菊酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中联苯菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于联苯菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

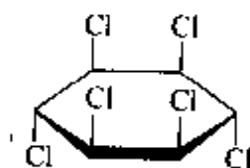
(刘绍仁 段丽芳)

林丹 (lindane)

分子式 $C_6H_6Cl_6$

相对分子质量 290.8

结构式



化学名称 γ -(1,2,4,5/3,6)-六氯环己烷

物化性质 纯度 99.5%~100% 的丙体六六六为林丹。其他见六六六。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二丙酯为内标物，用 OV-210 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中林丹进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

林丹标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-210；

载体：Chromosorb W HP (125~150 μ m)；

内标溶液：称取 1g 邻苯二甲酸二丙酯，置于 100mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.83m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 7.5% OV-210/Chromosorb W HP (125~150 μ m) 填充物，在 220℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 160，气化室 220，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 45，空气 300；

进样量：1 μ L；

保留时间：林丹约 13.4min；内标物约 23min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含林丹约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含林丹约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针林丹相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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林丹与内标物峰面积之比分别进行平均。林丹的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中林丹与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中林丹与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中林丹的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于林丹原药、乳油、粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

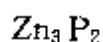
(单炜力 张志一)

磷化锌 (zinc phosphide)

分子式 Zn_3P_2

相对分子质量 258.1

结构式



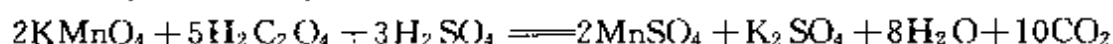
化学名称 磷化锌

物化性质 纯品为灰色粉末。熔点 420°C (当在缺氧时加热)。不溶于水和乙醇, 可溶于苯和二硫化碳。在干燥时稳定, 但在湿空气中慢慢分解, 与酸能剧烈反应 ($>400^\circ\text{C}$), 同时分解, 放出磷化氢 (PH_3) 气体。

常用分析方法 高锰酸钾氧化法

1 方法提要

试样与稀硫酸作用, 产生的磷化氢气体通过系列吸收瓶, 被过量的高锰酸钾溶液吸收, 然后在酸性条件下加入过量草酸标准溶液, 过量的草酸用高锰酸钾标准溶液滴定, 从而计算磷化锌的含量, 反应式如下:



2 试剂和溶液

硫酸溶液：10%、50% (φ)；

草酸-硫酸溶液：50%硫酸溶液 100mL 与 0.5mol/L 草酸标准溶液 300mL 混合；

草酸标准溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\right) = 0.5\text{mol/L}$ ；

高锰酸钾标准溶液： $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 0.5\text{mol/L}$ ；

氮气。

3 仪器

恒温水浴： $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ ；

反应瓶：250mL；

吸收瓶：250mL。

4 测定步骤

称取 600mg 试样（精确至 0.2mg），置于 150mL 烧杯中，加入 50~70mL 水，用无灰滤纸（预先用酸洗过，再用水洗至中性）过滤。沉淀用水洗涤 5 次，每次用水 10~15mL。将沉淀及滤纸小心转移至 250mL 反应瓶 2 中，准确移取 0.5mol/L 的高锰酸钾标准溶液 100mL、50mL、50mL，分别注入 250mL 吸收瓶 4、5、6 中，然后将整个系统按图 1-2 连接起来，并将反应瓶置于 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴 3 中。

在分液漏斗 1 中，加入 10% 硫酸溶液 100mL，并在 10~15min 内加入反应瓶中。调节氮气压力，使气泡连续而稳定，持续反应 2h，然后卸下仪器，将吸收瓶 4、5、6 中的溶液全部转移至 800mL 烧杯中。用 225mL 草酸-硫酸标准溶液冲洗吸收瓶及导管，使沉淀全部溶解，再用水洗，洗液均并入烧杯中。加热至 50°C ，用 0.5mol/L 高锰酸钾标准溶液滴至微红色即为终点。

5 计算

试样中磷化锌的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{(C_1V_1 - C_2V_2 + C_1V_3) \times 0.01614}{m} \times 100$$

式中 C_1 ——高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;
 C_2 ——草酸标准溶液的浓度, mol/L;
 V_1 ——加入高锰酸钾标准溶液的体积, mL;
 V_2 ——加入草酸标准溶液的体积, mL;
 V_3 ——回滴时消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;
 m ——试样的质量, g;

0.01614——与 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 1.000\text{mol/L}]$ 相当的以克表示的磷化锌质量。

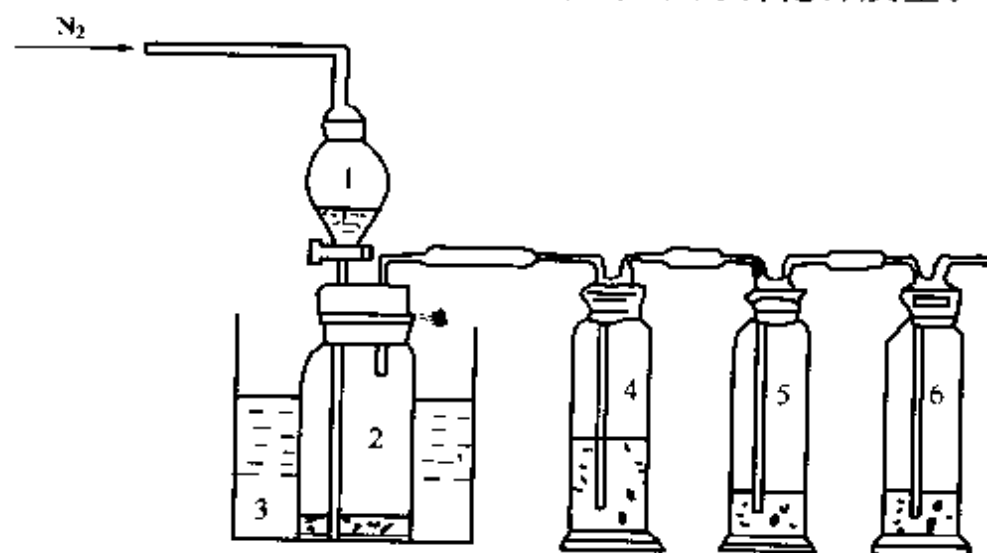


图 1-2 高锰酸钾吸收装置

1—分液漏斗; 2—反应瓶; 3—水浴; 4, 5, 6——吸收瓶

6 方法适用范围

本方法适用于磷化锌原药的分析。

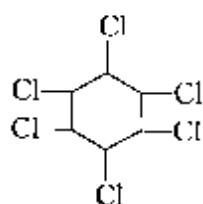
(王以燕)

六六六 (HCH)

分子式 $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$

相对分子质量 290.8

结构式



化学名称 1,2,3,4,5,6-六氯环己烷

物化性质 原药为白色或淡黄色粉状或块状结晶体，有刺激性气味。熔点为 112.5℃，相对密度 1.85~1.90。20℃时，其溶解度在水中 7mg/L，在苯、甲苯、乙醇、丙酮等有机溶剂中均大于 50g/L。对日光和酸性物质极为稳定，但遇到碱性物质则脱氯化氢而分解。纯度 99.5%~100%的丙体六六六为林丹。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二丙酯为内标物，用 OV-210 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的丙体六六六进气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

六六六标样：已知丙体六六六质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-210；

载体：Chromosorb W HP (100~120 目)；

内标溶液：称取 1g 邻苯二甲酸二丙酯，置于 100mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气体色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.83m × 2mm (id) 玻璃柱，内装 7.5% OV-210/Chromosorb W HP (100~120 目) 填充物，在 220℃老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 160，气化室 220，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载体 (N₂) 30，氢气 45，空气 300；

进样量：1μL；

保留时间：丙体六六六 9min，γ 体 13.4min，β 体 16.0min，δ 体 19.1min；内标物 23min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含丙体六六六约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于

15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含丙体六六六约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针丙体六六六相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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丙体六六六与内标物峰面积之比分别进行平均。丙体六六六的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中丙体六六六与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中丙体六六六与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中丙体六六六的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于六六六原药的分析。

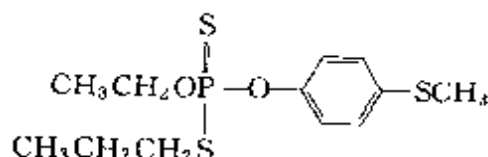
（单炜力）

硫丙磷（sulprofos）

分子式 $C_{12}H_{19}O_2PS_3$

相对分子质量 322.4

结构式



化学名称 O-乙基-O-(4-甲硫基苯基)-S-丙基二硫代磷酸酯

其他名称 保达

物化性质 纯品为无色油状液体。沸点 210℃, 蒸气压 < 0.1mPa (20℃), 相对密度 d_4^{20} 1.2。溶解度 (29℃): 水 < 5mg/L, 环己酮 120g/L, 异丙醇 400~600g/L, 甲苯 > 1.2kg/L。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物, 用 10% SE-30/ Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的硫丙磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯;

硫丙磷标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二异辛酯; 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 3.0g 邻苯二甲酸二异辛酯, 置于 500mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有 280nm 紫外检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1.0m $\times$ 3.0mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/ Chromosorb W AW-DMCS 的填充物, 在 280℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 250, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1.0 μ L;

保留时间: 硫丙磷约 2.8min, 邻苯二甲酸二异辛酯约 5.1min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取硫丙磷标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含硫丙磷 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解,

摇匀。

5.3 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，直至相邻两针硫丙磷相对响应值变化小于1.0%后，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。

6 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硫丙磷峰面积分别进行平均。硫丙磷的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中硫丙磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中硫丙磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中硫丙磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于硫丙磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

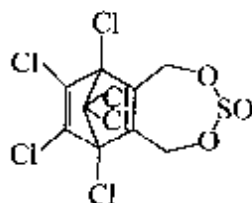
(宗伏霖)

硫丹 (endosulfan)

分子式 $C_9H_6Cl_6O_3S$

相对分子质量 406.9

结构式



化学名称 (1,4,5,6,7,7-六氯-8,9,10-三降冰片-5-烯-2,3-亚基双亚甲基) 亚硫酸酯

其他名称 赛丹、硕丹、韩丹

物化性质 本品为棕色结晶固体，具有二氧化硫的气味。熔点 $70 \sim 100^\circ\text{C}$ ， 80°C 时蒸气压为 1.2nPa 。 22°C 时水中溶解度 α -硫丹为

0.32mg/L, β -硫丹为 0.33mg/L; 20℃时二氯甲烷、乙酸乙酯、甲苯中为 200mg/L。对日光稳定, 在碱性介质中不稳定并缓慢水解为二醇和二氧化硫, 常温下贮存两年, 有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解, 用磷酸三苯酯作内标物, 以 2% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的硫丹进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

硫丹标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 磷酸三苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取磷酸三苯酯 2g, 置于 500mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱, 内装 2% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 200, 气化室 230, 检测室 230;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 20, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: α -硫丹 7min, β -硫丹 9min, 内标物 16min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含硫丹约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含硫丹约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.3 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，直至相邻两针硫丹相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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硫丹 α 体与 β 体峰面积之和与内标物峰面积之比分别进行平均。硫丹的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中硫丹 α 体与 β 体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值；

r_2 —— 试样溶液中硫丹 α 体与 β 体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中硫丹的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于硫丹原药、乳油等单制剂的分析。对其复配制剂，视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

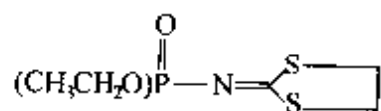
(刘苹苹)

硫环磷 (phosfolan)

分子式 $C_7H_{14}NO_3PS_2$

相对分子质量 255.3

结构式



化学名称 O,O -二乙基- N -(1,3-二硫戊环-2-亚基)磷酰胺

物化性质 无色至黄色固体。熔点 $37 \sim 45^\circ\text{C}$ ，沸点 $115 \sim 118^\circ\text{C}/0.133\text{Pa}$ 。溶于水、丙酮、苯、乙醇、环己烷和甲苯，微溶于乙醚，难溶于己烷。其水溶液在中性和微酸性条件下稳定，可被碱水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经内标溶液溶解，用邻苯二甲酸二正丁酯作内标物，以

7%DC-200/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器,对试样中的硫环磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

硫环磷标样:已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物:邻苯二甲酸二正丁酯,不含干扰分析的杂质;

甲苯;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二正丁酯 0.28g,置于 100mL 容量瓶中,用甲苯溶解并稀释至刻度,摇匀。

3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器(FID);

色谱数据处理机:满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱:150cm $\times$ 2.5mm (id) 玻璃或不锈钢柱,内装 7%DC-200/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱室 190,气化室 250,检测室 250;

气体流速(mL/min):载气(N_2) 37,氢气 40,空气 600;

进样量:1 μ L;

保留时间:硫环磷 6.2min,内标物 4.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含硫环磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样,置于 25mL 具塞三角瓶中,准确加入内标溶液 15mL,超声波振荡 20min。

5.2 试样溶液的制备

称取含硫环磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样,置于 25mL 具塞三角瓶中,准确加入内标溶液 15mL,超声波振荡 20min,取出一部分离心。

5.3 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,直至相邻两针硫环磷相对响应值变化小于 1.5%后,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。

6 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硫环磷与内标物峰面积之比分别进行平均。硫环磷的质量分数 X (%),按

下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 标样溶液中硫环磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 试样溶液中硫环磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 标样的质量, g;

m_2 试样的质量, g;

p 标样中硫环磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于硫环磷原药、悬浮剂、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(李国平)

硫磺 (sulfur)

分子式 S_x

相对分子质量 32.06

物化性质 黄色粉末, 有各种同素异形体。熔点 114.5°C (菱形 112°C , 单斜晶 119°C), 沸点 444.6°C , 蒸气压 0.527 mPa (30.4°C 菱形), 8.6 mPa (59.4°C), 相对密度 2.07 (菱形)。几乎不溶于水, 结晶形的可溶于二硫化碳, 同素异形体不溶于二硫化碳, 微溶于乙醚、石油醚, 迅速溶解于热苯和丙酮。非常稳定, 在强碱中可形成硫化物。

常用分析方法 化学法

1 方法提要

硫与亚硫酸钠溶液加热回流转化成硫代硫酸钠, 然后用碘标准溶液滴定。过量的亚硫酸钠用甲醛掩蔽之。

2 试剂和溶液

无水亚硫酸钠;

甲醛;

冰乙酸溶液: 20% (φ);

碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) = 0.1 \text{ mol/L}$;

酚酞指示剂: 10g/L 乙醇溶液;

淀粉指示剂：5g/L。

3 仪器

球形回流冷凝管。

4 测定步骤

称取含硫 0.25g 的试样（精确至 0.1mg），置于 250mL 锥形瓶中，加入 50mL 水和 5g 亚硫酸钠。装上回流冷凝管，加热使其沸腾 15~20min。回流期间不时摇动锥形瓶。取下锥形瓶，冷却至室温，将内容物定量转移到 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀，必要时过滤。准确吸取 50mL 该溶液置于 250mL 锥形瓶中，加入 7mL 甲醛，放置 3~5min 后加入 2 滴酚酞指示剂，用冰乙酸溶液滴至红色消失并过量 4~5 滴，再加入 3mL 淀粉指示剂，用碘标准滴定溶液滴定至蓝色（30s 内不消失）为终点。

空白测定：称取含硫 0.25g 的试样（精确至 0.1mg），置于 250mL 锥形瓶中，加入适量水进行激烈振摇，使样品中水溶性硫代硫酸盐完全提取出来，然后用水定容。过滤。准确吸取 50mL 该溶液置于 250mL 锥形瓶中，加入 7mL 甲醛，放置 3~5min 后加入 2 滴酚酞指示剂，用冰乙酸溶液滴至红色消失并过量 4~5 滴，再加入 3mL 淀粉指示剂，用碘标准滴定溶液滴定至蓝色（30s 内不消失）为终点。

5 计算

试样中硫的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = c \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) \times 0.03207 \times 5 \times 100$$

式中 c ——碘标准滴定溶液实际浓度，mol/L；

V_1 ——滴定试样时消耗碘标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定空白时消耗碘标准滴定溶液的体积，mL；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——空白试样的质量，g；

0.03207——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}I_2) = 0.1\text{mol/L}]$ 相当的，以 g 表示的硫的质量。

6 方法适用范围

本方法适用于硫磺单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况排除干扰后采用此方法。

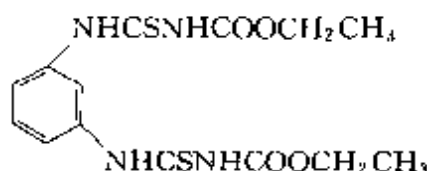
（李国平）

硫菌灵 (thiophanate)

分子式 $C_{14}H_{18}N_4O_4S_2$

相对分子质量 370.4

结构式



化学名称 4,4'-(邻亚苯基)双(3-硫代脲基甲酸乙酯)

其他名称 托布津

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 195℃ (分解)。溶解度: 几乎不溶于水, 微溶于有机溶剂。遇碱性溶液形成不稳定的盐, 与两价铜离子形成络合物。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相和紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的硫菌灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

硫菌灵标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C_{18} (10 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 269nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相：甲醇+水=60+40 (φ)；

保留时间：硫菌灵 8.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 硫菌灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 硫菌灵的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针硫菌灵相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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硫菌灵峰面积分别进行平均。硫菌灵的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中硫菌灵峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中硫菌灵峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中硫菌灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于硫菌灵原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

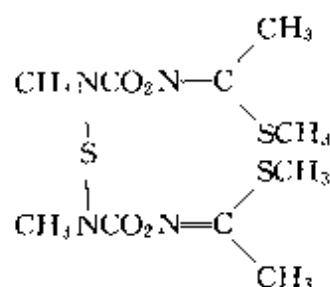
（孙绮丽）

硫双威（thiodicarb）

分子式 $C_{10}H_{18}N_4O_4S_3$

相对分子质量 354.5

结构式



化学名称 3,7,9,13-四甲基-5,11-二氧杂-2,8,14-三硫杂-4,7,9,12-四氮杂十五烷-3,12-二烯-6,10-二酮

其他名称 硫双灭多威, 拉维因

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 173~174℃, 蒸气压 (20℃) 5.1mPa, 相对密度 1.4 (20℃)。溶解度 (25℃): 水 35mg/L, 丙酮 8g/kg, 甲醇 5g/kg, 二甲苯 3g/kg。稳定性: 60℃稳定, 其水悬浮液因日光而分解, pH6 稳定, pH9 迅速水解, pH3 缓慢水解 (DT₅₀ 约 9d), 遇酸、碱、金属、盐、黄铜和铁锈分解。原药 (纯度 96%) 为浅棕色结晶。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用少量二氯甲烷及甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C₈ 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器, 对试样中的硫双威进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

二氯甲烷;

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

硫双威标样: 已知质量分数, ≥98.0%。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 254nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 15cm × 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 Nucleo-sil R₅ C₈;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温：室温；
流速：1.0mL/min；
检测波长：254nm；
进样体积：15 μ L；
流动相：甲醇 + 水 = 60+40 (ϕ)；
保留时间：硫双威约 5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 硫双威标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，加入约 5mL 二氯甲烷溶解，补加甲醇至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 硫双威的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，加入约 5mL 二氯甲烷溶解，补加甲醇至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针硫双威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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硫双威峰面积分别进行平均。硫双威的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中硫双威峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中硫双威峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中硫双威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于硫双威原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

（季 颖）

硫酸铜 (copper sulfate)

分子式 $\text{CuH}_{10}\text{O}_9\text{S}$

相对分子质量 249.7

结构式 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

化学名称 硫酸铜

其他名称 蓝矾、胆矾

物化性质 纯品为蓝色结晶，含 5 分子结晶水，无嗅。熔点 147°C (脱水)，沸点 653°C (分解)。易溶于水，不溶于大多数有机溶剂。硫酸铜在空气中逐渐风化失去部分水而褪色。加热 30°C 失去 2 分子结晶水， 110°C 失去更多分子结晶水， 258°C 时即失去全部结晶水，变为白色无水硫酸铜粉末 (CuSO_4)；吸潮后还可恢复为蓝色含水硫酸铜，所有这些变化均不影响其质量。在过分潮湿条件下也会潮解，但不影响药效。硫酸铜的水溶液呈蓝色，游离硫酸含量不超过 0.25%，水不溶物含量不大于 0.45%，硫酸铜在碱性溶液中能产生氧化铜。

常用分析方法 碘量法

1 方法提要

试样在微酸性条件下用水溶解，加入适量的碘化钾与二价铜作用，析出等摩尔碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，从消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，计算试样中硫酸铜的质量分数。

2 试剂和溶液

碘化钾；

硝酸；

氟化钠 (饱和溶液)；

冰乙酸；

碳酸钠 (饱和溶液)；

淀粉溶液：5g/L；

硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.2\text{mol/L}$ 。

3 测定步骤

称取试样约 2g (精确至 0.2mg)，置于 250mL 三角瓶中，加入 100mL 水溶液，加 3 滴浓硝酸。煮沸冷却，逐滴加入饱和碳酸

钠溶液，直至有微量沉淀出现为止。然后加入 10mL 乙酸溶液，使溶液酸化，加 10mL 饱和氟化钠溶液，5g 碘化钾，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，直至呈现淡黄色，加 3mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失，即为终点。

4 计算

试样中硫酸铜的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{c \times V \times 0.2497}{m} \times 100$$

式中 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.2497——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的五水硫酸铜质量。

5 方法适用范围

本方法适用于硫酸铜单制剂的分析。

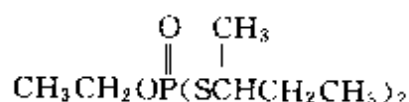
(简 秋)

硫线磷 (cadusafos)

分子式 $\text{C}_{10}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{PS}_2$

相对分子质量 270.4

结构式



化学名称 S,S -二仲丁基- O -乙基二硫代磷酸酯

其他名称 克线丹, Rugby, Taredan

物化性质 本品为淡黄色透明液体。沸点 $112 \sim 114^\circ\text{C}/106.7\text{Pa}$, 相对密度 $d_{20}^{20} 1.054$, 25°C 时蒸气压为 0.12nPa 。水中溶解度为 248mg/L , 能与丙酮、乙腈、二氯甲烷、乙酸乙酯、庚烷、甲醇、异丙醇、甲苯完全混溶。稳定性: 50°C 下稳定, 常温下贮存两年, 有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经二氯甲烷溶解, 用邻苯二甲酸二异丁酯作内标物, 以

5%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的色谱柱和 FID 检测器，对试样中的硫线磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷；

硫线磷标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二异丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二异丁酯 2.4g，置于 500mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 165，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：硫线磷 4min，内标物 7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含硫线磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含硫线磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针硫线磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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硫线磷与

内标物峰面积之比分别进行平均。硫线磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中硫线磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中硫线磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中硫线磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于硫线磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

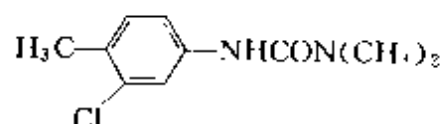
(刘苹苹)

绿麦隆 (chlorotoluron)

分子式 $C_{10}H_{13}ClN_2O$

相对分子质量 212.7

结构式



化学名称 1,1-二甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲

物化性质 纯品为白色结晶。熔点为 148.1°C , 蒸气压 0.005mPa (25°C)。溶解度 (25°C , g/L): 水 74mg/L, 丙酮 54, 苯 24, 二氯甲烷 51, 乙醇 48, 甲苯 3, 己烷 0.06, 正辛醇 24, 乙酸乙酯 21。对光和紫外线稳定, 在强酸和强碱下缓慢分解。

常用分析方法 液相色谱法、薄层-紫外分光光度法。

1 液相色谱法 (仲裁法)

1.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇+水+冰乙酸为流动相, C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器, 用反相液相色谱法对试样中的绿麦隆进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

甲醇：HPLC 级；
二次蒸馏水；
冰乙酸；
绿麦隆标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器 UV-243nm；
色谱数据处理机；
色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 Bondapak^{MT}
C₁₈ (10 μ m)；
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；
定量进样阀：20 μ L。

1.4 操作条件

柱温：室温；
流速：1mL/min；
检测波长：243nm；
进样体积：20 μ L；
流动相：甲醇+水+冰乙酸=60+40+0.1 (φ)；
保留时间：绿麦隆约 10min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含绿麦隆标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含约绿麦隆试样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，加入甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针绿麦隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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绿麦隆峰面积分别进行平均。绿麦隆的质量分数 X (%)，按下式

计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中绿麦隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中绿麦隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中绿麦隆的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于绿麦隆原药、可湿粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 薄层-紫外分光光度法

2.1 方法提要

试样经薄层分离后，取绿麦隆谱带的硅胶层，经溶剂洗脱，用紫外分光光度计进行测定。

2.2 试剂和溶液

95%乙醇；

乙酸乙酯；

三氯甲烷；

绿麦隆标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

展开剂：三氯甲烷+乙酸乙酯=80+20 (v)；

硅胶 GF₂₅₄：层析用。

2.3 仪器

紫外分光光度计，备有 1cm 石英比色池；

紫外波长：254nm。

2.4 测定步骤

2.4.1 薄层板的制备

称取 7.5g 硅胶 GF₂₅₄，置于玻璃研钵中，加入蒸馏水 19mL，研磨至均匀糊状，立即倒在一个预先洗净、干燥的 10cm×20cm 的玻璃板上，轻轻振动使硅胶在板上分布均匀且无气泡。置于水平处自然风干后移至烘箱中，在 120~150℃ 温度下活化 1h，取出放入干燥器中备用。

2.4.2 标样溶液的制备

称取绿麦隆标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并定容。准确移取 10mL 此溶液于另一个 25mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并定容。

2.4.3 试样溶液的制备

称取含有绿麦隆样品 50mg (精确至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并定容。准确移取 10mL 此溶液于另一个 25mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并定容。

2.4.4 层析

分别准确吸取 0.3mL 上述标样溶液和试样溶液, 在已活化好的层析板上, 距底边 2cm, 距两侧各 1.5cm 处将标样溶液和试样溶液点成一直线, 让溶剂挥发, 置于在室温下充满展开剂饱和蒸气的展开缸中, 板浸入溶剂的深度为 1cm 左右。当展开前沿上升至距点样线约 14cm 时, 取出板, 待展开剂挥发后, 于紫外灯下显色。将板上 $R_f=0.4$ 的谱带完全转移到玻璃漏斗中 (漏斗内铺两层定性滤纸), 用 95% 乙醇 20mL 分多次 (5~6 次) 洗脱到 25mL 容量瓶中, 然后用乙醇稀释至刻度, 摇匀。

2.4.5 测定

以 95% 乙醇为参比, 在波长 254nm 处分别测定标样溶液和试样溶液的吸光度。

2.5 计算

绿麦隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中绿麦隆的吸光度;
 r_2 ——试样溶液中绿麦隆的吸光度;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中绿麦隆的质量分数, %。

2.6 方法适用范围

本方法适用于绿麦隆原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

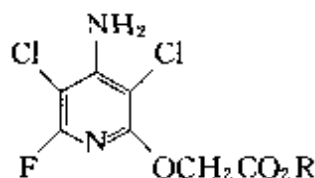
(王以燕)

氯氟吡氧乙酸 (fluroxypyr)

分子式 $C_7H_5Cl_2FN_2O_3$

相对分子质量 255.0

结构式



2-butoxy-1-methylethyl $R=CH_3(CH_2)_3OCH_2CH(CH_3)-$

heptyl (1-methylheptyl) $R=CH_3(CH_2)_5CH(CH_3)-$

化学名称 4-氨基-3,5-二氯-6-氟-2-吡啶氧乙酸

其他名称 使它隆, Starane, Dowco 433

物化性质 纯品为白色颗粒状结晶, 无嗅。熔点 $232\sim 233^\circ\text{C}$, 蒸气压 1.26mPa (25°C)。溶解度: 水 91mg/L , 丙酮 41.6g/L 。作为农药用的氯氟吡氧乙酸, 产品以 1-甲基庚基酯的形式存在。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用氯仿溶解, 以正二十二烷为内标物, 用 10%SE-30 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的氯氟吡氧乙酸进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

氯仿;

1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 正二十二烷, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.6g 正二十二烷, 置于 100mL 容量瓶中, 加入氯仿溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理仪: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: $1100\text{mm}\times 3.2\text{mm}$ (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^\circ\text{C}$): 柱室 225, 气化室 250, 检测室 250;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯约 6.1min, 正二十二烷约 3.8min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 氯仿溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 氯仿溶解, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氯氟吡氧乙酸酯的质量分数 X_1 (%), 按下式计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p \cdot 0.6942}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

0.6942——换算系数;

p ——标样中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于氯氟吡氧乙酸酯原药、可湿性粉剂、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 液相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,过滤,以甲醇+水为流动相,使用以 ZORBAX- C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 240nm 紫外检测器,对试样中的氯氟吡氧乙酸酯进行高效液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

甲醇:优级纯;

二次蒸馏水;

1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯标样:已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪:具有 240nm 波长的紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱,内装 ZORBAX- C_{18} ($5\mu\text{m}$) 填充物;

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器:25 μL 。

2.4 操作条件

柱温:室温;

流速:1.0mL/min;

检测波长:240nm;

进样体积:25 μL ;

流动相:甲醇+水=80+20 (ϕ);

保留时间:1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯约 10.0min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯标样 60mg (精确至 0.2mg),置于 100mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 60mg 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯的试样 (精确至 0.2mg),置于 100mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,

再用 $0.45\mu\text{m}$ 孔径滤膜过滤。

2.5.3 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，直至相邻两针 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

2.6 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 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯峰面积分别进行平均。氯氟吡氧乙酸酯质量分数 X_2 (%)，按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p \times 0.6942}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯峰面积的平均值；

r_2 —— 试样溶液中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯峰面积的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

0.6942 —— 换算分数；

p —— 标样中 1-甲基庚基氯氟吡氧乙酸酯的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于氯氟吡氧乙酸酯原药、可湿性粉剂、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

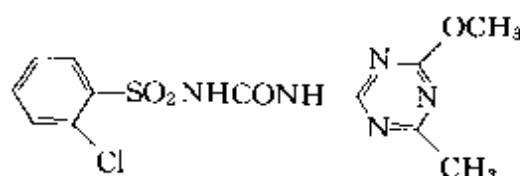
(刘绍仁 段丽芳)

氯磺隆 (chlorsulfuron)

分子式 $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{ClN}_5\text{O}_4\text{S}$

相对分子质量 358.1

结构式



化学名称 1-(2-氯苯基磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲

其他名称 Glean, Telar (Du pont)

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 $174\sim 178^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 3×10^{-6} mPa (25°C)。溶解度：水 (25°C) $100\sim 125\text{mg/L}$ (pH4.1)， 300mg/L (pH5)；有机溶剂 (22°C , g/L)：丙酮 57，二氯甲烷 102，乙烷 10，甲醇 14，甲苯 3。稳定性：在干燥情况下，对光稳定；在 192°C 分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水+乙酸乙酯为流动相，使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器，对试样中的氯磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

乙酸乙酯；

氯磺隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm}\times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速： 1.0mL/min ；

检测波长： 254nm ；

进样体积： $10\mu\text{L}$ ；

流动相：甲醇+水+乙酸乙酯=60+40+1 (φ)；

保留时间：氯磺隆 6.5min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氯磺隆标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氯磺隆的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氯磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氯磺隆峰面积分别进行平均。氯磺隆的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氯磺隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氯磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氯磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氯磺隆原药、干悬浮剂、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

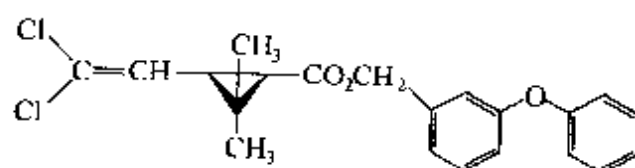
（孙绮丽）

氯菊酯 (permethrin)

分子式 $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$

相对分子质量 391.3

结构式



化学名称 3-苯氧基苄基(RS)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环

丙烷羧酸酯

其他名称 二氯苯醚菊酯、苄氯菊酯、除虫精

物化性质 纯品熔点 $34\sim 35^{\circ}\text{C}$ ，顺式异构体 $63\sim 65^{\circ}\text{C}$ ，反式异构体 $44\sim 47^{\circ}\text{C}$ ；沸点 $200^{\circ}\text{C}/13.3\text{Pa}$ 、 $>290^{\circ}\text{C}/1\times 10^5\text{Pa}$ ，蒸气压 0.045mPa (25°C)、顺式 0.0025mPa 、反式 0.0015mPa (20°C)；相对密度 $1.19\sim 1.27$ (20°C)。 $K_{\text{ow}} \log P = 6.1$ (20°C)。溶解度：水约 0.2mg/L (20°C)；二甲苯、己烷 >1000 ，甲醇 258g/kg (25°C)。遇热稳定 (50°C 下保存两年)，酸性介质比碱性介质稳定，最适宜稳定条件 pH 约 4。原药 (有效成分纯度 $80\%\sim 90\%$) 为黄到棕色液体，室温下有时部分趋向结晶。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二己酯作内标物，用 10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的氯菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

氯菊酯标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正己酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二己酯 5g 置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 10%/SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (125 $\sim$ 150 μm) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 230，气化室 255，检测室 255；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μL ；

保留时间：氯菊酯约 7.8min，内标物约 4.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含氯菊酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入乙酸乙酯 5mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氯菊酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入乙酸乙酯 5mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针氯菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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氯菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氯菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氯菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中氯菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氯菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氯菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

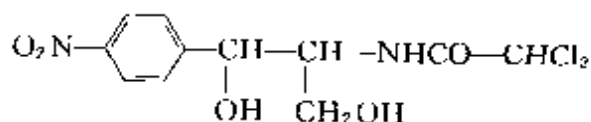
(黄修柱)

氯霉素 (chloramphenicol)

分子式 $C_{11}H_{18}Cl_2O_5N_2$

相对分子质量 323.1

结构式



化学名称 左旋-苏-1-(对硝基苯基)-2-二氯乙酰基氨基-1,3-丙二醇
物化性质 原药为针状结晶，白色、灰白色或黄白色，有苦味。熔点 149~194℃。在水中溶解度极小，易溶于乙醇、丙二醇、丙酮与乙酸乙酯。在中性或弱酸条件下稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇、水和冰乙酸为流动相，使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的氯霉素进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：HPLC 级；

新蒸二次蒸馏水；

冰乙酸；

氯霉素标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：20cm×4.0mm (id) Hypersil 不锈钢柱，内装 ODS (5 μ m) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.4mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：甲醇+水+冰乙酸=60+40+0.5 (ϕ)；

保留时间：氯霉素约 17.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氯霉素标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含氯霉素 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针氯霉素相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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氯霉素峰面积分别进行平均。氯霉素的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中氯霉素峰面积的平均值;

r_2 —— 试样溶液中氯霉素峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中氯霉素的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氯霉素原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

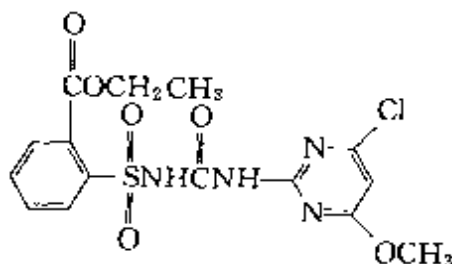
(单炜力 姜宜飞)

氯噻磺隆 (chlorimuron-ethyl)

分子式 $C_{14}H_{15}ClN_4O_6S$

相对分子质量 403.0

结构式



化学名称 3-(4-氯-6-甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-乙氧羰基苯基磺酰基)脲

其他名称 豆黄隆, 豆威

物化性质 纯品为白色固体粉末。熔点 185~187℃, 蒸气压

0.49mPa。溶解度 (25℃): 水 11mg/L (pH5)、1.2g/L (pH7); 溶于二甲基甲酰胺、二氧六环等, 微溶于丙酮、乙醇, 难溶于苯等非极性溶剂。K_{ow} 320 (pH5)、2.3 (pH7)。亚氨基为酸性, pK_a4.2。稳定性: 水中、pH5、25℃时 DT₅₀ 为 17~25d。原药为淡黄色粉末。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以甲醇、水和乙酸为流动相, 使用 C₁₈ 不锈钢柱和 240nm 紫外检测器; 对试样中的氯嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇;

二次蒸馏水;

乙酸;

氯嘧磺隆标样: 已知质量分数, ≥98.0%。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 240nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 240nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 甲醇 + 水 + 乙酸 = 60 + 40 + 0.1 (φ);

保留时间: 氯嘧磺隆约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氯嘧磺隆标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氯嘧磺隆的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氯嘧磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氯嘧磺隆峰面积分别进行平均。氯嘧磺隆的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氯嘧磺隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氯嘧磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氯嘧磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氯嘧磺隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

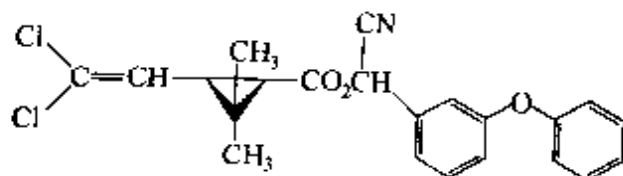
（赵永辉）

氯氰菊酯 (cypermethrin)

分子式 $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量 416.3

结构式



化学名称 (RS)- α -氰基-3-苯氧基苄基(SR)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 灭百可，兴棉宝，安绿宝

物化性质 纯品为无色液体。熔点 $61 \sim 83^\circ\text{C}$ ，蒸气压 2.0×10^{-4}

mPa (20℃), 闪点 80℃。难溶于水, 水中溶解度为 0.01 ~ 0.2mg/L (20℃); 易溶于多种有机溶剂, 如: 丙酮、氯仿、环己酮; 二甲苯 >450g/L, 乙醇 337g/L, 正己烷 103g/L (20℃)。本品在中性、酸性条件下稳定, 强碱条件下水解, 热稳定性良好。常温贮存稳定性两年以上。原药为黄棕色黏稠状物, 60℃时为液体。相对密度为 1.24 (21℃)。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱外标法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯为内标, 用 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (125~150μm) 填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的氯氰菊酯进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

二氯甲烷;

氯氰菊酯标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 2.5g, 置于 500mL 容量瓶中, 加二氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1500mm × 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (125~150μm) 填充物。

1.4 操作条件

温度 (℃): 柱室 240, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 60, 氢气 50, 空气 50;

进样量: 1μL;

保留时间: 氯氰菊酯 8.7min, 内标物 6.2min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含氯氰菊酯 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL

具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷，超声波振荡 5min，取出室温下放置。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含氯氰菊酯约 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷，超声波振荡 5min，取出室温下放置。

1.5.3 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，直至相邻两针氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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氯氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氯氰菊酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中氯氰菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氯氰菊酯的质量分数，%。

2 液相色谱外标法

2.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+无水乙醚为流动相、硅胶色谱柱和紫外 230nm 检测器，使用正相液相色谱外标法，对试样中的氯氰菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂

正己烷：HPLC 级；

无水乙醚：HPLC 级；

氯氰菊酯：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
数据处理机；

色谱柱: 150mm × 3.9mm (id) 不锈钢柱, 硅胶 Nova-Pak SiO₂ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

定量进样阀: 20μL。

2.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1mL/min;

检测波长: 230nm;

流动相: 正己烷+无水乙醚=98+2 (φ);

进样量: 5μL;

保留时间:

低效顺式 [(R)-α, (1R)-顺式+(S)-α, (1S)-顺式] 5.2min,

高效顺式 [(S)-α, (1R)-顺式+(R)-α, (1S)-顺式] 5.9min,

低效反式 [(R)-α, (1R)-反式+(S)-α, (1S)-反式] 6.7min,

高效反式 [(S)-α, (1R)-反式+(S)-α, (1S)-反式] 7.5min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标准溶液的制备

称取氯氰菊酯标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.5.2 样品溶液的制备

称取含氯氰菊酯 50mg (精确称至 0.2mg) 的样品于 50mL 容量瓶中, 加入正己烷溶解并定容, 摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 先注入数针标准溶液, 直至相邻两针氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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氯氰菊酯峰面积分别进行平均。氯氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \rho}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——试样溶液中氯氰菊酯（低效顺式+高效顺式+低效反式+高效反式）峰面积的平均值；

r_2 ——标样溶液中氯氰菊酯（低效顺式+高效顺式+低效反式+高效反式）峰面积的平均值；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——标样的质量，g；

p ——标样中氯氰菊酯的质量分数，%。

3 方法适用范围

本方法适用于氯氰菊酯原药、乳油、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

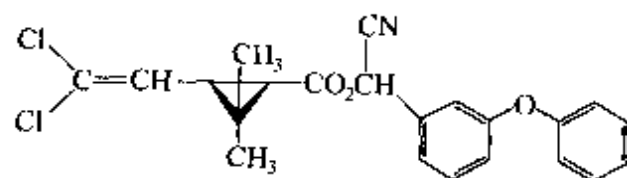
（孙绮丽 季 颖）

zeta-氯氰菊酯 (zeta-cypermethrin)

分子式 $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量 416.3

结构式



化学名称 (S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1RS,3RS)-3-(2,2)-二氯乙烯基-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯与(S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1RS,3SR)-3-(2,2)-二氯乙烯基-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯的混合物。其异构体所占比例分别为45%~55%、55%~45%。

物化性质 纯品为黑棕色黏稠液体，熔点 -22.4°C ，闪点 $>300^{\circ}\text{C}$ ；蒸气压 $\leq 2.5 \times 10^{-4} \text{ mPa}$ (20°C)；相对密度1.219。溶解度：水0.045 (mg/L, 25°C)，易溶大多数有机溶剂。在 50°C 下稳定1年。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，ZorbaxSB-CN 色谱

柱和紫外 280nm 检测器, 使用反相液相色谱外标法对试样中的 *zeta*-氯氰菊酯进行分离和测定。

2 试剂

乙腈: HPLC 级;

二次蒸馏水;

zeta-氯氰菊酯: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, ZorbaxSB-CN (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

定量进样阀: 20 μ L。

4 操作条件

柱温: 40 $^{\circ}$ C;

流速: 2mL/min;

检测波长: 280nm;

流动相: 开始时用乙腈, 2min 及以后用 50% 乙腈溶液;

进样量: 10 μ L;

保留时间: 14.3min。

5 测定步骤

5.1 标准溶液的制备

称取 *zeta*-氯氰菊酯标样 50mg (精确称至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 样品溶液的制备

称取含 *zeta*-氯氰菊酯 50mg (精确称至 0.2mg) 的试样, 置于 50mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标准溶液, 直至相邻两针 *zeta*-氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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 *zeta*-氯

氰菊酯峰面积分别进行平均。*zeta*-氯氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 *zeta*-氯氰菊酯峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中 *zeta*-氯氰菊酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中 *zeta*-氯氰菊酯的质量分数, %。

注: 液相色谱法测定异构体比例。

HPLC-UV-280nm 检测器, 色谱柱: 250mm×4.6mm (id) 不锈钢柱, *D*-苯基甘氨酸 *D*-Pheny glycine (5 μ m); 流动相: 正己烷+1, 2-二氯乙烷=100+11 (ϕ), 流速: 1mL/min; 柱温: 室温; 样品溶液: 2mg/mL 异辛烷; 保留时间: *S* 体 (有效体) 29.4min, *R* 体 30.9min。

色谱柱在使用前先用四氢呋喃、甲醇冲柱, 再用流动相平衡, 最后用正庚烷冲柱。此柱长期保存在正庚烷中; 自动进样后, 应用含有 5% 异丙醇的正庚烷冲洗定量线圈。

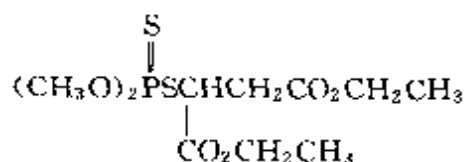
(王以燕)

马拉硫磷 (malathion)

分子式 $C_{10}H_{19}O_6PS_2$

相对分子质量 330.4

结构式



化学名称 *O,O*-二甲基-*S*-[1,2-双(乙氧基甲酰基)乙基]二硫代磷酸酯

其他名称 马拉松

物化性质 纯品为浅黄色油状液体。沸点 156~157℃/93.33Pa, 相对密度 d_4^{25} 1.23, 折射率 n_D^{25} 1.4985, 黏度 3.678Pa·s/25℃。在室温下微溶于水, 溶解度为 145mg/L; 与多种有机溶剂混溶。遇

碱性物质易分解失效。对铁有腐蚀性。原药为深褐色油状液体，具有强烈的大蒜臭味。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二丙烯酯作内标物，用2%OV-101/Chromosorb W HP 色谱柱和FID检测器，对试样中的马拉硫磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

马拉硫磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丙烯酯约0.46g，置于100mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释到刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度5mV或相当的积分仪；

色谱柱：1.0m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装2%OV-101/Chromosorb W HP (125~150 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度：柱室170，气化室200，检测室200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气35，空气400；

进样体积：1.0 μ L；

保留时间：马拉硫磷约6min，邻苯二甲酸二丙烯酯约3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含马拉硫磷约100mg (精确至0.2mg) 的标样，置于15mL具塞三角瓶中，准确加入内标溶液10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含马拉硫磷约100mg (精确至0.2mg) 的试样，置于15mL具塞三角瓶中，准确加入内标溶液10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针马拉硫磷相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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马拉硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。马拉硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中马拉硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中马拉硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中马拉硫磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于马拉硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

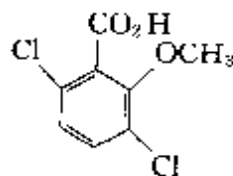
(张志一)

麦草畏 (dicamba)

分子式 $C_8H_6Cl_2O_3$

相对分子质量 221.0

结构式



化学名称 2-甲氧基-3,6-二氯苯甲酸

其他名称 百草敌、Banvel

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $114 \sim 116^\circ\text{C}$, 沸点 $> 200^\circ\text{C}$, 蒸气压 1.67mPa (25°C)。溶解度 (25°C , g/l): 水 6.1, 丙酮 810, 环己酮 922, 二氯甲烷 260, 乙醇 922, 二氧六环 1180, 甲苯 130, 二甲苯 78。在正常状态有一定抗氧化和水解作用, 在酸和碱性介质下稳定, 分解温度 200°C 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相、 C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器，用反相液相色谱法对试样中的麦草畏进行分离和测定。

2 试剂和溶液

甲醇：HPLC级；

二次蒸馏水；

乙酸；

1mol/L 乙酸溶液；

麦草畏标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器 UV-243nm；

色谱数据处理机；

色谱柱：150mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C_{18} (5 μ m) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

定量进样阀：20 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1mL/min；

检测波长：243nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：甲醇+水 (1mol/L 乙酸溶液) = 40+60 (φ)；

保留时间：麦草畏约 4.3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含麦草畏 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 25mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含麦草畏 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 25mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针麦草畏相对响应值变化小于1.0%后，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。

6 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麦草畏峰面积分别进行平均。麦草畏的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中麦草畏峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中麦草畏峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中麦草畏的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于麦草畏原药及其盐形式的单制剂分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：红外光谱法——CIPAC H 手册中的方法；用0.2cmNaCl比色池，以CS₂为参比液，在1100~930cm⁻¹范围进行扫描，以1075~1035cm⁻¹最低点作水平切线为基线，在1012cm⁻¹处测定标准和试样溶液的吸收值。

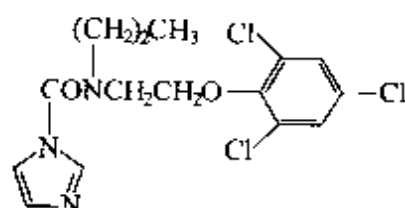
(王以燕 季 颖)

咪鲜胺 (prochloraz)

分子式 C₁₅H₁₆Cl₃N₃O₂

相对分子质量 376.8

结构式



化学名称 *N*-正丙基-*N*-[2-(2,4,6-三氯苯氧基)乙基]-1*H*-咪唑-1-基甲酰胺

其他名称 施保克

物化性质 纯品为无色结晶固体。熔点 38.5~41.0℃，20℃时蒸

气压 76nPa, 30℃ 时 0.436μPa。溶解度 (25℃): 丙酮 3.5kg/L, 三氯甲烷、甲苯、乙醚、二甲苯均为 2.5kg/L, 水 34mg/L。在 20℃、pH7 的水中稳定; 对浓酸或碱介质或阳光下不稳定。原药纯度约为 97%, 为黄褐色液体, 遇冷固化。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+乙腈+水为流动相, 使用以 C₁₈ 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器, 对试样中的咪鲜胺进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙腈: 色谱纯;

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

咪鲜胺标样: 已知质量分数, ≥98%。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 Nucleosil C₁₈ (5μm);

进样器: 10μL。

4 操作条件

流动相: 甲醇+乙腈+水=30+40+30 (φ);

流速: 1.2mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 10μL;

柱温: 室温;

保留时间: 咪鲜胺约 11min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 咪鲜胺标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 80mL 甲醇溶解, 放入超声波振荡器中振荡萃取 10 min, 冷至室温, 用甲醇定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 咪鲜胺的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，加入 80mL 甲醇溶解，放入超声波振荡器中振荡萃取 10min，冷至室温，用甲醇定容，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针咪鲜胺相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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咪鲜胺峰面积分别进行平均。咪鲜胺的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中咪鲜胺峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中咪鲜胺峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中咪鲜胺的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于咪鲜胺原药、可湿性粉剂、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

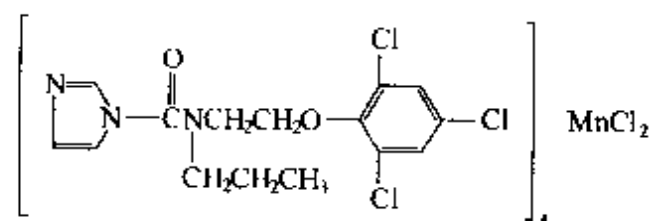
（赵永辉 黄修柱）

咪鲜胺氯化锰络合物 (prochloraz manganese chloride complex)

分子式 $(C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2)_4MnCl_2$

相对分子质量 1633

结构式



化学名称 N-正丙基-N-[2-(2,4,6-三氯苯氧基)乙基]-1H-咪唑-1-基甲酰胺氯化锰络合物

其他名称 施保功

物化性质 原药为白色至褐色沙粒状粉末, 气味微芳香。熔点 141~142.5℃, 蒸气压 0.02Pa (25℃)。溶解度: 水中 40mg/L, 丙酮中 7g/L。在水溶液或悬浮液中, 此络合物可很快分离成咪鲜胺和氯化锰; 在 25℃下, 其分解率在 4h 内达 55%。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 过滤, 以水+甲醇+乙腈为流动相, 使用 C₁₈ 不锈钢柱和 230nm 紫外检测器, 对试样中的咪鲜胺氯化锰络合物进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇;

乙腈;

二次蒸馏水;

咪鲜胺标样: 已知质量分数, ≥98%。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 230nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (5μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.5~1.8mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 20μL;

流动相: 甲醇+乙腈+水=25+40+35 (φ);

保留时间: 咪鲜胺约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 咪鲜胺标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶

中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 咪鲜胺的咪鲜胺氯化锰络合物试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 烧杯中，加入甲醇 60mL，在沸水浴上加热 3min，冷却至室温，用甲醇转移至 100mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针咪鲜胺相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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咪鲜胺峰面积分别进行平均。咪鲜胺氯化锰络合物的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2} \times 1.084$$

式中 r_1 ——标样溶液中咪鲜胺峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中咪鲜胺峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中咪鲜胺的质量分数，%；

1.084——换算系数。

7 方法适用范围

本方法适用于咪鲜胺氯化锰络合物原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

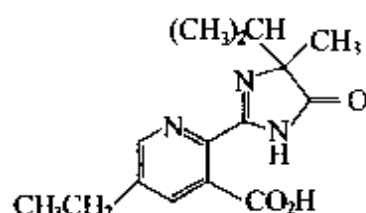
（赵永辉）

咪唑乙烟酸（imazethapyr）

分子式 $C_{15}H_{19}N_3O_3$

相对分子质量 289.3

结构式



化学名称 (RS)-5-乙基-2-(4-异丙基-4-甲基-5-氧代咪唑啉-2-基)吡啶-3-羧酸

其他名称 pursuit、咪草烟、普施特

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $169\sim 173^{\circ}\text{C}$ ，沸点 180°C （分解），蒸气压： $<13\mu\text{Pa}$ (60°C)。溶解度 (g/L, 25°C) 水 1.4，丙酮 48.2，甲醇 105，二氯甲烷 185，二甲亚砜 422，异丙醇 17，甲苯 5，庚烷 0.9。光照下易分解，有腐蚀性，不能与强氧化剂混合。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二甲基甲酰胺溶液溶解、过滤，以乙腈-磷酸缓冲液为流动相， C_8 色谱柱和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的咪唑乙烟酸进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈：HPLC 级；

二甲基甲酰胺 (DMF)：HPLC 级；

磷酸；

磷酸二氢钾；

磷酸缓冲液：13.6g $\text{KH}_2\text{PO}_4/\text{L}$ ，用 H_3PO_4 调 $\text{pH}=2.17$ ；

稀释溶液：二甲基甲酰胺+水=1+1 (φ)；

咪唑乙烟酸标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C_8 ($10\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器：20~50 μL 。

4 操作条件

柱温： 40°C 或室温；

流速：1.5mL/min；

检测波长: 254nm;

进样量: 20 μ L;

流动相: 乙腈+磷酸缓冲液=30+70 (ϕ);

保留时间: 咪唑乙烟酸约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取咪唑乙烟酸标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 先用 10mL 二甲基甲酰胺溶解, 再用稀释液稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含咪唑乙烟酸试样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用稀释溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针咪唑乙烟酸相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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咪唑乙烟酸峰面积分别进行平均。咪唑乙烟酸的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中咪唑乙烟酸峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中咪唑乙烟酸峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中咪唑乙烟酸的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于咪唑乙烟酸原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 1. 测定原药时还可采用内标法, 内标物为: 乙酰替苯胺。

2. 如产品含量以质量/体积计, 则计算时应乘以试样的密度。

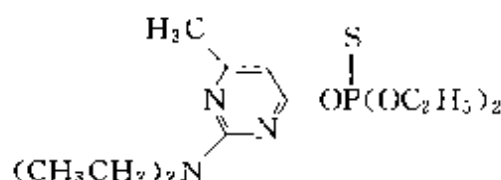
(王以燕)

嘧啶磷 (pirimiphos-ethyl)

分子式 $C_{13}H_{24}N_3O_3PS$

相对分子质量 333.4

结构式



化学名称 O,O-二乙基-O-(2-二乙基氨基-6-甲基嘧啶-4-基)硫代磷酸酯

其他名称 灭定磷, Pirimicid, Ferex

物化性质 纯品为稻草色液体。相对密度 d_4^{20} 1.14, 折射率 (n_D^{25}) 1.527, 蒸气压 39mPa (20℃)。130℃ 以上开始分解, 故无沸点。溶解度 (30℃): 水小于 1mg/L, 能溶于大多数有机溶剂中。在 80℃ 稳定大于 15d, 室温下稳定性大于 1 年。对铁有腐蚀性。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以正十九烷为内标物, 用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的嘧啶磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

嘧啶磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 正十九烷, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 5g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m $\times$ 3mm(id)玻璃柱, 内装 10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物, 在 250℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度(℃): 柱室 190, 气化室 240, 检测室 240;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1.0 μL;

保留时间: 嘧啶磷约 9.5 min, 正十九烷约 5.1 min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取嘧啶磷标样 100 mg (精确至 0.2 mg), 置于 15 mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5 mL, 补加 5 mL 三氯甲烷稀释, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含嘧啶磷 100 mg 的试样 (精确至 0.2 mg), 置于 15 mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5 mL, 补加 5 mL 三氯甲烷稀释, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针嘧啶磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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嘧啶磷与内标物峰面积之比分别进行平均。嘧啶磷的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中嘧啶磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中嘧啶磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中嘧啶磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法主要参考 CIPAC 中的方法, 应根据仪器实际情况加以应用, 使其能够更好地使用于嘧啶磷原药、乳油等单制剂甚至复配制剂的分析。

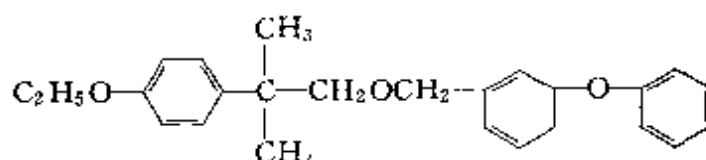
(单炜力 姜宜飞)

醚菊酯 (ethofenprox)

分子式 $C_{25}H_{28}O_2$

相对分子质量 360.5

结构式



化学名称 2-(4-乙氧基苯基)-2-甲基丙基-3-苯氧基苄基醚

其他名称 多来宝

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 36.4~37.5℃, 沸点 208℃/720Pa、200℃/24Pa、100℃/0.032Pa, 蒸气压 32mPa (100℃), 相对密度 1.157 (d_0^{23} , 固体)、1.067 ($d_0^{40.1}$, 液体)。溶解度 (g/L, 25℃) 水 1.0 (mg/L), 丙酮 908、氯仿 857.5、乙酸乙酯 870、甲醇 76.6、二甲苯 846.98、乙醇 150。在 80℃ 贮存 3 个月无明显分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二环己酯为内标物, 用 Silicone AN-600/ Chromosorb W-HP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的醚菊酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

醚菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二环己酯; 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二环己酯 1.2g, 置于 100mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1.0m × 3mm (id) 玻璃柱, 内装 5% Silicone AN-600/ Chromosorb W-HP (180~250 μ m) 填充物, 在 270℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 230, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 50, 空气 500;

进样量: 1μL;

保留时间: 醚菊酯约 19min, 邻苯二甲酸二环己酯约 9.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取醚菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含醚菊酯 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针醚菊酯相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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醚菊酯峰面积分别进行平均。醚菊酯的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中醚菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中醚菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中醚菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于醚菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

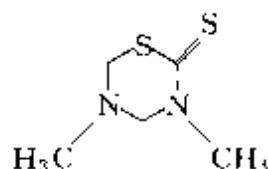
(宗伏霖)

棉隆 (dazomet)

分子式 $C_5H_{10}N_2S_2$

相对分子质量 162.3

结构式



化学名称 3,5-二甲基-1,3,5-噻二嗪-2-硫酮

其他名称 必速杀、Salvo、Basamid

物化性质 纯品为无色结晶。熔点为 $104 \sim 105^{\circ}\text{C}$ ；蒸气压 0.37mPa (20°C)。溶解度 (g/kg , 20°C)：水 3，环己烷 400，氯仿 391，丙酮 173，苯 51，乙醇 15，乙醚 6。在 35°C 下稳定，对大于 50°C 的温度和水分敏感，在酸性介质下水解成二硫化碳、甲醛和甲胺。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水+乙酸为流动相、 C_{18} 为填充物的色谱柱和紫外检测器，用液相色谱法对试样中的棉隆进行分离和测定。

2 试剂

乙腈：HPLC 级；

乙酸：HPLC 级；

二次蒸馏水；

棉隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $250\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内填 Nucleosil 100 C_{18} ($5\mu\text{m}$)；

微量进样器： $20\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流量： $1\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长：284nm；

进样体积：5 μ L；

流动相：乙腈+水+乙酸=15+35+0.1（ ϕ ）；

保留时间：棉隆约 4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取棉隆标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解，超声振荡 10min，用乙腈稀释至刻度，摇匀。再准确移取此溶液 5mL，置于另一个 50mL 容量瓶中，用乙腈定容，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含棉隆 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解，超声振荡 10min，用乙腈稀释至刻度，摇匀。再准确移取此溶液 5mL，置于另一个 50mL 容量瓶中，用乙腈定容，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针棉隆相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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棉隆峰面积分别进行平均。棉隆的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中棉隆峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中棉隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中棉隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于棉隆原药及其单制剂的分析，对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：此方法是 CIPAC J 手册中的方法。

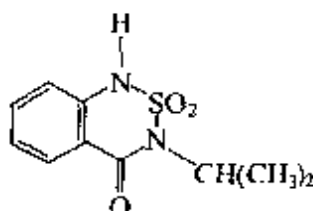
（王以燕）

灭草松 (bentazone)

分子式 $C_{10}H_{12}N_2O_3S$

相对分子质量 240.3

结构式



化学名称 3-异丙基-1*H*-2,1,3-苯并噁二嗪-4(3*H*)-酮-2,2-二氧化物

其他名称 排草丹, 苯达松, 噻草平, 百草克

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 $139.4 \sim 141^{\circ}\text{C}$, 蒸气压 0.17mPa (20°C), 相对密度 1.47。溶解度 (g/kg , 20°C): 丙酮 1507, 苯 33, 乙酸乙酯 650, 乙醚 616, 环己烷 0.2, 三氯甲烷 180, 乙醇 861; 水 570 (mg/L , $\text{pH}7$)。酸碱介质中不易水解, 紫外光下分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇或流动相溶解, 以甲醇+水+冰乙酸为流动相及紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的灭草松进行分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

冰乙酸;

二次蒸馏水;

灭草松标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $25\text{cm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内填 Hypersil ODS ($5\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $50\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 30℃;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 290nm 或 280nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 甲醇+水+冰乙酸=50+50+0.3(φ);

保留时间: 灭草松 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 灭草松标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇或流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 灭草松的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇或流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针灭草松相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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灭草松峰面积分别进行平均。灭草松的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中灭草松峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中灭草松峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中灭草松的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于灭草松原药的分析。对不同的单制剂、复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

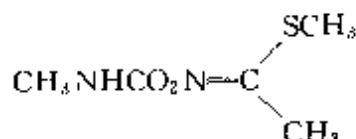
(李国平)

灭多威 (methomyl)

分子式 $C_5H_{10}N_2O_2S$

相对分子质量 162.2

结构式



化学名称 S-甲基 N-(甲基氨基甲酰氧基) 硫代乙酰亚氨酸酯

物化性质 纯品为无色结晶，稍带硫磺气味。熔点 $78\sim 79^\circ\text{C}$ ，相对密度 d_4^{25} 1.2946，蒸气压 0.72mPa (25°C)。溶解度 (g/L, 25°C): 水 57.9，丙酮 730，乙醇 420，甲醇 1000。水溶液在室温下分解缓慢，在日光下在碱性介质中或在较高温度下迅速分解，在土壤中分解较快。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器，对试样中的灭多威进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

灭多威标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm}\times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱，内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 225nm ；

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇+水=40+60 (φ);

保留时间: 灭多威 4.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 灭多威标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 灭多威的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针灭多威相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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灭多威峰面积分别进行平均。灭多威的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中灭多威峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中灭多威峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中灭多威的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于灭多威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

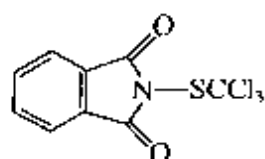
(孙绮丽)

灭菌丹 (folpet)

分子式 $C_9H_4Cl_3NO_2S$

相对分子质量 296.6

结构式



化学名称 N-三氯甲基邻苯二甲酰亚胺

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 177℃，蒸气压 1.3mPa (20℃)。溶解度 (室温): 水中 1mg/L, 微溶于有机溶剂。在水中缓慢分解, 在强碱性介质中快速分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以正二十二烷为内标物, 用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的灭菌丹进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

灭菌丹标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 正二十二烷, 不含干扰分析的杂质;

固定液: OV-17;

载体: Chromosorb W HP (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 3g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1.5m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱, 内装 2% OV-17/ Chromosorb W HP (180~250 μ m) 填充物, 在 240℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 210, 气化室 240, 检测室 240;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1.0 μ L。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取灭菌丹标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶

中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含灭菌丹 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针灭菌丹相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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灭菌丹与内标物峰面积之比分别进行平均。灭菌丹的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中灭菌丹与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中灭菌丹与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中灭菌丹的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于灭菌丹原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

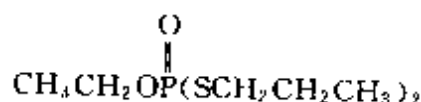
（单炜力 姜宜飞）

灭线磷 (ethoprophos)

分子式 $C_8H_{19}O_2PS_2$

相对分子质量 242.3

结构式



化学名称 O-乙基-S,S-二丙基二硫代磷酸酯

其他名称 益收宝，丙线磷，灭克磷

物化性质 纯品为淡黄色透明液体。沸点 $86\sim 91^{\circ}\text{C}/24.7\text{Pa}$ ， 26°C 时蒸气压 46.5nPa 。在水中溶解度 750mg/L ，丙酮、环己烷、1,2-二氯乙烷、乙醚、乙醇、乙酸乙酯、二甲苯 $>300\text{mg/L}$ 。本品在水中直至 $100^{\circ}\text{C}(\text{pH}7)$ 也很稳定，但在 25°C 碱性介质中 ($\text{pH}9$) 迅速水解。常温下贮存两年，有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经丙酮溶解，用邻苯二甲酸二丙烯酯作内标物，以 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的色谱柱和 FID 检测器，对试样中的灭线磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

灭线磷标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丙烯酯 3g，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (150 $\sim$ 180 μm) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 165，气化室 230，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μL ；

保留时间：灭线磷 6 $\sim$ 7min，内标物 4 $\sim$ 5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含灭线磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含灭线磷约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 内酮溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针灭线磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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灭线磷与内标物峰面积之比分别进行平均。灭线磷的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中灭线磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于灭线磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

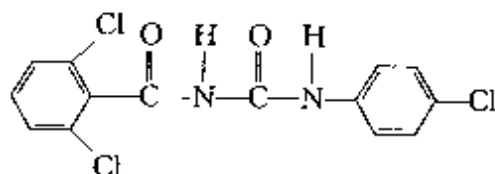
(刘苹苹)

灭幼脲 (chlorbenzuron)

分子式 $C_{14}H_9Cl_3N_2O_2$

相对分子质量 343.6

结构式



化学名称 1-(4-氯苯基)-3-(2,6-二氯苯甲酰基)脲

其他名称 PH60-38

物化性质 纯品为白色晶体。熔点为 199~201℃。不溶于水，易溶于大多数有机溶剂。遇碱或较强的酸易分解，常温下贮存较稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+水为流动相，使用以 C₁₈ 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的灭幼脲进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：HPLC 级；

新蒸二次蒸馏水；

灭幼脲标样：已知质量分数，≥99%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.3mm(id)不锈钢柱，内装 C₁₈ 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：0.6mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20μL；

流动相：甲醇+水=70+30 (v/v)；

保留时间：灭幼脲约 11.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取灭幼脲标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含灭幼脲 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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,直至相邻两针灭幼脲相对响应值变化小于1.0%后,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。

6 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灭幼脲峰面积分别进行平均。灭幼脲的质量分数 $X(\%)$,按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中灭幼脲峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中灭幼脲峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中灭幼脲的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于灭幼脲原药、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

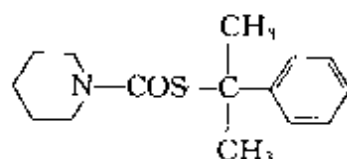
(单炜力 姜宜飞)

嘧草丹 (dimepiperate)

分子式 $C_{15}H_{21}NOS$

相对分子质量 263.4

结构式



化学名称 N,N -五亚甲基硫代氨基甲酸- S -(α,α -二甲基苄基)酯

其他名称 优克稗

物化性质 本品为无色结晶固体。熔点 $38.8 \sim 39.3^\circ\text{C}$, 沸点 $164 \sim 168^\circ\text{C}/100\text{Pa}$, 蒸气压 0.53mPa (30°C)。溶解度 (25°C): 水 20mg/L , 丙酮 6.2kg/L , 氯仿 5.8kg/L , 环己酮 4.9kg/L , 乙醇 4.1kg/L , 己烷 2.0kg/L 。稳定性: 30°C 下稳定1年以上, 当干燥时在日光下稳定, 其水溶液在 pH1 和 pH14 稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以正二十二烷为内标物，用 5%XE-60 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的哌草丹进行分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

哌草丹标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：正二十二烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1.8g 正二十二烷，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm $\times$ 3.2mm(id)玻璃柱，内装 5%XE-60/Gas Chromosorb Q (150~180 μ m)填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 170，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：哌草丹约 9.9min，正二十二烷约 3.3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取哌草丹标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 哌草丹 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针哌草丹相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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哌草丹与

内标物峰面积之比分别进行平均。试样中哌草丹的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中哌草丹与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中哌草丹与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中哌草丹的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于哌草丹原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

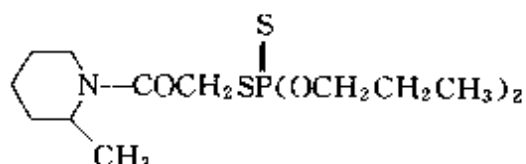
(刘绍仁 段丽芳)

哌草磷 (piperophos)

分子式 $C_{14}H_{28}NO_3PS_2$

相对分子质量 353.5

结构式



化学名称 *O,O*-二正丙基-*S*-(2-甲基哌啶基甲酰基甲基)二硫代磷酸酯

其他名称 威罗生-1, C19490

物化性质 纯品为淡黄色黏稠液体。沸点 $>250^{\circ}\text{C}$ ，在 190°C 下分解；蒸气压 $0.032\text{mPa}(20^{\circ}\text{C})$ ，相对密度 $1.13(20^{\circ}\text{C})$ 。水中溶解度 $25\text{mg/L}(20^{\circ}\text{C})$ ；微溶于苯、丙酮、二氯甲烷、己烷、辛醇。在常温下稳定，在 pH9 的条件下缓慢水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以磷酸三苯酯为内标物，用 3% OV-101/ Chromosorb Q 的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的哌草磷进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

哌草磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：磷酸三苯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取磷酸三苯酯 6g，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m × 3mm (id) 玻璃柱，内装 3% OV-101/Chromosorb Q (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 220，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 43，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：哌草磷 8.7min，内标物 6.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取哌草磷标样 120mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含哌草磷约 120mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入数针标样溶液，直至相邻两针哌草磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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哌草磷与内标物峰面积之比分别进行平均。哌草磷的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中哌草磷与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中哌草磷与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，g；
 m_2 ——试样的质量，g；
 p ——标样中哌草磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于哌草磷原药、威罗生乳油（哌草磷+异戊净=1+4）等制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

（王以燕）

扑草净 (prometryn)

分子式 $C_{10}H_{19}N_5S$

相对分子质量 241.4

结构式



化学名称 2-甲硫基-4,6-双(异丙基氨基)-1,3,5-三嗪

其他名称 Caprol, Gesagard, G3416

物化性质 纯品为无色粉末。熔点 $118\sim 120^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 0.133mPa (20°C)，相对密度 1.157 (20°C)。溶解度 (g/L, 20°C)：水 33 (mg/L)，丙酮 240，二氯甲烷 300，己烷 5.5，甲醇 160，辛醇 100，甲苯 170。 K_{ow} 2190。在中性或弱碱介质中 (20°C) 对水解稳定。本品为碱性， pK_a 4.1 (21°C)。土壤中 DT_{50} 40~70d。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以三唑酮为内标物，用 3%PEG-20M 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的扑草净进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

扑草净标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：三唑酮，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 2.0g 三唑酮，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2.0m $\times$ 3.2mm(id)玻璃柱，内装 3%PEG-20M/Gas Chromosorb Q (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 200，气化室 230，检测室 230；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：扑草净约 13min，内标物约 18min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取扑草净标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 扑草净（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针扑草净相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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扑草净与内标物峰面积之比分别进行平均。扑草净的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中扑草净与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中扑草净与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中扑草净的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于扑草净原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

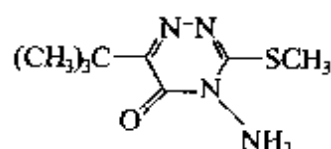
(刘绍仁 段丽芳)

噻草酮 (metribuzin)

分子式 $C_8H_{14}N_4OS$

相对分子质量 214.3

结构式



化学名称 3-甲硫基-4-氨基-6-叔丁基-4,5-二氢-1,2,4-三嗪-5-酮

其他名称 Sencor, Sencorex, Sencoral, Lexone, 赛克

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 $125.5 \sim 126.5^{\circ}\text{C}$, 蒸气压 $0.058\text{mPa}(20^{\circ}\text{C})$ 。溶解度 (20°C): 水 1.05g/L , 丙酮 820g/kg , 苯 220g/kg , 氯仿 850g/kg , 环己酮 1kg/kg , 二氯甲烷 $>200\text{g/L}$, 乙醇 190g/kg , 己烷 $0.1 \sim 1.0\text{g/L}$, 异丙醇 $50 \sim 100\text{g/L}$, 甲苯 $50 \sim 100\text{g/L}$ 。 $K_{ow} 40$ 。原药略带硫磺气味。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 5% XE-60 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的噻草酮进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

噻草酮标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.0g 邻苯二甲酸二丁酯, 置于 100mL 容量瓶

中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm×3.2mm(id)玻璃柱，内装 5% XE-60/ Gas Chromosorb Q (150~180μm) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 180，气化室 220，检测室 220；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）40，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：噁草酮约 8.7min，邻苯二甲酸二正丁酯 5.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取噁草酮标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 噁草酮（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针噁草酮相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噁草酮与内标物峰面积之比分别进行平均。噁草酮的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噁草酮的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于噻草酮原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(刘绍仁 段丽芳)

氰草津 (cyanazine)

分子式 $C_9H_{13}ClN_6$

相对分子质量 240.5

结构式



化学名称 2-氯-4-(1-氰基-1-甲基乙基氨基)-6-乙基氨基-1,3,5-三嗪

其他名称 百得斯，草净津

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $166.5 \sim 167^\circ\text{C}$ ， 30°C 蒸气压为 $1.33\mu\text{Pa}$ ， 20°C 时蒸气压为 $0.2\mu\text{Pa}$ 。溶解度(g/L, 25°C)：水 171 (mg/L)，乙醇 45，氯仿 210，甲基环己酮 210，正己烷 15。对光和热很稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，过滤，以二氯甲烷-异丙醇为流动相，使用以 Lichrosorb-NH₂ 填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，以邻硝基苯胺为内标物，对试样中的氰草津进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷：HPLC 级；

异丙醇：HPLC 级；

邻硝基苯胺：不含干扰分析的杂质；

氰草津标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标溶液：称取 0.5g 邻硝基苯胺，置于 1000mL 的容量瓶中，

用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm(id) 不锈钢色谱柱，内装 Lichrosorb-NH₂(10μm)填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.2mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10μL；

流动相：二氯甲烷+异丙醇=99+1(φ)；

保留时间：氰草津约 5.6min；邻硝基苯胺约 3.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取氰草津标样 100mg(精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 50mL，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氰草津 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 50mL，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针氰草津相对响应值变化小于 1.0%后，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。

6 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氰草津与内标物峰面积之比分别进行平均。氰草津的质量分数 X(%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氰草津与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中氰草津与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，g；
 m_2 ——试样的质量，g；
 p ——标样中氰草津的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于氰草津原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。另外，采用外标法在本方法的操作条件下也可能取得满意的结果。

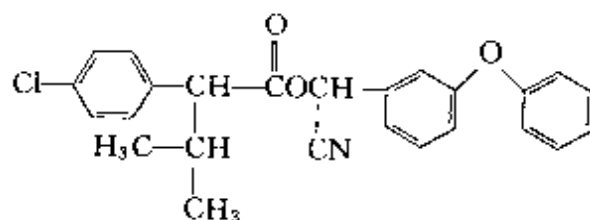
(单炜力 姜宜飞)

氰戊菊酯 (fenvalerate)

分子式 $C_{25}H_{22}ClNO_3$

相对分子质量 419.9

结构式



化学名称 (DSC) — 氰草津

定相的玻璃填充柱和 FID 检测器,对试样中的氰戊菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

氰戊菊酯标样:已知质量分数, $\geq 99.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二癸酯,不含干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 1g 邻苯二甲酸二癸酯,置于 100mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机:满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱:2m $\times$ 2mm(id)玻璃填充柱,内装 1.5%DC-11+5% QF-1/Chromosorb W AW-DMCS(150~180 μ m)填充物。

4 操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱室 230,气化室 270,检测室 270;

气体流速(mL/min):载气(N_2) 20,氢气 30,空气 300;

进样量:1 μ L;

保留时间:氰戊菊酯 α 体约 22min, β 体约 24min;内标物约 29min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含氰戊菊酯约 100mg(精确至 0.2mg)的标样,置于 15mL 具塞三角瓶中,准确加入内标溶液 10mL,摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含氰戊菊酯约 100mg(精确至 0.2mg)的试样,置于 15mL 具塞三角瓶中,准确加入内标溶液 10mL,摇匀。

5.3 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,直至相邻两针氰戊菊酯相对响应值变化小于 1.5%后,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。

6 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氰戊菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。氰戊菊酯的质量分数 $X(\%)$,

按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氰戊菊酯 (α 体 + β 体) 与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中氰戊菊酯 (α 体 + β 体) 与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中氰戊菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于氰戊菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

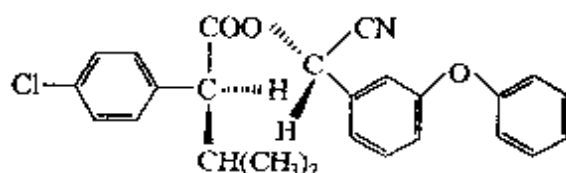
(季 颖)

S-氰戊菊酯 (es fenvalerate)

分子式 $C_{25}H_{22}ClNO_3$

相对分子质量 419.9

结构式



化学名称 (S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(S)-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酸酯

其他名称 来福灵、顺式氰戊菊酯

物化性质 纯品为白色结晶固体。熔点 $59.0 \sim 60.2^\circ\text{C}$, 相对密度 $1.163(23^\circ\text{C})$, 蒸气压 20°C 时为 $35.1\mu\text{Pa}$, 25°C 时为 $66.7\mu\text{Pa}$ 。易溶于有机溶剂, 不溶于水。常温下贮存稳定。原药为棕色黏稠状液体或固体, 熔点 $49.9 \sim 55.7^\circ\text{C}$, 沸点 $\geq 200^\circ\text{C}/1.33 \times 10^2 \text{ Pa}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯及异辛烷溶解, 以 2% 乙酸乙酯异辛烷溶液为

流动相, 使用 SUMIPAX OA-2000 手性不锈钢柱和 230nm 紫外检测器, 对试样中的 *S*-氰戊菊酯进行液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯;

异辛烷;

S-氰戊菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 230nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.0mm (id) 手性不锈钢柱, 内填 SUMIPAX OA-2000(5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 0.8mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 2%乙酸乙酯异辛烷溶液;

保留时间: *R,S*-氰戊菊酯 47.0min, *S,R*-氰戊菊酯 50.4min, *S,S*-氰戊菊酯 55.6min, *R,R*-氰戊菊酯 61.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取约含 50mg *S*-氰戊菊酯的标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用几滴乙酸乙酯溶解后, 加入异辛烷定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg *S*-氰戊菊酯的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用几滴乙酸乙酯溶解后, 加入异辛烷定容, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针 *S*-氰戊菊酯相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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 S-氰戊菊酯峰面积分别进行平均。S-氰戊菊酯的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中 S-氰戊菊酯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中 S-氰戊菊酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中 S-氰戊菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于 S-氰戊菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

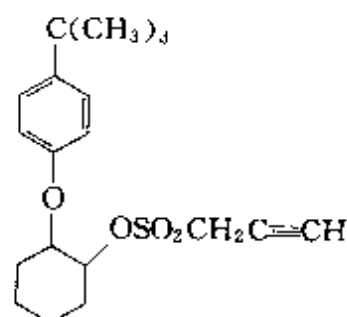
(单炜力 季 颖)

炔螨特 (propargite)

分子式 $C_{19}H_{26}O_4S$

相对分子质量 350.5

结构式



化学名称 2-(4-叔丁基苯氧基)环己基丙-2-炔基亚硫酸酯

其他名称 克螨特，螨除净

物化性质 原药为深红棕色黏稠液体。蒸气压 0.006mPa(25℃)，相对密度 1.1130(20℃)。 K_{ow} 5314。水中溶解度 632mg/L(25℃)；与许多有机溶剂，如丙酮、苯、乙醇、正己烷、庚烷、甲醇混溶。

20℃保存1年无分解，强酸和强碱（ $\text{pH} > 10$ ）中分解， $\text{p}K_{\text{a}} > 12$ ，闪点 71.4℃。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经氯仿溶解，用二十二烷作内标物，用 3% OV-101/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的炔螨特进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

氯仿；

炔螨特标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：二十二烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取二十二烷 5g，置于 500mL 容量瓶中，用氯仿溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm $\times$ 3mm(id) 玻璃或不锈钢柱，内装 3% OV-101/Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μm) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 210，气化室 240，检测室 240；

气体流速（mL/min）：载气（ N_2 ）20，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μL ；

保留时间：炔螨特约 10min，内标物约 6.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含炔螨特约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含炔螨特约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针炔螨特相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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炔螨特与内标物峰面积之比分别进行平均。炔螨特的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中炔螨特与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中炔螨特与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中炔螨特的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于炔螨特原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

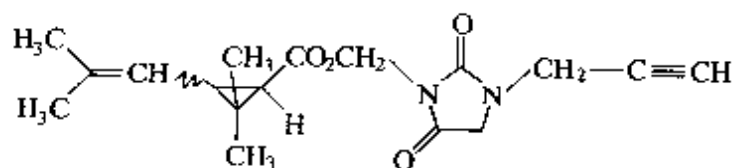
(王国联)

炔咪菊酯 (imiprothrin)

分子式 $C_{17}H_{22}N_2O_4$

相对分子质量 318.4

结构式



化学名称 顺，反式[2,5-二氧代-3-(2-丙炔基)-1-咪唑烷基]甲基菊酸酯

其他名称 扑杀雷

物化性质 本品为浓稠液体。蒸气压 $1.8 \times 10^{-3} \text{ mPa}/25^\circ\text{C}$ ，相对密度 1.1(20°C)，闪点 141°C 。溶解度：水中 93.5(mg/L, 25°C)；易溶于正辛醇、乙腈、甲醇、丙酮和甲苯等有机溶剂。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸（二乙基）己酯为内标物，用 5%SE-30/Chromosorb W-HP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的炔咪菊酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

炔咪菊酯标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸（二乙基）己酯；不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸（二乙酯）己酯 0.15g，置于 50mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解，并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 3mm(id)玻璃柱，内装 5%SE-30/Chromosorb W-HP(150~180 μ m)填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 220，气化室 250，检测室 250；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）40，氢气 50，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：炔咪菊酯约 4.5min，内标物 9.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取炔咪菊酯标样 40mg（精确至 0.2mg），置于 25mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含炔咪菊酯约 40mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 25mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针炔咪菊酯相对响应值变化小于 1.5%后，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。

6 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炔咪菊酯

与内标物峰面积之比分别进行平均。炔咪菊酯的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中炔咪菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中炔咪菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中炔咪菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于炔咪菊酯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：1. 气相色谱法——测异构体比例。

样品经皂化、酸化后生成二氯菊酸，用 $25\text{m} \times 0.25\text{mm}(\text{id})$ β DEX-120 ($0.2\mu\text{m}$) 石英毛细管柱和 FID 检测器，对酸化产物进行分离和测定。柱温：150℃，气化、检测 250℃，保持 2min；载气 (N_2) 流速：2mL/min，分流比 1:20。保留时间：炔咪菊酯反式右旋体 5.3 min，顺式右旋体 5.8min 反式左旋体 5.7 min，顺式左旋体 6.1min。

2. 也可采用 DB-1 大口径毛细管柱 $30\text{m} \times 0.53\text{mm}(\text{id})$ 和 FID 检测器测定总酯含量。柱温：220℃，气化 250℃，检测 230℃；载气 (N_2) 流速：40mL/min。保留时间：4.0min，内标（邻苯二甲酸二异辛酯，8mg/mL 丙酮）9.0min。

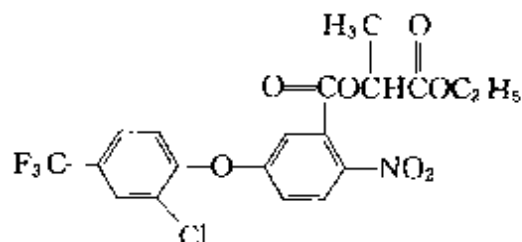
(王以燕)

乳氟禾草灵 (lactofen)

分子式 $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{ClF}_3\text{NO}_7$

相对分子质量 461.8

结构式



化学名称 O-[5-(2-氯-4-三氟甲基苯氧基)-2-硝基苯甲酰基]-DL-乳酸乙酯

其他名称 克阔乐

物化性质 原药为深红色液体。相对密度为 1.222，20℃时蒸气压为(0.66~0.8)kPa。在水中溶解度为 19.2%，易溶于二甲苯。易燃。24%克阔乐乳油为琥珀色液体，常温下可稳定贮存 1 年。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈+1%乙酸溶液溶解，过滤，以甲醇和 1%乙酸溶液为流动相，使用 HYPERSIL ODS 的不锈钢柱和 285nm 紫外检测器，对试样中的乳氟禾草灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇；

乙腈；

水：二次蒸馏；

乙酸；

乳氟禾草灵标样：已知质量分数，≥98%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 285nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm(id)，HYPERSIL ODS 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.3mL/min；

检测波长：285nm；

进样体积：20μL；

流动相：甲醇+1%乙酸溶液=70+30 (v)；

保留时间：乳氟禾草灵约 18.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 乳氟禾草灵标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。准确移取其中 10mL，置于 100mL 容量瓶中，用稀释液 [(乙腈+1%乙酸溶液=

70+30φ)], 稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 乳氟禾草灵的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。准确移取其中 10mL, 置于 100mL 容量瓶中, 用稀释液 (乙腈+1% 乙酸溶液=70+30, φ) 稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针乳氟禾草灵相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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乳氟禾草灵峰面积分别进行平均。乳氟禾草灵的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乳氟禾草灵峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中乳氟禾草灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中乳氟禾草灵的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于乳氟禾草灵原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

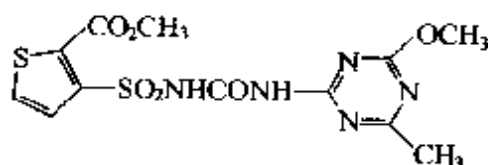
(赵永辉)

噻吩磺隆 (thifensulfuron-methyl)

分子式 $C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$

相对分子质量 387.7

结构式



化学名称 3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基噻吩-3-基磺酰基)脲

其他名称 DPX-M6316

物化性质 纯品为无色固体。熔点 186℃, 蒸气压 17mPa(25℃)。溶解度(g/L, 25℃): 水 24(mg/L, pH4)、260(mg/L, pH 5)、2.4(pH 6); 丙酮 11.9, 乙腈 7.3, 乙醇 0.9, 乙酸乙酯 2.6, 二氯甲烷 27.5。K_{ow} 3.3(pH5)、0.027(pH7)。亚氨基呈酸性, pK_a 4.0(25℃)。稳定性: 在 55℃ 稳定, 在田间条件下无明显的光分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解, 过滤, 以乙腈和水为流动相、二苯砜为内标物, 用 Zorbax ODS 不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的噻吩磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈: HPLC 级;

新蒸二次蒸馏水;

85%磷酸;

噻吩磺隆标样: 已知质量分数, ≥99%;

二苯砜: 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 7.8g 二苯砜, 置于 1000mL 的容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容, 摇匀。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm(id)不锈钢柱, 内填 ODS;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 2mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 乙腈+水(用 85%磷酸调节至 pH=3)=45+55(φ);

保留时间：噻吩磺隆约 5.8min，二苯砜约 8.9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取噻吩磺隆标样 50mg（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含噻吩磺隆 50mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针噻吩磺隆相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噻吩磺隆与内标物峰面积之比分别进行平均。噻吩磺隆的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噻吩磺隆与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中噻吩磺隆与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噻吩磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法使用内标物具有更好的重复性和重现性，适用于噻吩磺隆原药、水分散粒剂等单制剂及不同的复配制剂。

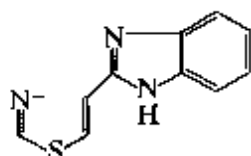
（单炜力 姜宜飞）

噻菌灵 (thiabendazole)

分子式 $C_{10}H_7N_3S$

相对分子质量 201.4

结构式



化学名称 2-(噻唑-4-基)苯并咪唑

其他名称 特克多 (Tecto), 涕必灵 (Tobaz), 噻苯灵 (Thi-benzole)

物化性质 白色无嗅粉末。熔点 $304\sim 305^{\circ}\text{C}$, 在室温下不挥发, 加热到 310°C 升华。在水中溶解度随 pH 值而改变, 在 25°C 下、pH 为 2.0 时, 约为 1%; pH 为 5~12 时低于 50mg/kg ; 在室温下有机溶剂中溶解度 (g/L): 丙酮 2.8, 苯 0.23, 氯仿 0.08, 甲苯 9.3, 二甲苯亚砷 80。在水、酸、碱性溶液中均稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水+氨水为流动相, 在以 C_{18} 为填料的色谱柱上进行分离, 用波长 280nm 紫外检测器, 对试样中的噻菌灵进行液相色谱测定。

2 试剂

甲醇: HPLC 级;

氨水;

二次蒸馏水;

噻菌灵标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $30\text{cm}\times 4.6\text{mm}(\text{id})$ 不锈钢色谱柱, 内填 BondapakTM C_{18} ($10\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min ;

检测波长: 280nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇+水+氨水=50+50+0.6(φ);

保留时间: 噻菌灵约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 噻菌灵标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 的容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 噻菌灵的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针噻菌灵相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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噻菌灵峰面积分别进行平均。噻菌灵的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噻菌灵峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中噻菌灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中噻菌灵的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于噻菌灵原药、可湿性粉剂、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

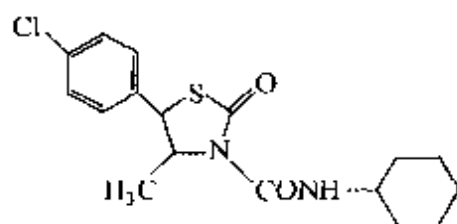
(季 颖)

噻螨酮 (hexythiazox)

分子式 $C_{17}H_{21}ClN_2O_2S$

相对分子质量 352.9

结构式



化学名称 (4*RS*,5*RS*)-5-(4-氯苯基)-*N*-环己基-4-甲基-2-氧代-1,3-噻唑烷-3-甲酰胺

其他名称 尼索朗

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 108.0 ~ 108.5℃, 蒸气压 0.0034mPa(20℃)。溶解度(g/L, 20℃): 水 0.5 (mg/L), 丙酮 160, 乙腈 28.6, 氯仿 1380, 正己烷 3.9, 甲醇 20.6, 二甲苯 362。K_{ow} 340。稳定性: 300℃ 以下稳定, 水溶液在日光下 DT₅₀ 16.7d, 在酸、碱介质中均水解, 土壤中 DT₅₀ 8d (黏壤土, 15℃)。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经氯仿溶解, 用邻苯二甲酸二苯酯作内标物, 用 2%OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的噻螨酮进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

氯仿;

噻螨酮标样: 已知质量分数, ≥98%;

内标物: 邻苯二甲酸二苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二苯酯 5g, 置于 500mL 容量瓶中, 用氯仿溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1000mm × 3mm(id) 玻璃或不锈钢柱, 内装 2%OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 填充物。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 250, 气化室 270, 检测室 270;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 20, 氢气 35, 空气 400;

进样量：1 μ L；

保留时间：噻螨酮约 3.2min，内标物约 9.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含噻螨酮约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含噻螨酮约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入氯仿 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针噻螨酮相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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噻螨酮与内标物峰面积之比分别进行平均。噻螨酮的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中噻螨酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中噻螨酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中噻螨酮的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于噻螨酮原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

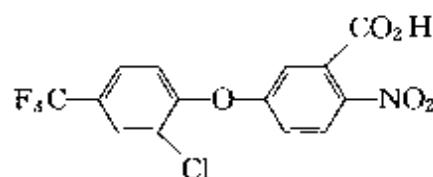
（王国联）

三氟羧草醚（acifluorfen）

分子式 $C_{14}H_7ClF_3NO_5$

相对分子质量 361.7

结构式



化学名称 5-(2-氯 α,α,α -三氟-对-甲苯氧基)-2-硝基苯甲酸

其他名称 杂草焚

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 $142\sim 160^{\circ}\text{C}$ ，相对密度 1.546，蒸气压 $< 0.01\text{mPa}$ (20°C)。溶解度 ($23\sim 25^{\circ}\text{C}$)：水 120mg/L (原药)，丙酮 600 g/L ，二氯甲烷 50g/L ，乙醇 500g/L ，二甲苯 $< 10\text{g/L}$ 。稳定性： 235°C 分解，无沸点；在 $\text{pH}3\sim 9$ (40°C) 下，不水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，采用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器，以极性溶剂为流动相，对试样中的三氟羧草醚进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙腈：优级纯；

二次蒸馏水；

冰乙酸；

三氟羧草醚标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm}\times 4.6\text{mm}(\text{id})$ 不锈钢柱，内填 C_{18} ($10\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速： 1.0mL/min ；

检测波长： 254nm ；

进样体积： $10\mu\text{L}$ ；

流动相：乙腈+水+冰乙酸 = $250+250+0.3(\varphi)$ ；

保留时间：三氟羧草醚 6.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 三氟羧草醚标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 三氟羧草醚的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针三氟羧草醚相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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氟羧草醚峰面积分别进行平均。三氟羧草醚的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三氟羧草醚峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中三氟羧草醚峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三氟羧草醚的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于三氟羧草醚原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

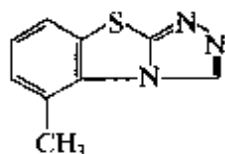
（孙绮丽）

三环唑（tricyclazole）

分子式 $C_9H_7N_3S$

相对分子质量 189.2

结构式



化学名称 5-甲基-1,2,4-三唑并[3,4-*b*]苯并噻唑

其他名称 比艳

物化性质 纯品为晶状固体。熔点 187~188℃, 蒸气压 0.027mPa (25℃)。溶解度(g/L, 25℃): 微溶于水(1.6), 二甲苯(2.1), 略溶于丙酮(10.4), 甲醇(25)。稳定性: 52℃ 稳定 (加热贮存试验), 对紫外光相对稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以正二十四烷为内标物, 用 SE-30/Gas Chrom Q 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的三环唑进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

三环唑标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 正二十四烷, 不含有干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.2g 正二十四烷, 置于 100mL 容量瓶中, 加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m×3mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Gas Chrom Q 填充物, 在 280℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 240, 气化室 290, 检测室 290;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 50, 空气 500;

进样量: 1μL;

保留时间: 三环唑约 5min, 正二十四烷约 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取三环唑标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含三环唑 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针三环唑相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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环唑与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三环唑的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中三环唑与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中三环唑与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中三环唑的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于三环唑原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

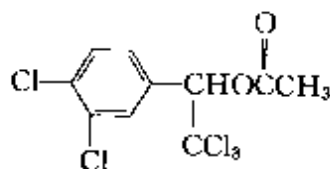
(宗伏霖)

三氯杀虫酯 (plifenate)

分子式 $C_{10}H_7Cl_5O_2$

相对分子质量 336.4

结构式



化学名称 2,2,2-三氯-1-(3,4-二氯苯基)乙基乙酸酯

其他名称 7504

物化性质 纯品为白色固体。熔点 84.5°C ，蒸气压 $1.4 \times 10^{-5} \text{ Pa}/20^{\circ}\text{C}$ 。溶解度 (mg/L, 20°C): 水 50, 异丙醇 < 10 , 环己酮 > 600 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，5% OV-101 /Chromosorb W-HP 的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的三氯杀虫酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

三氯杀虫酯标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丁酯；不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丁酯 2g，置于 200mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 5% OV-101 /Chromosorb W-HP (150~180 μm) 填充物。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$): 柱室 180°C ，气化室 240°C ，检测室 250°C ；

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 30，氢气 40，空气 300；

进样量：1 μL ；

保留时间：三氯杀虫酯约 8min，内标物 11min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取三氯杀虫酯标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 10mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 5mL，用三氯甲烷定容，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含约三氯杀虫酯试样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 10mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 5mL，用三氯甲烷定容，

摇匀。

5.3 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，直至相邻两针三氯杀虫酯相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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氯杀虫酯与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三氯杀虫酯的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三氯杀虫酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中三氯杀虫酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三氯杀虫酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于三氯杀虫酯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

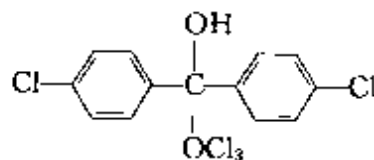
(王以燕)

三氯杀螨醇 (dicofol)

分子式 $C_{14}H_9Cl_5O$

相对分子质量 373.6

结构式



化学名称 2,2,2-三氯-1,1-双(4-氯苯基)乙醇

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $78.5 \sim 79.5^\circ\text{C}$ ，蒸气压几乎为零 (20°C)，相对密度 $d_4^{25} 1.153$ 。溶解度 (20°C)：水 0.8mg/L ，能与大多数有机溶剂互溶，甲苯 400g/L ，甲醇 337g/L 。稳定性：

在 $\leq 80^{\circ}\text{C}$ 下稳定，在光照下降解为 4,4'-二氯二苯酮，遇浓碱转化为 4,4'-二氯二苯酮和氯仿。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以林丹为内标物，用内涂 OV-101 固定液的毛细管色谱柱和 FID 检测器，对试样中的三氯杀螨醇进行色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮；

三氯杀螨醇标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：林丹，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

内标溶液：称取林丹 6g，置于 500mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：25m $\times$ 0.25mm(id)，膜厚 0.25 μm ，内涂 OV-101 固定液石英毛细管柱。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 180，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (He) 40，氢气 50，空气 500；

分流比：1 : 50；

补充气 (N_2)：40mL/min；

进样量：1 μL ；

保留时间：三氯杀螨醇约 6~7min，林丹约 8~9min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取三氯杀螨醇标样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含三氯杀螨醇 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于

15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，溶解，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针三氯杀螨醇的相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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氯杀螨醇与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三氯杀螨醇的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三氯杀螨醇与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中三氯杀螨醇与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三氯杀螨醇的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于三氯杀螨醇原药、乳油等单剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到分析的要求。

2 高效液相色谱法

2.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，用 C_{18} 为固定相的色谱柱和紫外检测器对试样中的三氯杀螨醇进行液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

冰乙酸；

三氯杀螨醇标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：20cm $\times$ 4.6mm(id)不锈钢柱，内装 Zorbax- C_{18} (5 μ m)

填充物。

2.4 操作条件

柱温：30℃；

流动相：甲醇+水+冰乙酸=75+25+0.2(ϕ)，使用前过滤、脱气；

流速：1.5mL/min；

检测波长：254nm；

检测灵敏度：0.5 AUFS；

进样量：20 μ L；

保留时间：三氯杀螨醇约 11~12min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 三氯杀螨醇标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 三氯杀螨醇的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针三氯杀螨醇相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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氯杀螨醇峰面积分别进行平均。试样中三氯杀螨醇的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三氯杀螨醇峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中三氯杀螨醇峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三氯杀螨醇的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于三氯杀螨醇原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。本方法的分离度、平行测定稳定性优于气相色谱法, 尤其适用于对复配制剂的分析。

(叶纪明)

三十烷醇 (triacontanol)

分子式 $C_{30}H_{62}O$

相对分子质量 438.8

结构式 $CH_3(CH_2)_{28}CH_2OH$

化学名称 正三十烷醇

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $84\sim 86^\circ C$, 相对密度 $d_4^{25} 0.770$ 。溶解度 ($25^\circ C$): 水 $0.33mg/L$, 难溶于冷的乙醇、苯, 可溶于乙醚、三氯甲烷、二氯甲烷及热苯。对光、空气、碱均稳定。原药为白色鳞片状结晶体, 熔点 $45\sim 50^\circ C$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二壬酯为内标物, 用 5% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu m$) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的三十烷醇进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

三十烷醇标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二壬酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: SE-30;

载体: Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu m$);

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二壬酯 8g, 置于 500mL 容量瓶中, 加入三氯甲烷溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 带有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: $1.0m \times 3.2mm(id)$ 玻璃柱, 内装 5% SE-30/Chro-

mosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)填充物。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 260, 气化室 270, 检测室 280;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 50, 空气 500;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 三十烷醇约 8~9min, 邻苯二甲酸二壬酯约 3~4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取三十烷醇标样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含三十烷醇 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 三氯甲烷溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针三十烷醇相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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三十烷醇与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三十烷醇的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三十烷醇与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中三十烷醇与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中三十烷醇的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于三十烷醇原药及各种单剂的分析。对三十烷醇分析也可采用液相色谱法分析。

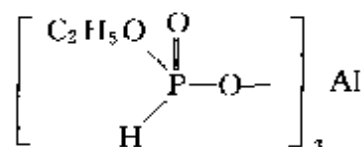
(叶纪明)

三乙磷酸铝 (fosetyl-aluminium)

分子式 $C_6H_{18}AlO_9P_3$

相对分子质量 354.1

结构式



化学名称 三(乙基磷酸)铝

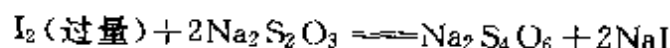
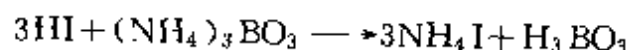
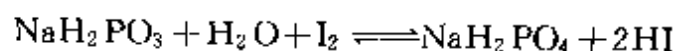
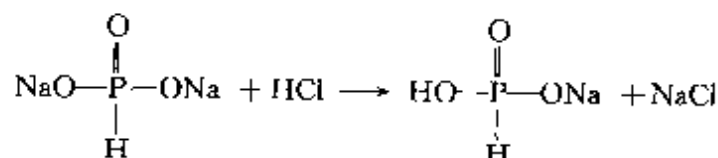
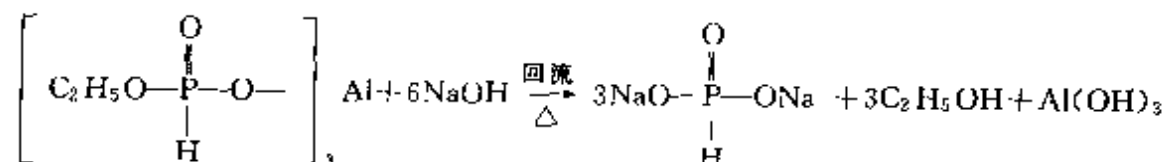
其他名称 疫霉灵, 疫霜灵, 乙磷铝

物化性质 纯品为白色无嗅结晶, 熔点大于 300°C (高于 200°C 分解)。 20°C 时在水中溶解度为 120g/L , 在乙腈或丙二醇中溶解度均小于 80mg/L 。挥发性小。遇强酸、强碱易分解。工业品为白色粉末。

常用分析方法 碘量法

1 方法提要

样品用丙酮作萃取处理, 以除去主要杂质, 然后用氢氧化钠溶液将三乙磷酸铝碱解成亚磷酸盐。在中性介质中生成的亚磷酸盐, 与过量的碘反应, 多余的碘以硫代硫酸钠标准溶液滴定。反应方程式如下:



2 试剂和溶液

盐酸溶液: $c(HCl) = 2\text{mol/L}$;

硫酸溶液: 1+4 (φ);

氢氧化钠溶液: $c(NaOH) = 2\text{mol/L}$;

丙酮；

碘化钾；

硼酸铵缓冲溶液：称取 20g 硼酸（精确至 100mg）溶解于 120mL 10% 氨水中（氨水中 NH_3 的含量应在 $(10.0 \pm 0.2)\%$ 范围内，用蒸馏水稀释至 1L；

碘溶液： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601 配制与标定；

硫代硫酸钠标准溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601 配制与标定；

酚酞：1% 溶液，按 GB 603 配制；

可溶性淀粉：0.5% 水溶液（新配制），按 GB 603 配制。

3 仪器

离心机：0~4000r/min；

离心试管：10mL；

恒温水浴；

电炉：1200W；

变压器：2kV；

红外灯；

碘量瓶：250mL；

球形冷凝管；

滴定管：25mL，棕色、无色各 1 支。

4 测定步骤

称取约含 90mg 三乙磷酸铝的试样（精确至 0.2mg），置于 10mL 离心试管中，加入 5mL 丙酮混合均匀后，离心 5min（3500 r/min）。将上层清液移入盛有 50mL 无水乙醇的 150mL 锥形瓶中。对沉淀物再萃取一次，将两次萃取液合并，留作测酸度用。

将盛有沉淀物的离心管置于红外灯下，烘干至疏松粉末状，并无丙酮气味为止。用 2mol/L 氢氧化钠溶液 25mL 将沉淀物全部洗入 250mL 碘量瓶中。加热回流 40min。冷却后，用少量蒸馏水冲洗冷凝器内壁。取下碘量瓶，加入 2 滴酚酞指示剂，用 2mol/L 盐酸中和至无色。然后依次加入 0.1mol/L 碘液 25mL，硼酸铵缓冲溶液 25mL，盖上瓶塞，用蒸馏水封口，将瓶置于 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中，静置 15min。用 (1+4) 硫酸 10mL 酸化后，以 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色时，加入 0.5% 淀粉指示剂 3mL，继

续滴定至蓝色消失即为终点。

空白测定：准确称取与测定试样时称量相近的试样，置于 10mL 离心试管中，加入 5mL 丙酮混合均匀后，离心 5min (3500r/min)。弃去上层清液，再萃取一次。将盛有沉淀物的离心管置于红外灯下，烘干至疏松粉末状，并无丙酮气味为止。用 50mL 蒸馏水将沉淀物全部洗入 250mL 碘量瓶中，加入 0.1mol/L 碘液 25mL，以下操作同样品测定。

5 计算

三乙膦酸铝的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.05902}{m} \times 100$$

式中 V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

V ——样品消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

0.05902——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以 g 表示的三乙膦酸铝的质量。

6 方法适用范围

本方法适用于三乙膦酸铝原药、可湿性粉剂、可溶性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂可视具体情况适当改变条件来达到最佳效果。

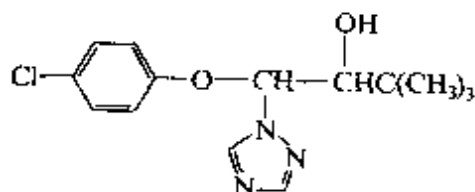
(李 颖)

三唑醇 (triadimenol)

分子式 $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{O}_2\text{Cl}$

相对分子质量 295.8

结构式



化学名称 1-(4-氯苯氧基)-1-(1H-1,2,4-三唑-1-基)-3,3-二甲基

丁-2-醇

物化性质 纯品为无色无嗅细微结晶粉末。熔点 111.7°C ($110\sim 130^{\circ}\text{C}$)，蒸气压 $1.0\text{mPa}/20^{\circ}\text{C}$ 。可溶于环己烷、丙醇、二氯甲烷、甲苯等有机溶剂，水中溶解度 120mg/L 。正常情况下，对光、热稳定，在酸性 ($\text{pH}3$)、中性、碱性 ($\text{pH}10$) 情况下贮存 16 个月不分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的三唑醇进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

三唑醇标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$)；

内标溶液：称取 6g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱： $1\text{m}\times 3\text{mm}(\text{id})$ 玻璃柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($180\sim 250\mu\text{m}$) 填充物，在 250°C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 200，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 40，空气 400；

进样量： $1.0\mu\text{L}$ ；

保留时间：三唑醇约 7.3min，邻苯二甲酸二正丁酯约 5.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取三唑醇标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶

中,准确加入内标溶液 5mL,补加 5mL 三氯甲烷稀释,摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含三唑醇 100mg 的试样(精确至 0.2mg),置于 15mL 三角瓶中,准确加入内标溶液 5mL,补加 5mL 三氯甲烷稀释,摇匀。

5.3 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,直至相邻两针三唑醇相对响应值变化小于 1.5%后,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。

6 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醇与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三唑醇的质量分数 $X(\%)$,按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三唑醇与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中三唑醇与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中三唑醇的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于三唑醇原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

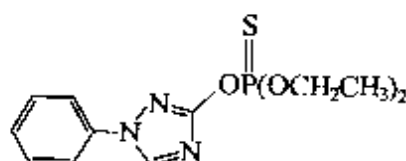
(单炜力 姜宜飞)

三唑磷 (triazophos)

分子式 $C_{12}H_{16}N_3O_3PS$

相对分子质量 313.3

结构式



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

其他名称 Hoe 2960

物化性质 纯品为浅棕色油状物。熔点 $2\sim 5^{\circ}\text{C}$ ， 30°C 蒸气压为 0.39mPa ， 55°C 蒸气压为 13mPa ，相对密度 $d_4^{20} 1.247$ ，折射率 $n_D^{20} 1.5500\sim 1.5503$ 。溶解度 (20°C)：水 39mg/L ，可溶于丙酮、乙酸乙酯、乙醇、甲苯等大多数有机溶剂。原药纯度 $\geq 92\%$ ，熔点 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的三唑磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

三唑磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-17；

载体：Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$)；

内标溶液：称取 2.3g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱： $1.1\text{m} \times 3\text{mm}$ (id) 玻璃柱，内装 3% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$) 填充物，在 250°C 老化 24h 。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱室 210 ，气化室 240 ，检测室 240 ；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30 ，氢气 35 ，空气 400 ；

进样量： $1.0\mu\text{L}$ ；

保留时间：三唑磷约 4.7min ，邻苯二甲酸二正丁酯约 3.0min 。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取三唑磷标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL ，补加 5mL 乙酸乙酯稀释，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含三唑磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 乙酸乙酯稀释, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针三唑磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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。试样中三唑磷的质量分数 $X_1(\%)$, 按下式计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

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 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中三唑磷的质量分数, %。

2 方法二

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以癸二酸二正丁酯为内标物, 用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的三唑磷进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮;

三唑磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 癸二酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: OV-101;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 4g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱：1m×3mm(id)玻璃柱，内装5%OV-101/Chromosorb W AW-DMCS(180~250μm)填充物，在250℃老化24h。

2.4 操作条件

温度(℃)：柱室190，气化室220，检测室230；

气体流速(mL/min)：载气(N₂)30，氢气40，空气400；

进样量：1.0μL；

保留时间：三唑磷约10.5min，癸二酸二正丁酯约6.6min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取三唑磷标样100mg(精确至0.2mg)，置于15mL三角瓶中，准确加入内标溶液5mL，补加5mL丙酮稀释，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含三唑磷100mg的试样(精确至0.2mg)，置于15mL三角瓶中，准确加入内标溶液5mL，补加5mL丙酮稀释，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针三唑磷相对响应值变化小于1.5%后，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。

2.6 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。试样中三唑磷的质量分数 X_2 (%)，按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

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 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三唑磷的质量分数，%。

3 方法适用范围

以上两种方法适用于三唑磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

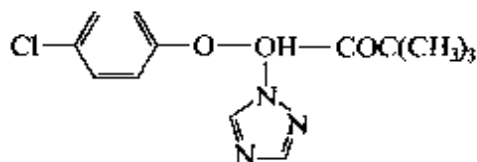
(单炜力 姜宜飞)

三唑酮 (triadimefon)

分子式 $C_{14}H_{16}ClN_3O_2$

相对分子质量 293.8

结构式



化学名称 1-(4-氯苯氧基)-1-(1H-1,2,4-三唑-1-基)-3,3-二甲基-2-丁酮

其他名称 百里通, 粉锈宁

物化性质 纯品为无色晶体, 有特殊的气味。熔点 82.3°C 。蒸气压小于 0.1mPa (20°C)。溶解度 (20°C): 水约 260mg/L , 环己酮 $0.6\sim 1.2\text{kg/kg}$, 二氯甲烷 1.2kg/kg , 异丙醇 $200\sim 400\text{g/kg}$, 甲苯 $400\sim 600\text{g/kg}$ 。 K_{ow} 1510。稳定性: 水解 (22°C) $DT_{50} > 1\text{a}$ (pH3, pH6, pH9)。

常用分析方法 气相色谱法, 液相色谱法。

1 气相色谱方法一

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以癸二酸二正丁酯或邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的三唑酮进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

三唑酮标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 癸二酸二正丁酯或邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: OV-17;

载体: Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$);

内标溶液: 称取 12g 癸二酸二正丁酯或 7.5g 邻苯二甲酸二正丁酯, 置于 500mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m×3mm(id)玻璃柱, 内装 3%OV-17/Chromosorb W AW-DMCS(150~180μm)填充物, 在 260℃老化 24h。

1.4 操作条件

温度 (℃): 柱室 200, 气化室 230, 检测室 250;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 30, 空气 300;

进样量: 1.0μL;

保留时间: 三唑酮约 12min, 邻苯二甲酸二正丁酯约 10min, 癸二酸二正丁酯约 16min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取三唑酮标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮稀释, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含三唑酮 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮稀释, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针三唑酮相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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酮与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三唑酮的质量分数 $X_1(\%)$, 按下式计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中三唑酮的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法主要参照行业标准中的方法, 对三唑酮的原药及乳油具有良好的可行性。在此标准中还提到如果企业在使用 FID 检测器

有困难时,也可改用 TCD 检测器,具体方法可参照标准的附件。

2 气相色谱方法二

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物,用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器,对试样中的三唑酮进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮;

三唑酮标样:已知质量分数,≥99%;

内标物:邻苯二甲酸二异丁酯,不含干扰分析的杂质;

固定液:SE-30;

载体:Chromosorb W AW-DMCS(150~180μm);

内标溶液:称取 3.8g 内标物,置于 500mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机:满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱:1m×3mm(id)玻璃柱,内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS(150~180μm)填充物,在 260℃老化 24h。

2.4 操作条件

温度(℃):柱室 190,气化室 250,检测室 250;

气体流速(mL/min):载气(N₂) 40,氢气 40,空气 400;

进样量:1.0μL;

保留时间:三唑酮约 7.2min,邻苯二甲酸二异丁酯约 5.3min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取三唑酮标样 100mg(精确至 0.2mg),置于 15mL 三角瓶中,准确加入内标溶液 5mL,补加 5mL 丙酮稀释,摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含三唑酮 100mg 的试样(精确至 0.2mg),置于 15mL 三角瓶中,准确加入内标溶液 5mL,补加 5mL 丙酮稀释,摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针三唑酮相对响应值变化小于1.5%后，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。

2.6 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酮与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中三唑酮的质量分数 $X_2(\%)$ ，按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中三唑酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三唑酮的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法是在实验过程中总结出来的，对三唑酮原药、乳油和粉剂甚至是复配制剂均有良好的使用价值。如果使用毛细管气相色谱来分离测定三唑酮可以得到更好的分离效果，尤其对于一些复配制剂，效果更好。

3 液相色谱法

3.1 方法提要

试样用乙腈和水溶解，过滤，以乙腈+水为流动相，使用ODS为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的三唑酮进行高效液相色谱分离和测定。

3.2 试剂

乙腈：HPLC级；

新蒸二次蒸馏水；

三唑酮标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：12.5cm×4mm(id)不锈钢柱，内装ODS(5 μ m)填充物；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μ m；

微量进样器：50 μ L。

3.4 操作条件

柱温：室温；

流速：2mL/min；

检测波长：276nm；

进样体积：30 μ L；

流动相：乙腈+水=49+51(φ)；

保留时间：三唑酮约 2.7min。

3.5 测定步骤

3.5.1 标样溶液的制备

称取三唑酮标样 60mg (精确至 0.2mg)，置于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

3.5.2 试样溶液的制备

称取含三唑酮 60mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

3.5.3 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，直至相邻两针三唑酮相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

3.6 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酮峰面积分别进行平均。试样中三唑酮的质量分数 $X_3(\%)$ ，按下式计算：

$$X_3 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中三唑酮峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中三唑酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中三唑酮的质量分数，%。

3.7 方法适用范围

本方法主要参照 CIPAC 方法，虽然方法的重复性和重现性均很好，但由于在我国气相色谱的方便和广泛使用，本方法的使用频率不是很高。

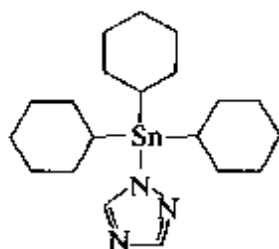
(单炜力 姜宜飞)

三唑锡 (azocyclotin)

分子式 $C_{20}H_{35}N_3Sn$

相对分子质量 436.2

结构式



化学名称 三(环己基)-*H*-1,2,4-三唑-1-基锡

其他名称 倍乐霸、Peropal

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 210°C (分解), 蒸气压 $2 \times 10^{-8} \text{ mPa}/20^{\circ}\text{C}$, $6 \times 10^{-8} \text{ mPa}/25^{\circ}\text{C}$ 。溶解度 (g/L, 20°C): 水 0.12 (mg/L), 二氯甲烷 20~50, 异丙醇 10~20, 正己烷 0.1~1, 甲苯 2~5。稳定性: 遇水会水解, 在酸性介质中稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解并过滤, 以甲醇+磷酸+水为流动相、 C_{18} 柱和紫外检测器, 使用高效液相色谱法对试样中的三唑锡进行分离和测定。

2 试剂

甲醇: HPLC级;

二次蒸馏水;

85%磷酸;

三唑锡标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $250\text{mm} \times 4\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内装 C_{18} ($10\mu\text{m}$)

填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $50\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 35℃;

流速: 0.8mL/min;

检测波长: 215nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 甲醇+水+磷酸=79+19+1(φ);

保留时间: 三唑锡 6.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取三唑锡标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 25mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取三唑锡试样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 25mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针三唑锡相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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锡峰面积分别进行平均。试样中三唑锡质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 试样溶液中三唑锡峰面积的平均值;

r_2 —— 标样溶液中三唑锡峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中三唑锡的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于三唑锡原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

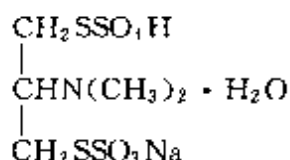
(王以燕)

杀虫单 (monosultap)

分子式 $C_5H_{12}NNaO_6S_4 \cdot H_2O$

相对分子质量 351.5

结构式



化学名称 2-二甲氨基-1-硫代硫酸钠基-3-硫代硫酸基丙烷一水合物

物化性质 纯品为针状结晶，有吸湿性。熔点 $142.5^{\circ}C$ (分解)。易溶于水， $20^{\circ}C$ 时水中溶解度 $1.335g/mL$ ，易溶于工业酒精及热无水乙醇中，微溶于甲醇，二甲基甲酰胺、二甲基亚砷，不溶于丙酮、乙醚、氯仿、醋酸乙酯、苯等溶剂。常温下稳定，pH5~9 条件下稳定，遇铁降解，在强碱、强酸条件下易分解。工业品为无定形颗粒状固体或白色、淡黄色粉末。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用水溶解，以 $0.35mol/L$ 磷酸二氢钾水溶液为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的杀虫单进行分离和测定。

2 试剂

二次重蒸水；

磷酸二氢钾；

杀虫单标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25cm \times 4.6mm$ (id) 不锈钢柱，内填 Spherisorb C_{18} ($10\mu m$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu m$ ；

微量进样器： $25\mu L$ 。

4 操作条件

柱温：室温 (温差变化应不大于 $2^{\circ}C$)；

流速：1.0mL/min；

检测波长：242nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：称取 4.8g 磷酸二氢钾，溶于 1000mL 水中，经 G5 玻璃砂芯漏斗过滤，超声脱气 20min，过滤；

保留时间：杀虫单 3.3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 90mg 杀虫单标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 90mg 杀虫单的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针杀虫单相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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杀虫单峰面积分别进行平均。杀虫单的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中杀虫单峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中杀虫单峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中杀虫单的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于杀虫单原药、水剂、可溶性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

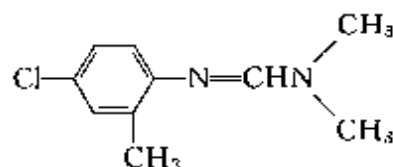
（李国平）

杀虫脒 (chlordimeform)

分子式 $C_{10}H_{13}ClN_2$

相对分子质量 196.8

结构式



化学名称 *N*-(4-氯-2-甲基苯基)-*N,N'*-二甲基甲脒

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 32℃ (基态), 盐酸盐为 225~227℃, 沸点 163~165℃ (1.8Pa), 20℃ 蒸气压 0.046Pa, 相对密度 (30℃) 1.10。20℃ 水中溶解度 250mg/L, 易溶于丙酮、苯、乙酸乙酯、己烷、二氯甲烷和甲醇中, 溶于酸生成盐。在中性和碱性介质中缓慢水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二乙酯为内标物, 用 Carbowax-20M 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的杀虫脒进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷;

杀虫脒标样: 已知质量分数;

内标物: 邻苯二甲酸二乙酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: Carbowax-20M;

载体: Gas Chrom Q (150~180μm);

内标溶液: 称取 2g 邻苯二甲酸二乙酯, 置于 100mL 容量瓶中, 用二氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 2m × 2mm (id) 玻璃柱, 内装 Carbowax-20M/ Gas Chrom Q (150~180μm) 填充物, 在 225℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃): 柱室 170, 气化室 250, 检测室 250;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 30, 氢气 40, 空气 300;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 杀虫脒约 14.8min, 邻苯二甲酸二乙酯约 11.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含杀虫脒约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入二氯甲烷 5mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含杀虫脒约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 加入二氯甲烷 5mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针杀虫脒相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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杀虫脒与内标物峰面积之比分别进行平均。杀虫脒的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中杀虫脒与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中杀虫脒与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中杀虫脒的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于杀虫脒原药、乳油等单制剂的分析。对杀虫脒盐酸盐水剂, 需先将其碱化, 析出的杀虫脒用三氯甲烷提取后, 参照本方法测定。

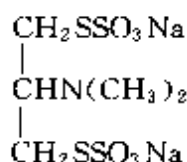
(单炜力)

杀虫双 (bisultap)

分子式 $C_5H_{11}NNa_2O_6S_4$

相对分子质量 355.4

结构式



化学名称 2-二甲胺基-1,3-双(硫代硫酸钠基)丙烷

物化性质 纯品为白色结晶，熔点 $142\sim 143^{\circ}C$ ，相对密度 d_4^{20} 为 $1.30\sim 1.35$ ，蒸气压 $\geq 0.01333Pa$ 。易吸潮，易溶于水，能溶于热乙醇、甲醇、二甲基甲酰胺、二甲基亚砷，微溶于丙酮，不溶于乙酸乙酯、乙醚。微酸微碱下稳定，强酸强碱下分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用水溶解，以四丁基溴化铵-乙腈-水的流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的杀虫双进行分离和测定。

2 试剂

四丁基溴化铵；

乙腈：HPLC 级；

新蒸二次蒸馏水；

磷酸；

杀虫双标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $20cm \times 4.6mm$ (id) 不锈钢柱，内填 Lichrosorb RP-18 ($5\mu m$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu m$ ；

微量进样器： $50\mu L$ 。

4 操作条件

柱温：室温（温差变化应不大于 $2^{\circ}C$ ）；

流速：1.5mL/min；

检测波长：242nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：称取 2.74g 四丁基溴化铵，溶于 850mL 二次蒸馏水中，加入 150mL 乙腈，滴加几滴磷酸，使 pH2.5；混合均匀后，用 0.45 μ m 滤膜过滤；超声 10min；

保留时间：杀虫双 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 120mg 杀虫双标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 120mg 杀虫双的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针杀虫双相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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杀虫双峰面积分别进行平均。杀虫双的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中杀虫双峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中杀虫双峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中杀虫双的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于杀虫双水剂的分析。对不同的单制剂、复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

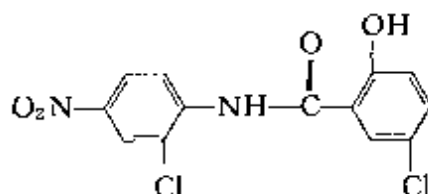
（李国平）

杀螺胺 (niclosamide)

分子式 $C_{13}H_8Cl_2N_2O_4$

相对分子质量 327.2

结构式



化学名称 N-(2-氯-4-硝基苯基)-2-羟基-5-氯苯甲酰胺

其他名称 Bayluscide

物化性质 纯品为无色固体。熔点 230°C ，蒸气压 $< 1\text{mPa}$ (20°C)。溶解度 (20°C)：pH 6.4 水中 1.6mg/L 、pH 9.1 水中 110mg/L 。稳定性：在 208°C 分解，遇强酸碱水解。杀螺胺乙醇胺盐为黄色固体，熔点 210°C 。溶解度 (20°C)：蒸馏水中 $178\sim 282\text{mg/L}$ 、饮用水中 $112\sim 178\text{mg/L}$ 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解，过滤，以乙腈+水+ 1mol/L 硫酸溶液为流动相，使用以 C_8 为填充物的不锈钢柱和 340nm 紫外检测器，对试样中的杀螺胺进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯；

二次蒸馏水；

四氢呋喃；

杀螺胺标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

1mol/L 硫酸溶液。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 340nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $250\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢色谱柱，内装 C_8 填充物 ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $50\mu\text{L}$ ；

定量进样阀: 20 μ L。

4 操作条件

柱温: 40 $^{\circ}$ C;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 340nm;

进样体积: 20 μ L;

检测器灵敏度 (AUFs): 0.02;

流动相: 乙腈+水+1mol/L 硫酸溶液=65+30+5(φ);

保留时间: 约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取杀螺胺标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用四氢呋喃溶解并定容至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含杀螺胺 50mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用四氢呋喃溶解并定容至刻度, 摇匀。再用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

5.3 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, 直至相邻两针杀螺胺相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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杀螺胺峰面积分别进行平均。杀螺胺的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中杀螺胺峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中杀螺胺峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中杀螺胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于杀螺胺原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不

同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

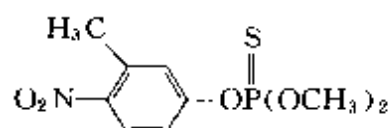
(宗伏霖)

杀螟硫磷 (fenitrothion)

分子式 $C_9H_{12}NO_5PS$

相对分子质量 277.2

结构式



化学名称 *O,O*-二甲基-*O*-(4-硝基-3-甲基苯基)硫代磷酸酯

其他名称 杀螟松、Bayer41831、Sumithion

物化性质 本品为淡黄色液体，带苯酚气味。熔点 0.3℃，沸点 140~145℃/13.3Pa (分解)，蒸气压 18mPa/20℃，相对密度 1.328 (25℃)，折射率 n_D^{25} 1.5528，闪点 157℃。溶解度：水 14mg/L (30℃)，易溶于甲醇、乙醇、丙酮、乙醚、三氯甲烷、芳香烃等有机溶剂，正己烷 24g/L、异丙醇 138g/L。在正常条件下对水解相对稳定，遇碱水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以林丹为内标物，5% OV-101/Chromosorb W-HP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的杀螟硫磷进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

杀螟硫磷标样：已知质量分数，≥99.0%；

内标物：林丹，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取林丹 5g，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m×2.2mm (id) 玻璃柱，内装 5% OV-101/Chro-

mosorb W-HP (125~150 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 155 $\pm$ 5, 气化室 220, 检测室 250;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 15, 氢气 30, 空气 300;

进样量: 0.4~0.6 μ L;

保留时间: 杀螟硫磷约 11min, 内标物 5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取杀螟硫磷标样 110mg (精确至 0.2mg), 置于 20mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含杀螟硫磷约 110mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 20mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针杀螟硫磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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杀螟硫磷与内标物峰面积之比分别进行平均。杀螟硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中杀螟硫磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于杀螟硫磷原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 气相色谱方法二

1. FID 检测器, 色谱柱: 2m $\times$ 2.2mm (id) 玻璃柱, 内装 7.5% OV-210/

Chromosorb W HP (150~180 μ m); 温度 (°C): 柱室 170 $\pm$ 5, 气化室 220, 检测室 250; 载气 (N₂) 流速: 30mL/min; 保留时间: 杀螟硫磷约 28min, 内标物 (癸二酸二丁酯 4g/L 三氯甲烷) 31min, 4-硝基-3-甲酚 5 min。

2. CAPAC 1C 的方法: FID 检测器, 色谱柱: 1.83m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱, 内装 3% 聚苯醚 (聚合度 6) PPE-6R/Chromosorb W-HP (125~150 μ m); 温度 (°C): 柱室 195, 气化室 200, 检测室 250; 载气 (N₂) 流速: 30mL/min; 保留时间: 杀螟硫磷约 16min, 内标物 (荧蒹) 26min。

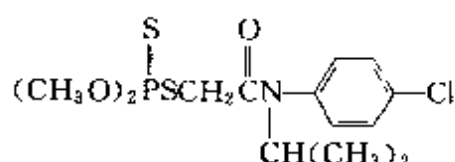
(王以燕)

莎稗磷 (anilofos)

分子式 C₁₃H₁₉ClNO₃PS₂

相对分子质量 367.8

结构式



化学名称 O,O-二甲基-S-(4-氯-N-异丙基苯基氨基甲酰基甲基)二硫代磷酸酯

其他名称 Arozin、阿罗津

物化性质 纯品为结晶固体。熔点 50.5~52.5°C, 相对密度 1.27 (25°C), 蒸气压 (60°C) 2.2×10^{-3} Pa。溶解度 (g/L, 20°C): 几乎不溶于水 (0.0136), 极易溶于丙酮、氯仿、甲苯 (均 > 1000), 易溶于苯、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯 (均 > 200), 略溶于己烷 (12)。稳定性: 在 150°C 分解, 对光不敏感, 在 pH 5~9 (22°C) 时稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用水、二氧六环、异辛烷溶解, 过滤, 以异辛烷+二氧六环为流动相, 使用以 Lichrosorb Si 100 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器, 对试样中的莎稗磷进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

异辛烷;

甲苯;

二氧六环;

二次蒸馏水;

莎稗磷标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 254nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm $\times$ 4.0mm (id) 不锈钢色谱柱, 内装 Lichrosorb Si 100 填充物 (7 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 50 μ L;

定量进样阀: 20 μ L。

4 操作条件

柱温: 25 $^{\circ}$ C;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 20 μ L;

检测器灵敏度 (AUFs): 0.02;

流动相: 二氧六环+异辛烷=10+90(φ);

保留时间: 约 6.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取莎稗磷标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用 0.3mL 水和 10mL 二氧六环在超声波振荡器上混合 30min, 冷却, 加入 10mL 甲苯, 用异辛烷溶解并定容至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含莎稗磷 50mg 的待测试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用 0.3mL 水和 10mL 二氧六环在超声波振荡器上混合 30min, 冷却, 加入 10mL 甲苯, 用异辛烷溶解并定容至刻度, 摇匀。再用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

5.3 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, 直至相邻两针莎稗磷相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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莎稗磷峰面积分别进行平均。莎稗磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中莎稗磷峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中莎稗磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中莎稗磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于莎稗磷原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

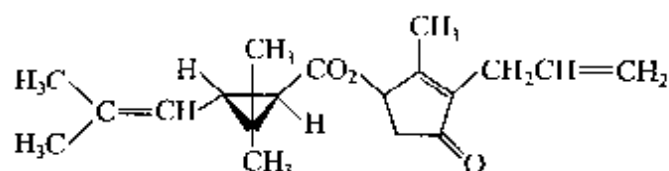
(宗伏霖)

生物烯丙菊酯 (bioallethrin)

分子式 $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量 302.4

结构式



化学名称 (RS)-3-烯丙基-2-甲基-4-氧代环戊-2-烯基(1R,3R)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

物化性质 原药为微芳香气味的黄褐色黏稠液体。相对密度 1.0~1.02, 沸点 135~138℃/46.7Pa, 闪点 130℃, 蒸气压 5.6Pa/20℃。溶解度 (室温): 不溶于水, 可与丙酮、苯、正己烷、氯仿等有机溶剂混溶。在中性和微酸性介质中稳定, 但在强酸和碱中易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 烯丙菊酯含量的测定

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 2%

DEGS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

烯丙菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.1g 邻苯二甲酸二正丁酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$): 柱室 180, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 烯丙菊酯约 9.9min, 内标物约 8.0min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取烯丙菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 烯丙菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针烯丙菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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烯丙菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。烯丙菊酯的质量分数 X (%),

按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯丙菊酯的质量分数，%。

2 生物烯丙菊酯含量的测定

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以 TBDM- β -CD 为固定液的石英毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的生物烯丙菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂

乙酸乙酯；

生物烯丙菊酯标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）和毛细管装置；
色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：25m $\times$ 0.25mm (id) 毛细管柱，内涂 TBDM- β -CD 固定液，膜厚 0.2 μ m。

2.4 操作条件

温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）：柱室 150，气化室 200，检测室 200；

气体流速（mL/min）：载气（He）2，尾吹气（N₂）40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取生物烯丙菊酯标样 5mg，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 5mg 生物烯丙菊酯的试样，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入标样溶液，然后注入试样溶液，根据标样溶液的主峰保留时间确定样品溶液中生物烯丙菊酯的保留时间。

2.6 计算

生物烯丙菊酯的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot X}{A_1 + A_2}$$

式中 A_1 ——试样溶液中生物烯丙菊酯的峰面积；

A_2 ——试样溶液中生物烯丙菊酯其他异构体的峰面积和；

X ——试样中烯丙菊酯的质量分数，%。

3 方法适用范围

本方法适用于生物烯丙菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

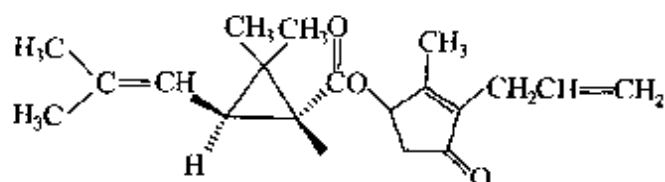
(刘绍仁 段丽芳)

Es-生物烯丙菊酯 (Es bioallethrin)

分子式 $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量 302.4

结构式



化学名称 (RS)-3-烯丙基-2-甲基-4-氧代环戊-2-烯基(1R,3R)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

其他名称 EBT, 杀蚊灵, 益必添, Es-丙烯菊酯

物化性质 原药为黄色黏稠液体，含量 $\geq 93\%$ 。比旋光度 -37.5 ，相对密度 1.00×1.02 ，闪点约 150°C 。溶解度(室温)：水 4.6mg/L ，可与丙酮、甲苯、正己烷、氯仿等有机溶剂混溶。在大多数油基或水基型制剂中稳定，遇紫外光不稳定，在强酸和碱中易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 烯丙菊酯含量的测定

1.1 方法提要

试样经丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 2%

DEGS 为填充物的玻璃或不锈钢柱和 FID 检测器, 对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

烯丙菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二正丁酯 1.1g, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱或不锈钢柱, 内装 2% DEGS/ Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}\text{C}$): 柱室 180, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 烯丙菊酯约 9.9min, 内标物约 8.0min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取烯丙菊酯标样约 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含约烯丙菊酯 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针烯丙菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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烯丙菊酯

与内标物峰面积之比分别进行平均。烯丙菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中烯丙菊酯的质量分数, %。

2 *E*_s-生物烯丙菊酯含量的测定

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以 TBDM- β -CD 为固定液的石英毛细管柱和 FID 检测器, 对试样中的 *E*_s-生物烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂

乙酸乙酯;

*E*_s-生物烯丙菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 95\%$ 。

2.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID) 和毛细管装置;

数据处理仪: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 25m $\times$ 0.25mm (id) 毛细管柱, 内涂 TBDM- β -CD 固定液, 膜厚 0.2 μ m。

2.4 操作条件

温度 (°C): 柱室 150, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (He) 2, 尾吹气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 *E*_s-生物烯丙菊酯标样约 5mg, 置于 15mL 三角瓶中, 加入 10mL 乙酸乙酯溶解, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 5mg *E*_s-生物烯丙菊酯试样, 置于 15mL 三角瓶中,

加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入标样溶液，然后注入试样溶液，根据标样溶液的主峰保留时间确定样品溶液中 *Es*-生物烯丙菊酯的保留时间。

2.6 计算

Es-生物烯丙菊酯的质量分数 X_1 (%), 按下式计算:

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot X}{A_1 + A_2}$$

式中 A_1 —— 试样溶液中 *Es*-生物烯丙菊酯的峰面积;

A_2 —— 试样溶液中 *Es*-生物烯丙菊酯其他异构体的峰面积和;

X —— 试样中烯丙菊酯的质量分数, %。

3 方法适用范围

本方法适用于 *Es*-生物烯丙菊酯原药、单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

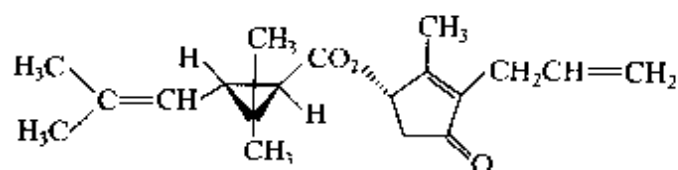
(刘绍仁 段丽芳)

S-生物烯丙菊酯 (S-bioallethrin)

分子式 $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量 302.4

结构式



化学名称 (S)-3-烯丙基-2-甲基-4-氧代环戊-2-烯基(1*R*,3*R*)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

物化性质 原药为微芳香气味的黄色黏稠液体。相对密度 0.980, 折射率 1.497。不溶于水，可与丙酮、苯、正己烷、氯仿等有机溶剂混溶。在中性和微酸性介质中稳定，但在强酸和碱中易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 烯丙菊酯含量的测定

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物，用 2%

DEGS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

烯丙菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.1g 邻苯二甲酸二正丁酯, 置于 100mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱, 内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C): 柱室 180, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 烯丙菊酯约 9.9min, 内标物约 8.0min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取烯丙菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 烯丙菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针烯丙菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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烯丙菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。烯丙菊酯的质量分数 X (%),

按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯丙菊酯的质量分数，%。

2 S-生物烯丙菊酯含量的测定

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以 TBDM- β -CD 为固定液的石英毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的 S-生物烯丙菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂

乙酸乙酯；

S-生物烯丙菊酯标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）和毛细管装置；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：25m $\times$ 0.25mm (id)，石英毛细管柱，内涂 TBDM- β -CD 固定液，膜厚 0.2 μ m。

2.4 操作条件

温度（℃）：柱室 150，气化室 200，检测室 200；

气体流速（mL/min）：载气（He）2，尾吹气（N₂）40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 S-生物烯丙菊酯标样约 5mg，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 S-生物烯丙菊酯 5mg 的试样，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,先注入标样溶液,然后注入试样溶液,根据标样溶液的主峰保留时间确定样品溶液中S-生物烯丙菊酯的保留时间。

2.6 计算

S-生物烯丙菊酯的质量分数 X_1 (%),按下式计算:

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot X}{A_1 + A_2}$$

式中 A_1 ——试样溶液中S-生物烯丙菊酯的峰面积;

A_2 ——试样溶液中S-生物烯丙菊酯其他异构体的峰面积和;

X ——试样中烯丙菊酯的质量分数, %。

3 方法适用范围

本方法适用于S-生物烯丙菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

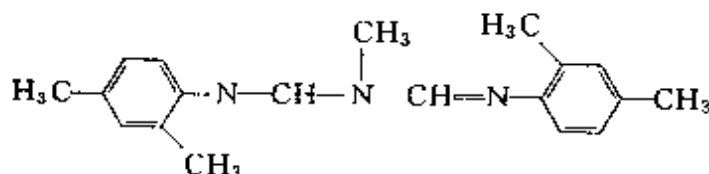
(刘绍仁 段丽芳)

双甲脒 (amitraz)

分子式 $C_{19}H_{23}N_3$

相对分子质量 293.4

结构式



化学名称 N,N-双(2,4-二甲基苯基亚氨基甲基)甲胺

其他名称 螨克

物化性质 纯品为无色单斜针状结晶。熔点 $87 \sim 88^\circ\text{C}$, 无吸湿性, 无嗅, 蒸气压 (20°C) $5.1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 。常温下在水中溶解度很低, 溶于二甲苯、丙酮、煤油、甲醇等有机溶剂。在无水条件下对温度和光稳定, 在酸性条件下不稳定, 不易燃, 不易爆, 在潮湿环境中长期存放会缓慢分解。通常条件下贮藏至少两年不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以正二十四烷为内标物, 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对

试样中的双甲脒进行气相色谱分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯；

双甲脒标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：正二十四烷，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.9g 正二十四烷，置于 100mL 容量瓶中，加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.0m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30/ Chromosorb W AW-DMCS 填充物，在 270℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 230，气化室 250，检测室 250；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：双甲脒约 15min，正二十四烷约 9.9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取双甲脒标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含双甲脒 100mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针双甲脒相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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双甲脒与内标物峰面积之比分别进行平均。双甲脒的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中双甲脒与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中双甲脒与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中双甲脒的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于双甲脒原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(宗伏霖)

霜脲氰 (cymoxanil)

分子式 $C_7H_{10}N_4O_3$

相对分子质量 198.2

结构式



化学名称 1-(2-氰基-2-甲氧基亚氨基乙酰基)-3-乙基脒

物化性质 纯品为无色结晶。熔点为 $160 \sim 161^\circ\text{C}$ (原药 $159 \sim 160^\circ\text{C}$)，蒸气压 0.15mPa (20°C)。溶解度 (g/L, 20°C)：水 890 (mg/kg, pH5)；乙腈 57，乙酸乙酯 28，丙酮 62.4，二氯甲烷 133，正己烷 1.85，甲醇 22.9，正辛醇 1.43，甲苯 5.29。对水解和光敏感。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相、ODS 为填充物的色谱柱和紫外检测器，用反相液相色谱法对试样中的霜脲氰进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙腈：HPLC 级；

酸化乙腈：用 10% 磷酸溶液配制 3mL/L 的溶液；

二次蒸馏水；

85%磷酸;

50%磷酸溶液;

内标物: 苯乙酮, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取苯乙酮 5g, 置于 1000mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀;

霜脲氰标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器 UV-254nm;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 ODS (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

定量进样阀: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.5mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 5 μ L;

流动相: 乙腈+水 (用 50%磷酸调 pH2.8) = 25+75 (V);

保留时间: 霜脲氰约 8min, 内标物 12min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含霜脲氰 50~60mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 100mL 容量瓶中, 准确加入 10mL 内标溶液, 超声振荡 5min, 用酸化乙腈溶解并定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含霜脲氰 50~60mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 100mL 容量瓶中, 准确加入 10mL 内标溶液, 超声振荡 5min, 用酸化乙腈溶解并定容, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针霜脲氰相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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霜脲氰与内标物峰面积之比分别进行平均。霜脲氰的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中霜脲氰与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中霜脲氰与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中霜脲氰的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于霜脲氰原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 此方法是 CIPAC J 手册中的方法。

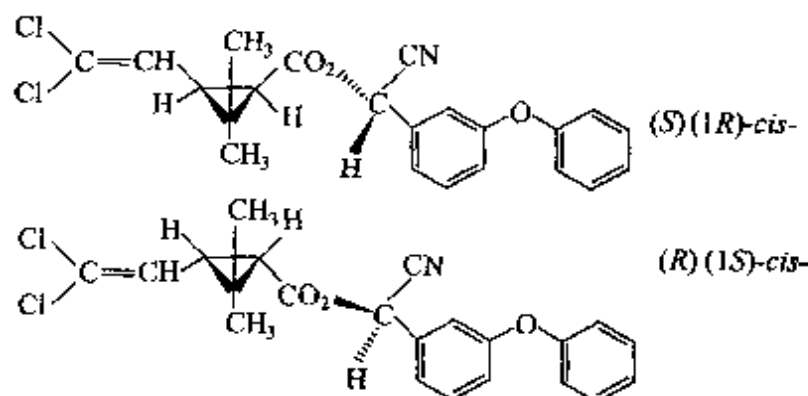
(王以燕)

顺式氯氰菊酯 (*alpha*-cypermethrin)

分子式 $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量 416.3

结构式



化学名称 (1R 顺式)S 及 (1S 顺式)R- α -氰基-(3-苯氧苄基)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 高效灭百可

物化性质 纯品为白色晶体。熔点 80.5°C (分解), 22°C 时相对密

度为 1.28, 蒸气压为 2.3×10^{-2} mPa。溶解度: 水 0.01mg/L (25℃), 易溶于醇类、酮及芳烃等多种有机溶剂, 丙酮 620g/L, 二氯甲烷 550g/L。热稳定性好。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用正己烷溶解, 以正己烷和四氢呋喃为流动相, 使用以微粒形硅胶为填充物的色谱柱和紫外检测器, 对试样中的顺式氯氰菊酯进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

正己烷: 优级纯;

四氢呋喃: 优级纯;

顺式氯氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填微粒形硅胶填充物 (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 正己烷+四氢呋喃=100+0.3(φ);

保留时间: 顺式氯氰菊酯 11.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 顺式氯氰菊酯标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加 0.5mL 四氢呋喃溶剂溶解, 再用正己烷稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 顺式氯氰菊酯的试样 (精确至 0.2mg), 置于

100mL 容量瓶中，加 0.5mL 四氢呋喃溶剂溶解，再用正己烷稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针顺式氯氰菊酯相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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顺式氯氰菊酯峰面积分别进行平均。顺式氯氰菊酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中顺式氯氰菊酯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中顺式氯氰菊酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中顺式氯氰菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于顺式氯氰菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

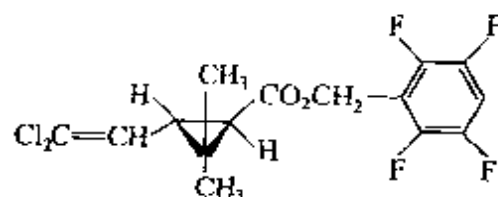
(孙绮丽)

四氟苯菊酯 (transfluthrin)

分子式 $C_{15}H_{12}Cl_2F_4O_2$

相对分子质量 371.2

结构式



化学名称 2,3,5,6-四氟苄基(1*R*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 Baygon、Bayothrin

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 32℃，沸点 135℃/0.1mPa，蒸气压 0.4mPa/20℃。溶解度 (g/L)：水 5.7×10^{-5} (20℃)，一般有机溶剂 >200。稳定性：在 200℃，5h 后没有分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈 + 水 (0.1% H_3PO_4) 为流动相， C_{18} RP 不锈钢柱和紫外检测器，使用反相高效液相色谱法对试样中的四氟苯菊酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

0.1% H_3PO_4 水溶液——流动相 A；

乙腈：HPLC 级——流动相 B；

二次蒸馏水；

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丁酯 2.5g，置于 250mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀；

四氟苯菊酯标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长的紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：125×4mm (id) 不锈钢柱，内装 kromasil- C_{18} RP；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：45℃；

流速：1.5mL/min；

检测波长：210nm；

进样体积：5μL；

流动相：程序如下

时间(min)	流动相 A(0.1% H_3PO_4 水溶液)	流动相 B(乙腈)
0.01	40	60
15	40	60
17	10	90
18	40	60

保留时间：四氟苯菊酯约 11.6min，内标 6.2 min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含四氟苯菊酯 100mg 的标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，准确加入 8mL 内标溶液，再用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含四氟苯菊酯约 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，准确加入 8mL 内标溶液，再用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针四氟苯菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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四氟苯菊酯与内标峰面积之比分别进行平均。四氟苯菊酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中四氟苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中四氟苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中四氟苯菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于四氟苯菊酯原药等单制剂的分析。对其复配制剂，视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：气相色谱法

1. FID 检测器，毛细管柱：25m × 0.32mm (id)，内装 SE-54，膜厚 0.17μm；柱温：以 7℃/min 速度，由 150℃ 升至 280℃，保持 2min；载气（He）流速：2mL/min，分流比 1:75；保留时间：四氟苯菊酯 5.3min，内标（邻苯二甲酸二丁酯）6.0min。

2. 气相色谱法——测异构体比例

样品经皂化、酸化后生成二氯菊酸，用 30m × 0.25mm (id)，膜厚 0.2μm βDEX-

120 石英毛细管柱和 FID 检测器，对酸化产物进行分离和测定。柱温：180℃，气化、检测 250℃；载气（He）流速：2ml./min，分流比 1：30；保留时间：右旋体 21.1 min，左旋体 21.7min。

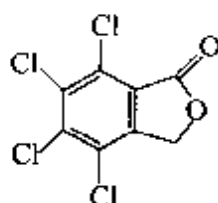
（王以燕）

四氯苯酐（phthalide）

分子式 $C_8H_2Cl_4O_2$

相对分子质量 272.0

结构式



化学名称 4,5,6,7-四氯苯酐

其他名称 热必斯，Rabicide，稻瘟酐

物化性质 纯品为白色粉末。熔点 209～210℃。溶解度（g/L，25℃）：水 2.49（mg/L），丙酮 8.3，苯 15.8，乙醇 1.1。性质稳定，但遇强碱则分解，对热和光稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以正十八烷为内标物，用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的四氯苯酐进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

四氯苯酐标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：正十八烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb W AW-DMCS（180～250 μ m）；

内标溶液：称取 0.4g 正十八烷，置于 100mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱: 1m×3 mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/ Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 220, 气化室 240, 检测室 240;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 35, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含四氯苯酐约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含四氯苯酐约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。必要时离心。

5.3 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, 直至相邻两针四氯苯酐相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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四氯苯酐与内标物峰面积之比分别进行平均。四氯苯酐的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中四氯苯酐与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中四氯苯酐与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中四氯苯酐的质量分数, %。

7 方法适用范围

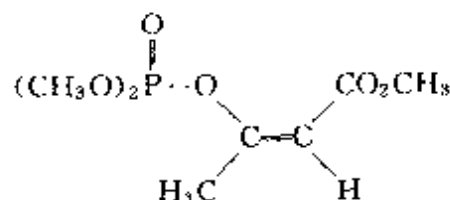
本方法适用于四氯苯酐原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(李 颖)

速灭磷 (mevinphos)

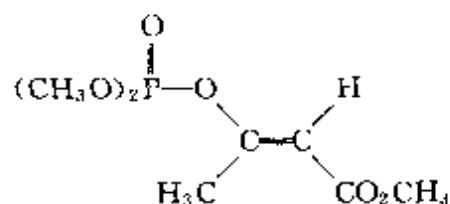
分子式 $C_7H_{13}O_6P$

相对分子质量 224.1



(Z)

结构式



(E)

化学名称 O,O-二甲基-O-(2-甲氧甲酰基-1-甲基)乙烯基磷酸酯

其他名称 OS-2046

物化性质 纯品为无色液体。沸点 $99 \sim 103^\circ\text{C}/4\text{Pa}$, 蒸气压 17mPa (20°C), 相对密度 1.24。 (E)-异构体熔点 21°C , 折射率为 (n_D^{20}) 1.4452, 20°C 时相对密度 1.235。 (Z)-异构体熔点 6.9°C , 折光率 (n_D^{20}) 1.4524, 20°C 时相对密度 1.245。在常温下稳定, 在水中分解。原药含 $>60\%$ (m/m) (E)-异构体和约 20% (m/m) (Z)-异构体, 为淡黄色或黄褐色液体, 无嗅或略有气味。原药能与水、醇类、酮类、氯代烃、芳烃完全混溶。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二丙烯酯为内标物, 用 DEGS 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的速灭磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷;

速灭磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丙烯酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: DEGS;

载体: Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 6g 内标物, 置于 500mL 容量瓶中, 用二氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱, 内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物, 在 260 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C): 柱室 140, 气化室 200, 检测室 200;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 40, 氢气 40, 空气 400;

进样量: 1.0 μ L;

保留时间: 速灭磷 (E 体) 约 4.8 min, (Z 体) 约 6.2 min, 邻苯二甲酸二丙烯酸酯约 8.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取速灭磷标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 二氯甲烷稀释, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含速灭磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 二氯甲烷稀释, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针速灭磷相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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速灭磷与内标物峰面积之比分别进行平均。速灭磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中速灭磷 (E 体和 Z 体) 与内标物峰面积比

的平均值；

r_2 ——试样溶液中速灭磷（*E* 体和 *Z* 体）与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中速灭磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

在本方法的操作条件下可以很容易得到速灭磷的两个顺反异构体，分离效果很好，由于生物活性相似，测定其含量都要包括在内。本方法适用于速灭磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

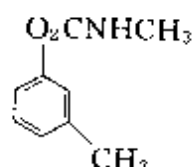
（单炜力 姜宜飞）

速灭威（metolcarb）

分子式 $C_9H_{11}NO_2$

相对分子质量 165.2

结构式



化学名称 3-甲基苯基 *N*-甲基氨基甲酸酯

物化性质 纯品为白色固体粉末。熔点 76~77℃，蒸气压 145mPa (20℃)。30℃时水中溶解度 2.6g/L，在环己酮中溶解度为 790g/kg，甲醇 880g/kg，二甲苯 100g/kg。K_{ow}152000。遇碱易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以三唑酮为内标物，用 3%PEG20000/Gas Chrom Q 为填充物的色谱柱和 FID 检测器，对试样中的速灭威进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

速灭威标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：三唑酮，不含干扰分析的杂质；

固定液：PEG20000；

载体：Gas Chrom Q (150~180 μ m)；

内标溶液：称取内标物 1.0g，置于 100mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 3% PEG20000/Gas Chrom Q 填充物，在 210 $^{\circ}$ C 老化 24h。

1.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 200，气化室 230，检测室 230；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 30，空气 300；

进样量：1 μ L；

保留时间：速灭威约 11min，三唑酮约 17min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含速灭威约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含速灭威约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针速灭威相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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速灭威与内标物峰面积之比分别进行平均。速灭威的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中速灭威与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中速灭威与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中速灭威的质量分数，%。

2 方法二 (HG 2850—1997 仲裁法)

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二乙酯为内标物，用 5%OV-101/ Gas Chromosorb G AW-DMCS (150~180 μ m) 为填充物的色谱柱和 FID 检测器，对试样中的速灭威进行分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮；

速灭威标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二乙酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：5%OV-101；

载体：Gas Chromosorb G AW-DMCS (150~180 μ m)；

内标溶液：称取内标物 2.0g，置于 200mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5%OV-101/Gas Chromosorb G AW DMCS (150~180 μ m) 填充物。在 210 $^{\circ}$ C 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 150，气化室 160，检测室 160；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 30，空气 300；

进样量：1 μ L；

保留时间：速灭威约 2.6min，邻苯二甲酸二乙酯约 5.0min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含速灭威约 100mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 加入丙酮 5mL, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含速灭威约 100mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 加入丙酮 5mL, 摇匀。

2.5.3 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, 直至相邻两针速灭威相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

2.6 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速灭威与内标物峰面积之比分别进行平均。速灭威的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中速灭威与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中速灭威与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中速灭威的质量分数, %。

3 方法适用范围

本方法适用于速灭威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

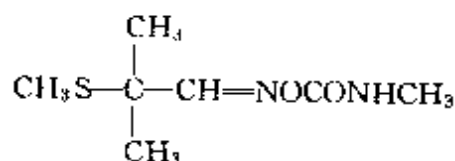
(黄修柱)

涕灭威 (aldicarb)

分子式 $C_7H_{14}N_2O_2S$

相对分子质量 190.3

结构式



化学名称 2-甲基-2-(甲硫基)丙醛-O-甲基氨基甲酰基肟

其他名称 铁灭克

物化性质 纯品为无色结晶，微带燃烧硫磺的气味。熔点 98~100℃，蒸气压 13mPa (25℃)。溶解度：室温下水 6g/L，丙酮 350g/L，二氯甲烷 300g/L，二甲苯 50g/L；几乎不溶于庚烷；溶于大多数有机溶剂。除了对强碱外它是稳定的，对容器、设备没有腐蚀性，不易燃。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的色谱柱和紫外检测器，对试样中的涕灭威进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

涕灭威标样：已知质量分数，≥99%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 C₁₈ (5μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水=70+30(φ)；

保留时间：涕灭威 6.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 涕灭威标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 涕灭威的试样（精确至 0.2mg），置于 100ml 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针涕灭威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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涕灭威峰面积分别进行平均。涕灭威的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中涕灭威峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中涕灭威峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中涕灭威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于涕灭威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

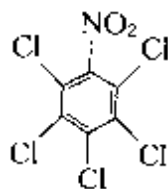
（孙绮丽）

五氯硝基苯（quintozene）

分子式 $C_6Cl_5NO_2$

相对分子质量 295.4

结构式



化学名称 五氯硝基苯

其他名称 ERP, Terrachor, PCNB, Botrilex

物化性质 纯品为无色针状晶体。熔点 146℃，25℃时蒸气压为 1.8Pa，25℃时相对密度为 1.718。不溶于水，在 25℃时乙醇中的溶

解度为 2g/L，溶于苯、二硫化碳、氯仿。在土壤中相对稳定。在 pH 7 以下能和所有的农药混配。不腐蚀容器。原药纯度为 98.5%，熔点 142~143℃。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用氯仿溶解，以邻位三联苯为内标物，用 10%SE-30 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的五氯硝基苯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

氯仿；

五氯硝基苯标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻位三联苯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.26g 邻位三联苯，置于 100mL 容量瓶中，加入氯仿溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 180，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：五氯硝基苯约 7.3min，内标物约 11.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取五氯硝基苯标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 氯仿溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 五氯硝基苯 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 氯仿溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针五氯硝基苯相对响应值变化小于1.5%后，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。

6 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五氯硝基苯与内标物峰面积之比分别进行平均。五氯硝基苯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中五氯硝基苯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 —— 试样溶液中五氯硝基苯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 —— 标样的质量，g；

m_2 —— 试样的质量，g；

p —— 标样中五氯硝基苯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于五氯硝基苯原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

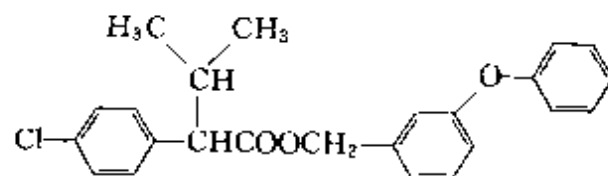
(刘绍仁 段丽芳)

戊菊酯 (valerate)

分子式 $C_{24}H_{23}ClO_3$

相对分子质量 394.4

结构式



化学名称 3-苯氧苄基(RS)-2-(4-氯苯基)-3 甲基丁酸酯

物化性质 原药为黄色或棕色油状液体。20℃时相对密度为61.165，沸点248~250℃。易溶于一般有机溶剂，难溶于水。对光稳定，在酸性条件下稳定，在碱性条件下不稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，用 SE-30

为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的戊菊酯进行气相色谱法分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

戊菊酯标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m)；

内标溶液：称取 1g 邻苯二甲酸二正戊酯，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 3% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物，在 250 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 240，气化室 270，检测室 270；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 40，氢气 40，空气 300；

进样量：1 μ L；

保留时间：戊菊酯约 8.0min，邻苯二甲酸二正戊酯约 6.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含戊菊酯约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含戊菊酯约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针戊菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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戊菊酯与

内标物峰面积之比分别进行平均。戊菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中戊菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中戊菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中戊菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于戊菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

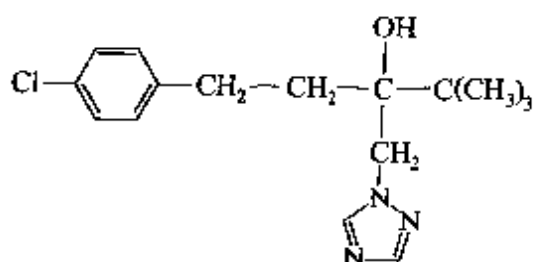
(单烯力)

戊唑醇 (tebuconazole)

分子式 $C_{16}H_{12}ClN_3O$

相对分子质量 307.8

结构式



化学名称 1-(4-氯苯基)-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)-4,4-二甲基戊-3-醇

物化性质 纯品为无色晶体。熔点 105°C ($102.4 \sim 104.7^{\circ}\text{C}$), 20°C 蒸气压为 0.013mPa 。 20°C 时水中溶解度为 32mL/L , 二氯甲烷大于 200g/L , 己烷小于 100mg/L , 异丙醇、甲苯 $50 \sim 100\text{g/L}$ 。 $K_{ow}5000$ 。在 pH 4.7 时水解 DT_{50} 大于 1 年。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的戊唑醇

进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

戊唑醇标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W HP (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 5g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 10% OV-101/Chromosorb W HP (180~250 μ m) 填充物，在 250℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 210，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 40，空气 300；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：戊唑醇约 7.3min，邻苯二甲酸二正丁酯约 5.2min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取戊唑醇标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含戊唑醇 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针戊唑醇相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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戊唑醇与

内标物峰面积之比分别进行平均。戊唑醇的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —— 试样溶液中戊唑醇与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —— 标样的质量, g;

m_2 —— 试样的质量, g;

p —— 标样中戊唑醇的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于戊唑醇原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

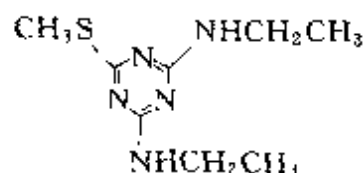
(单炜力 姜宜飞)

西草净 (simetryn)

分子式 $C_8H_{15}N_5S$

相对分子质量 213.2

结构式



化学名称 2-甲硫基-4,6-双(乙胺基)-1,3,5-三嗪

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $81 \sim 82.5^\circ\text{C}$, 难溶于水, 溶于甲醇、乙醇和氯仿等有机溶剂。常温下贮存两年, 有效成分基本不变。在强酸、强碱或高温下易分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 XE-60 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的西草净进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

西草净标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：XE 60；

载体：Chromosorb P (150~180 μ m)；

内标溶液：称取 2.1g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 5% XE-60/Chromosorb P (150~180 μ m) 填充物，在 220 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 170，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：西草净约 6min，邻苯二甲酸二正丁酯约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取西草净标样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含西草净约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 三氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针西草净相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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西草净与内标物峰面积之比分别进行平均。西草净的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中西草净与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中西草净与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中西草净的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于西草净原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

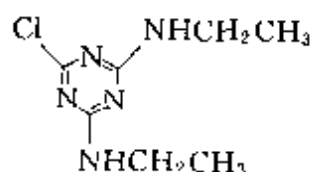
(单炜力 姜宜飞)

西玛津 (simazine)

分子式 $C_7H_{12}ClN_5$

相对分子质量 202.0

结构式



化学名称 2-氯-4,6-双(乙胺基)-1,3,5-三嗪

其他名称 G27692, GAT

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $225 \sim 227^\circ\text{C}$ (分解), 20°C 时蒸气压为 813.3 nPa 。 20°C 时溶解度水 5 mg/L , 石油醚 2 mg/L , 甲醇 400 mg/L , 氯仿 900 mg/L 。在微酸性或微碱性介质中较稳定, 在较高温度下能被较强的酸或碱水解。原粉为白色粉末, 熔点约 224°C , 常温下贮存两年, 有效成分基本不变。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经二甲基甲酰胺溶解, 用邻苯二甲酸二辛酯作内标物, 以 3% Carbowax 20M / Gas Chrom Q 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的西玛津进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二甲基甲酰胺;

西玛津标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二辛酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液：称取邻苯二甲酸二辛酯 3g，置于 1000mL 容量瓶中，用二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm×4mm（id）玻璃或不锈钢柱，内装 3% Carbowax 20M/Gas Chrom Q（150~180μm）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 210，气化室 250，检测室 250；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）20，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：西玛津 6~8min，内标物 10~14min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含西玛津约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波震荡 20min。

5.2 试样溶液的制备

称取含西玛津约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波震荡 20min，必要时离心。

5.3 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，直至相邻两针西玛津相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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西玛津与内标物峰面积之比分别进行平均。西玛津的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中西玛津与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中西玛津与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中西玛津的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于西玛津原药、悬浮剂、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

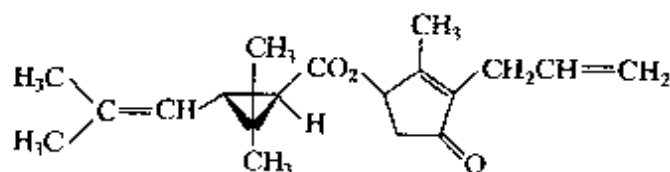
(季 颖)

烯丙菊酯 (allethrin)

分子式 $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量 302.4

结构式



化学名称 (RS)-3-烯丙基-2-甲基-4-氧代环戊-2-烯基(1RS,3RS; 1RS,3SR)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

其他名称 丙烯菊酯, 毕那命

物化性质 原药为黄色至黄褐色液体。沸点 $140^{\circ}\text{C}/13.3\text{Pa}$, 相对密度 d_4^{25} 1.005~1.015, 折射率 n_D^{21} 1.5070, 30°C 蒸气压为 16mPa 。溶解度 (室温): 己烷、甲醇和二甲苯 $>1\text{kg/kg}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 2% DEGS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

烯丙菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.1g 邻苯二甲酸二正丁酯, 置于 100mL 容量

瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm × 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 2% DEGS/
Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 180，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：烯丙菊酯约 9.9min，内标物约 8.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取烯丙菊酯标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 烯丙菊酯 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针烯丙菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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烯丙菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。烯丙菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯丙菊酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于烯丙菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

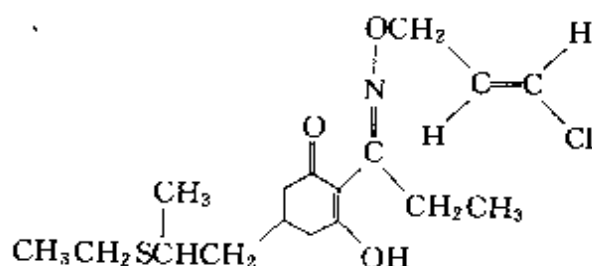
(刘绍仁 段丽芳)

烯草酮 (clethodim)

分子式 $C_{17}H_{26}ClNO_3S$

相对分子质量 359.5

结构式



化学名称 (RS)-2-[1-(E)-3-氯烯丙氧基亚氨基丙基]-5-(2-乙硫基丙基)-3-羟基环己-2-烯酮

其他名称 Select, 赛乐特, Selectone, 收乐通

物化性质 纯品为黄褐色油状液体。蒸气压 (20℃) $<1.3 \times 10^{-5}$ Pa, 相对密度 1.14 (20℃), 低于沸点分解。易溶于大多数有机溶剂。对光、热、强酸不稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以甲醇+水+乙酸为流动相，使用以 C_8 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的烯草酮进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

二氯甲烷；

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

乙酸；

烯草酮标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：15cm × 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 Nucleosil R₅ C₈；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：15μL；

流动相：甲醇 + 水 + 乙酸 = 85 + 15 + 0.6(φ)；

保留时间：烯草酮约 9min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 烯草酮标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 烯草酮的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针烯草酮相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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烯草酮峰面积分别进行平均。烯草酮的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯草酮峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯草酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯草酮的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于烯草酮原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

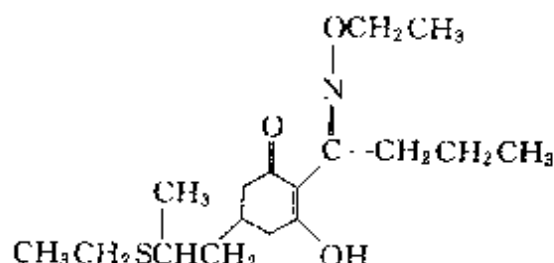
(季 颖)

烯禾啉 (sethoxydim)

分子式 $C_{17}H_{29}NO_3S$

相对分子质量 327.5

结构式



化学名称 2-[1-(乙氧基亚氨基)正丁基]-5-(2-乙硫基丙基)-3-羟基环己-2-烯酮

其他名称 拿捕净

物化性质 流动性 (低黏度) 液体，沸点 $>90^{\circ}\text{C}/\text{mPa}$ ， 25°C 时相对密度 1.043。溶解度 (20°C)：水 25~4700mg/L (pH4~7)，可与甲醇、己烷、乙酸乙酯、甲苯、辛醇、二甲苯、橄榄油等有机溶剂互溶。 K_{ow} (pH5) 32360、 K_{ow} (pH7) 44.7。稳定性：在 10mg/L 浓度下，pH8.7、 25°C 和用氙灯照 12h/d， DT_{50} 5.5d；土壤中 $DT_{50} < 1\text{d}$ (15°C)。与无机或有机铜化合物不能配伍。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+乙酸乙酯+乙酸+无水乙醇为流动相，使用 ZORBAX CN 色谱柱和紫外检测器，对试样中的烯禾啉进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

无水乙醇；

乙酸；

乙酸乙酯；

正己烷;

烯禾啉标样 (STM-Li): 已知质量分数。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 280nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 250mm × 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 ZORBAX CN;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 280nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 正己烷+乙酸乙酯+乙酸+无水乙醇 = 10000+10+10+0.5(φ);

保留时间: 烯禾啉 4~5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 烯禾啉标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 20% 乙酸 1mL, 再用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 烯禾啉的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 20% 乙酸 1mL, 再用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针烯禾啉相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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烯禾啉峰面积分别进行平均。烯禾啉的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯禾啉峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯禾啉峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯禾啉的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于烯禾啉原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

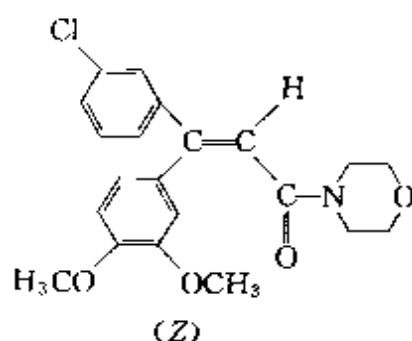
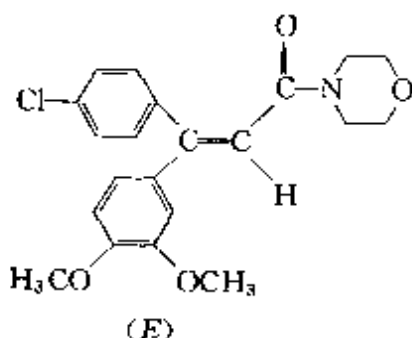
(季 颖)

烯酰吗啉 (dimethomorph)

分子式 $C_{21}H_{22}ClNO_4$

相对分子质量 387.9

结构式



化学名称 4-[3-(4-氯苯基)-3-(3,4-二甲氧基苯基)丙烯酰基]吗啉
(Z体与E体之比一般为4:1)

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $127 \sim 148^\circ\text{C}$ ，Z-异构体 $169.2 \sim 170.2^\circ\text{C}$ ，E-异构体 $135.7 \sim 137.5^\circ\text{C}$ ，蒸气压 24mPa 。溶解度 ($20 \sim 25^\circ\text{C}$)：水 $< 50\text{mg/L}$ ，丙酮 15g (Z) / L 、 88g (E) / L ，环己烷 27g (Z) / L ，二氯甲烷 315g (Z) / L ，二甲基甲酰胺 40g (Z) / L 、 272g (E) / L ，己烷 0.04g (E) / L ，甲醇、甲苯 7g (Z) / L 。稳定性：在日光下 E-异构体和 Z-异构体互变 [仅 (Z) 有杀菌力]；水解很缓慢。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇和水为流动相，使用 C_{18} 不锈

钢柱和 230nm 紫外检测器, 对试样中的烯酰吗啉进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇;

二次蒸馏水;

烯酰吗啉标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 230nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 230nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇 + 水 = 65 + 35(φ);

保留时间: 顺式体约 6min, 反式体约 7.3min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 烯酰吗啉标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 烯酰吗啉的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针烯酰吗啉相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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烯酰吗啉峰面积分别进行平均。烯酰吗啉的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯酰吗啉峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中烯酰吗啉峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烯酰吗啉的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于烯酰吗啉原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件达到较好分离。

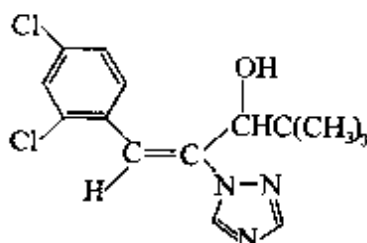
(赵永辉)

烯唑醇 (diniconazole)

分子式 $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O$

相对分子质量 326.4

结构式



化学名称 (E)-(RS)-1-(2,4-二氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)戊-1-烯-3-醇

物化性质 原药为无色结晶固体。熔点 $134 \sim 156^{\circ}\text{C}$ ， 20°C 时相对密度 1.32，蒸气压 4.9mPa (25°C)。溶解度： 25°C 水 4.1mg/L ， 23°C 时甲醇 95g/kg ，二甲苯 14g/kg ，丙酮 95g/kg ，己烷 700mg/kg 。 $K_{ow} 20000$ (25°C)。稳定性：在通常贮存条件下稳定，对热、光和潮湿稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以磷酸三苯酯为内标物，用 2%FFAP 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的烯唑醇进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

烯唑醇标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：磷酸三苯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 1.6g 磷酸三苯酯，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 2% FFAP/Sumikasorb HP (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 240，气化室 260，检测室 260；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：烯唑醇约 12.9min，磷酸三苯酯约 18.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取烯唑醇标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 烯唑醇 (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针烯唑醇相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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烯唑醇与内标物峰面积之比分别进行平均。烯唑醇的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烯唑醇与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中烯唑醇与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中烯唑醇的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于烯唑醇原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

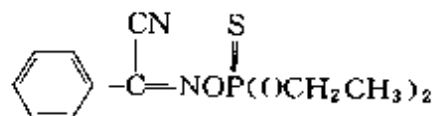
(刘绍仁 段丽芳)

辛硫磷 (phoxim)

分子式 $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$

相对分子质量 298.3

结构式



化学名称 O,O -二乙基- O [(α -氰基亚苄基氨基)氧基]硫代磷酸酯

其他名称 Baythion

物化性质 纯品为黄色液体。熔点 6.1°C , 蒸气压 2.1mPa (20°C), 相对密度 $d_4^{20} 1.178$ 。溶解度 (20°C): 水 7mg/L , 二氯甲烷 $>500\text{g/L}$, 异丙醇 $>600\text{g/L}$, 微溶于石油醚。对水和酸性介质稳定。原药在室温下为浅红色油状物。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以 C_{18} 为填料的色谱柱和紫外检测器, 对试样中的辛硫磷进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇: 优级纯;

二次蒸馏水;

辛硫磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (10μm);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: 1.0mL/min;

检测波长: 254nm;

进样体积: 10μL;

流动相: 甲醇+水=70+30(V/V);

保留时间: 辛硫磷 8.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 辛硫磷标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 辛硫磷的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针辛硫磷相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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辛硫磷峰面积分别进行平均。辛硫磷的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中辛硫磷峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中辛硫磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中辛硫磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于辛硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

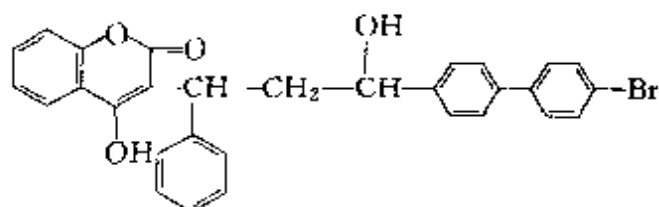
(孙绮丽)

溴敌隆 (bromadiolone)

分子式 $C_{30}H_{23}BrO_4$

相对分子质量 527.4

结构式



化学名称 3-[3-(4'-溴联苯-4-基)-3-羟基-1-苯丙基]-4-羟基香豆素

其他名称 乐万通

物化性质 原药 (97%) 为黄色粉末。熔点 $200\sim 210^{\circ}\text{C}$ (两种非对映异构体的混合物)。溶解度 (20°C): 水 19mg/L 、二甲基甲酰胺 730g/L 、乙醇 8.2g/L 、乙酸乙酯 25g/L 。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，过滤，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和 265nm 紫外检测器，对试样中的溴敌隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：色谱纯；

冰乙酸；

二次蒸馏水；

溴敌隆标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 265nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢色谱柱，内装 C_{18} 填充

物 ($10\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $50\mu\text{L}$;

定量进样阀: $20\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 25°C ;

流速: $1.0\text{mL}/\text{min}$;

检测波长: 265nm ;

进样体积: $20\mu\text{L}$;

检测器灵敏度 (AUFs): 0.02;

流动相: 甲醇+水+冰乙酸=100+10+1(φ);

保留时间: 溴敌隆 I 约 14.4min , 溴敌隆 II 约 16.3min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取溴敌隆标样 50mg (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含溴敌隆 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀。再用 $0.45\mu\text{m}$ 孔径滤膜过滤。

5.3 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, 直至相邻两针溴敌隆相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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溴敌隆 (I + II) 峰面积分别进行平均。试样中溴敌隆的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴敌隆 (I + II) 峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中溴敌隆 (I + II) 峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中溴敌隆 (I + II) 的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于溴敌隆原药、毒饵等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

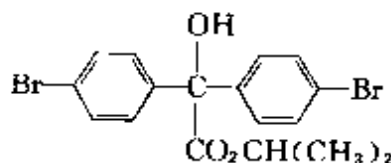
(宗伏霖)

溴螨酯 (bromopropylate)

分子式 $C_{17}H_{16}Br_2O_3$

相对分子质量 428.1

结构式



化学名称 2,2-双(4-溴苯基)-2-羟基乙酸异丙酯

其他名称 螨代治

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 77°C , 相对密度 1.59, 蒸气压 11.33mPa (20°C)。在水中溶解度 $<0.5\text{mg/L}$, 溶于多种有机溶剂。在中性及微酸性介质中稳定, 不易燃。贮存稳定性约两年。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二苯酯为内标物, 用 10%SE-30/Chromosorb W AW-DMCS ($150\sim 180\mu\text{m}$) 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的溴螨酯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯:

溴螨酯标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二苯酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 0.36g 内标物, 置于 500mL 容量瓶内, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱：2m×3mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30 /Chromosorb W AW-DMCS (150~180μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 230，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：溴螨酯 5~7min，内标物 10~12min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含溴螨酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波振荡 20min。

5.2 试样溶液的制备

称取含溴螨酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 15mL，超声波振荡 20min。

5.3 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，直到相邻两针溴螨酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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溴螨酯与内标物峰面积之比分别进行平均。溴螨酯的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴螨酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中溴螨酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中溴螨酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于溴螨酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

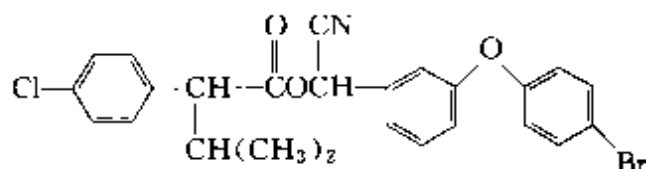
(简 秋)

溴灭菊酯 (brofenvalerate)

分子式 $C_{25}H_{21}BrClNO_3$

相对分子质量 498.9

结构式



化学名称 (RS)- α -氰基-3-(4-溴苯氧基)苄基(RS)-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酸酯

物化性质 原药为暗琥珀色黏稠液体，有效成分质量分数 $\geq 80\%$ 。20℃时相对密度 1.165，沸点 248~250℃。易溶于一般有机溶剂，难溶于水。对光稳定，在酸性条件下稳定，在碱性条件下不稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以正三十二烷为内标物，用 OV-17 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的溴灭菊酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

溴灭菊酯标样：已知质量分数；

内标物：正三十二烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-17；

载体：Chromosorb Q (125~150 μ m)；

内标溶液：称取 2g 正三十二烷，置于 1000mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 3% OV-17/Chromosorb Q (125~150 μ m) 填充物，在 280℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 270，气化室 280，检测室 280；

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 40, 空气 300;

进样量: 1 μ L。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含溴灭菊酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含溴灭菊酯约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针溴灭菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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溴灭菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。溴灭菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴灭菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中溴灭菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中溴灭菊酯的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于溴灭菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

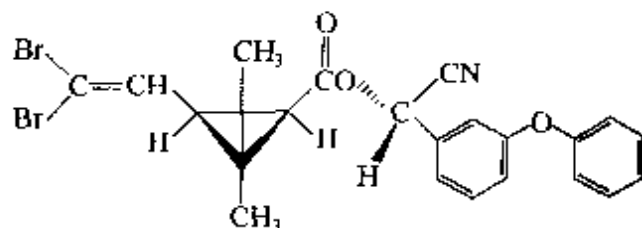
(单炜力)

溴氰菊酯 (deltamethrin)

分子式 C₂₂H₁₉Br₂NO₃

相对分子质量 505.3

结构式



化学名称 (S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1R,3R)-3-(2,2-二溴乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

其他名称 敌杀死

物化性质 纯品为白色斜方形针状结晶,熔点 101~102℃, 25℃ 时蒸气压 2.0 μ Pa。比旋光度 $[\alpha]_D^{20} + (58 \pm 1)^\circ$ 。溶解于丙酮及二甲苯等大多数芳香族溶剂, 20℃ 时的溶解度 (g/100mL): 二甲基甲酰胺 87、二甲基亚砷 45、异丙醇 0.6、乙醇 1.5、甲苯 25、丙酮 50、乙腈 9、乙酸乙酯 35、二氯甲烷 70, 微溶于水。在酸性介质中稳定; 在碱性介质中易发生苄基碳的外消旋, 酯键断裂, 发生皂化反应; 对光稳定。原药为无嗅白色粉末, 纯度一般为 98%, 熔点 98~101℃。

常用分析方法 液相色谱法、气相色谱法。

1 液相色谱法

1.1 方法提要

试样用流动相溶解, 过滤, 以异辛烷和二氧六环为流动相, 使用硅胶为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器, 对试样中的溴氰菊酯进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂

异辛烷;

二氧六环: 使用前加 0.15% (φ) 的水;

溴氰菊酯标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 254nm 紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 300mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 Porasil 硅胶 (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

进样器: 20 μ L 定量进样阀。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：异辛烷+二氧六环=80+20(ϕ)；

保留时间：溴氰菊酯约 9.6min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 溴氰菊酯标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 溴氰菊酯的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针溴氰菊酯相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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溴氰菊酯峰面积分别进行平均。溴氰菊酯的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴氰菊酯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中溴氰菊酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中溴氰菊酯的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于溴氰菊酯原药、乳油、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正辛酯为内标物，用 OV-101 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的溴氰菊酯进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

丙酮；

溴氰菊酯标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二正辛酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 1.0g 邻苯二甲酸二正辛酯，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 5% OV-101/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物，在 270℃ 老化 24h。

2.4 操作条件

温度 (℃)：柱室 240，气化室 270，检测室 270；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 45，氢气 30，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：溴氰菊酯约 8.2min，内标物约 6.8min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含溴氰菊酯约 100mg 的标样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含溴氰菊酯约 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针溴氰菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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溴氰菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。溴氰菊酯的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中溴氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中溴氰菊酯的质量分数, %。

2.7 方法评价

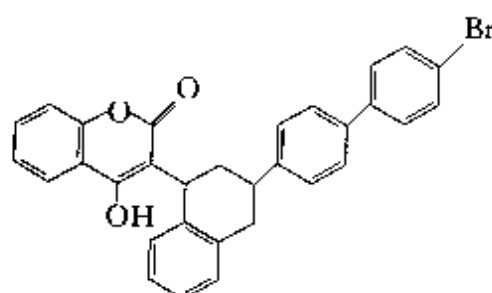
本方法和液相色谱法具有同样的准确度和精密度, 可操作性较强。
(单炜力)

溴鼠灵 (brodifacoum)

分子式 $C_{31}H_{23}BrO_3$

相对分子质量 523.4

结构式



化学名称 3-[3-(4'-溴联苯-4-基)-1,2,3,4-四氢-1-萘基]-4-羟基香豆素

其他名称 大隆、溴鼠隆

物化性质 纯品为白色至浅黄褐色粉末。熔点 $228 \sim 232^\circ\text{C}$, 蒸气压 0.13mPa (25°C)。溶解度 (20°C): pH 7 水中 10mg/L 、丙酮 $6 \sim 20\text{g/L}$ 、苯 $0.6 \sim 6.0\text{mg/L}$ 、氯仿 3g/L 。原药在 50°C 下稳定, DT_{50} 大于 180d, 在直接日光照射下 30d 无损耗。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解，过滤，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填充物的不锈钢柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的溴鼠灵进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

甲醇：色谱纯；

二次蒸馏水；

冰乙酸；

溴鼠灵标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 Nova-Pak C₁₈ 填充物 (10 μ m)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：50 μ L；

定量进样阀：20 μ L。

4 操作条件

柱温：25℃；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μ L；

检测器灵敏度 (AUFs)：0.02；

流动相：甲醇+水+冰乙酸=942+50+8(ϕ)；

保留时间：约 2.6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取溴鼠灵标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并定容至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含溴鼠灵 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并定容至刻度，摇匀。再用 0.45 μ m 孔径

滤膜过滤。

5.3 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，直至相邻两针溴鼠灵相对响应值变化小于1.0%后，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。

6 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溴鼠灵峰面积分别进行平均。溴鼠灵的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中溴鼠灵峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中溴鼠灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中溴鼠灵的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于溴鼠灵原药、饵剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

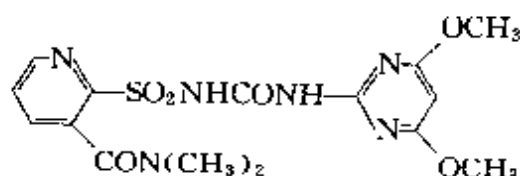
(宗伏霖)

烟嘧磺隆 (nicosulfuron)

分子式 $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量 410.8

结构式



化学名称 3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(3-二甲基氨基甲酰基吡啶-2-基磺酰基)脲

其他名称 烟磺隆, 玉农乐

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $172 \sim 173^{\circ}\text{C}$ 。溶解度: 水 (20°C) 400mg/L ($\text{pH}5$)、 120mg/L ($\text{pH}7$)、 320mg/L ($\text{pH}9$), 丙酮 18g/L , 乙腈 23g/L , 氯仿、二甲基甲酰胺 64g/L , 甲苯

70g/L。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解，过滤，以乙腈和水为流动相，使用 ODS 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，以 2-氯-4-硝基苯酚为内标，对试样中的烟嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

四氢呋喃；

乙腈：HPLC 级；

乙酸；

新蒸二次蒸馏水；

2-氯-4-硝基苯酚：不含干扰分析的杂质；

烟嘧磺隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标溶液：称取 2g 2-氯-4-硝基苯酚，置于 100mL 的容量瓶中，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm (id) 不锈钢柱，内装 ODS 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：45℃；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：乙腈+水(0.8%乙酸)=20+80(φ)；

保留时间：烟嘧磺隆约 10min，2-氯-4-硝基苯酚约 15min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取烟嘧磺隆标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含烟嘧磺隆 100mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针烟嘧磺隆相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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烟嘧磺隆与内标物峰面积之比分别进行平均。烟嘧磺隆的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中烟嘧磺隆与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中烟嘧磺隆与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中烟嘧磺隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于烟嘧磺隆原药、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。在没有合适内标的情况下，对操作条件作适当的调整，采用外标法也可以得到满意的结果。

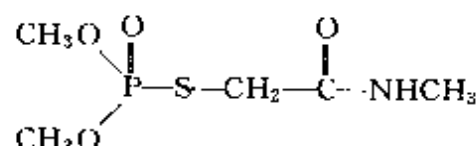
（单炜力 姜宜飞）

氧乐果 (omethoate)

分子式 $C_5H_{12}NO_4PS$

相对分子质量 213.2

结构式



化学名称 *O,O*-二甲基-*S*-(*N*-甲基氨基甲酰甲基)硫代磷酸酯

其他名称 Bayer 45432, Folomat, Dimethoate-met

物化性质 纯品为无色透明油状物。沸点约 135℃ (分解), 蒸气压 3.3mPa (20℃), 相对密度 1.32 (20℃), K_{ow} 0.176 (20℃)。溶解度: 易溶于水、醇类、丙酮和许多烃类, 微溶于乙醚, 几乎不溶于石油醚。在中性及弱酸性介质中较稳定, 在碱性介质中水解, 酸性介质中缓慢水解。

常用分析方法 我国国家标准规定的方法为薄层-溴化法和气相色谱法, CIPAC 方法为高效液相色谱法。

1 薄层-溴化法

1.1 方法提要

采用硅胶 G 薄层板, 用氯仿、正己烷和冰乙酸为展开剂, 氯化钡为显色剂, 刮下氧乐果谱带, 用溴化法测定。

1.2 仪器

层析缸、层析玻璃板 (10cm×20cm)、玻璃喷雾器、500mL 碘量瓶、100μL 微量注射器、10mL 容量瓶、10mL 吸管、恒温水浴。

1.3 试剂和溶液

硅胶 G: 层析用;

无水乙醇;

冰乙酸;

氯仿;

正己烷;

碘化钾: 15% 溶液;

硫酸;

盐酸;

硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\right)=0.02\text{mol/L}$;

溴酸钾-溴化钾溶液: 称取 1.5g 溴酸钾和 13g 溴化钾溶于少量水中, 稀释至 1000mL, 摇匀;

0.1% 氯化钡显色剂: 称取 100mg 氯化钡, 用 1mL 1mol/L 盐酸溶解, 用水稀释至 100mL;

0.5% 淀粉指示剂: 称取可溶性淀粉 1g, 加 10mL 水调匀, 搅

拌下将其慢慢倒入 200mL 沸水中，再微沸 2min，冷却，取上层清液备用。

1.4 测定步骤

硅胶板的制备：采用手铺法涂制（每块板约用 4~5g 硅胶 G），放水平处风干后，在 105~110℃ 烘箱中烘 2h，取出，放入干燥器中备用。

测定：称取含氧乐果约 0.5g 的试样（精确至 0.2mg⁷），置于 10mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀。吸取该样品溶液 100mL 点样并展开 [展开剂：氯仿 + 正己烷 + 冰乙酸 = 5 + 3 + 2, (φ)]，风干。用氯化钼显色剂喷雾显色。将 R_f 值约为 0.35 的氧乐果黄色谱带，全部转移到 500mL 碘量瓶中。用少量水冲洗碘量瓶内壁，加水至总体积约 50mL，准确加入 10mL 溴酸钾-溴化钾溶液及 10mL 1+1 盐酸（或 1+4 硫酸），塞紧瓶塞，瓶口用少量水液封，摇匀，置于 (30±1)℃ 的恒温水浴中放置 10min。取出碘量瓶，加入 5mL 15% 碘化钾溶液，摇匀。放置 2~3min，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，再加入 3mL 0.5% 淀粉指示剂，继续滴定至溶液的蓝色消失，即为终点。

在同样操作条件下做空白试验。

1.5 计算

氧乐果的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.03553}{0.1 \times m / 10}$$

式中 V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

0.03553——1/6 氧乐果的毫摩尔质量，g/mmol。

2 气相色谱法

2.1 方法提要

试样用氯仿溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，用 XE-60 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的氧乐果进行气相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

氯仿；

氧乐果标样：已知质量分数， $\geq 95.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 3.0g 邻苯二甲酸二丁酯，置于 500mL 容量瓶中，用氯仿溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：65cm $\times$ 2mm (id) 玻璃柱，内装 3%XE-30/上试 102 AW-DMCS (150~180 μ m) 填充物。

2.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 150，气化室 200，检测室 180；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 25，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

相对保留时间：邻苯二甲酸二丁酯：氧乐果约 1.0：1.4。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取含氧乐果约 70mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含氧乐果约 70mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，摇匀。

2.5.3 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，直至相邻两针氧乐果相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

2.6 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氧乐果与内标物峰面积之比分别进行平均。氧乐果的质量分数 X_2 (%), 按下式计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氧乐果与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中氧乐果与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中氧乐果的质量分数, %。

3 液相色谱法

3.1 方法提要

试样用流动相溶解, 过滤, 以甲醇+水为流动相, 使用 C_{18} 不锈钢柱和 220nm 紫外检测器, 对试样中的氧乐果进行高效液相色谱分离和测定。

3.2 试剂

甲醇;
二次蒸馏水;
氧乐果标样: 已知质量分数, $\geq 95\%$ 。

3.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有 220nm 紫外检测器;
色谱数据处理机;
色谱柱: 15cm $\times$ 3.9mm (id) 不锈钢柱, 内装 C_{18} ;
过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;
微量进样器: 25 μ L。

3.4 操作条件

柱温: 40 $^{\circ}$ C;
流速: 1.0mL/min;
检测波长: 220nm;
进样体积: 10 μ L;
流动相: 甲醇+水=10+90(φ);
保留时间: 氧乐果约 4min。

3.5 测定步骤

3.5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 氧乐果标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3.5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 氧乐果的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL

容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

3.5.3 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，直至相邻两针氧乐果相对响应值变化小于1.0%后，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。

3.6 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氧乐果峰面积分别进行平均。氧乐果的质量分数 X_3 (%)，按下式计算：

$$X_3 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中氧乐果峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中氧乐果峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中氧乐果的质量分数，%。

4 方法适用范围

本方法适用于氧乐果原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(季 颖)

叶枯唑 (bismertiazol)

分子式 $C_5H_6N_6S_4$

相对分子质量 278.8

结构式



化学名称 N,N' -亚甲基-双(2-氨基-5-巯基-1,3,4-噻二唑)

其他名称 叶青双，噻枯唑，川化-018，叶枯宁

物化性质 纯品为白色长方柱状结晶或浅黄色疏松细粉。熔点 $(190 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。可溶于二甲基甲酰胺、二甲基亚砷、吡啶、乙醇、甲醇等有机溶剂，微溶于水。化学性质稳定。原药为褐色粉末。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解，过滤，以正己烷和乙醇为流动相，使用硅胶为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的叶枯唑进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

无水乙醇；

正己烷：HPLC 级；

二甲基甲酰胺；

叶枯唑标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：30cm $\times$ 4.3mm (id) 不锈钢柱，内装 μ -Pozasil (全多孔硅胶、球形) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：正己烷 + 乙醇 = 90 + 20(ϕ)，并在此混合液中加入 1.8% 的二甲基甲酰胺；

保留时间：叶枯唑约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取叶枯唑标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含叶枯唑 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针叶枯唑相对响应值变化小于1.0%后，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。

6 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叶枯唑峰面积分别进行平均。叶枯唑的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中叶枯唑峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中叶枯唑峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中叶枯唑的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于叶枯唑原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

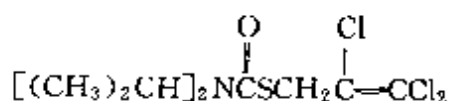
(单炜力 姜宜飞)

野麦畏 (tri-allate)

分子式 $C_{10}H_{16}Cl_3NOS$

相对分子质量 304.7

结构式



化学名称 N,N -二异丙基硫代氨基甲酸- S -2,3,3-三氯烯丙基酯

其他名称 阿畏达，燕麦畏

物化性质 纯品为琥珀色油状液体。相对密度 1.273 (25/15.6℃)，熔点 29~30℃，沸点 136℃ (133.3Pa)，分解温度大于 200℃，蒸气压 0.016Pa (25℃)。25℃时在水中溶解度为 4mg/L，可溶于乙醚、丙酮、苯等大多数有机溶剂。不易燃，不爆炸，紫外线辐射不易分解。常温条件下稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经丙酮溶解，用邻苯二甲酸二异丁酯作内标物，用 2%

OV-17/Chromosorb W AW-DMCS 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的野麦畏进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

野麦畏标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二异丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二异丁酯 3g，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.5m $\times$ 3mm (id)，2%OV-17/Chromosorb W AW-DMCS (150 $\sim$ 180 μ m) 玻璃或不锈钢色谱柱。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 180，气化室 240，检测室 240；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 45，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：野麦畏约 5min，内标物约 7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含野麦畏约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含野麦畏约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入丙酮 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针野麦畏相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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野麦畏与内标物峰面积之比分别进行平均。野麦畏的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中野麦畏与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中野麦畏与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中野麦畏的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于野麦畏原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(李 颖)

野燕枯 (difenzoquat)

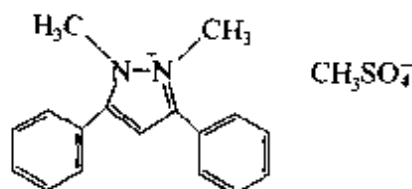
分子式 $C_{17}H_{17}N_2$

相对分子质量 249.3

分子式 $C_{18}H_{20}N_2O_4S$ (difenzoquat metilsulfate)

相对分子质量 360.4

结构式



化学名称 1,2-二甲基-3,5-二苯基吡唑阳离子或硫酸甲酯

其他名称 燕麦枯、双苯唑快。

物化性质 盐的纯品为无色晶体。熔点 $150 \sim 160^\circ\text{C}$ (原药)，蒸气压 $< 1 \times 10^{-2} \text{ mPa}$ (25°C)。溶解度 (g/L, 25°C)：水 765，二氯甲烷 360，氯仿 500，甲醇 588，1,2-二氯乙烷 71，异辛醇 23，丙酮 9.8，甲苯、庚烷 < 0.01 ，微溶石油醚、苯、二氧六烷。稳定性：对热稳定，在弱碱性介质下稳定，但在强酸和氧化条件下分解；水溶液对光稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相、 C_{18} 柱和紫外检测

器,使用反相液相色谱法对试样中的野燕枯进行分离和测定。

2 试剂和溶液

甲醇: HPLC 级;

二次蒸馏水;

磷酸;

野燕枯标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $250\text{mm} \times 4.1\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $20\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速: $0.7\text{mL}/\text{min}$;

检测波长: 254nm ;

进样体积: $20\mu\text{L}$;

流动相: 甲醇+水=60+40 (用磷酸调 $\text{pH}=3$) (ϕ);

保留时间: 野燕枯 6.6min 。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含野燕枯约 30mg (准确至 0.2mg) 的标样, 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含野燕枯约 50mg (准确至 0.2mg) 的试样, 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针野燕枯相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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野燕枯峰面积分别进行平均。野燕枯的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中野燕枯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中野燕枯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中野燕枯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于野燕枯原药及其单制剂的分析，对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

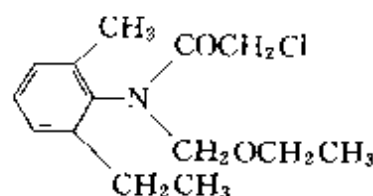
(王以燕)

乙草胺 (acetochlor)

分子式 $C_{14}H_{20}ClNO_2$

相对分子质量 269.8

结构式



化学名称 *N*-(2-乙基-6-甲基苯基)-*N*-乙氧基甲基氯乙酰胺

其他名称 禾耐斯

物化性质 纯品为无色黏稠液体，具芳香气味。熔点 10.5°C ，沸点 $172^{\circ}\text{C}/664.5\text{Pa}$ ，闪点 160°C ，相对密度 $1.1221 (20^{\circ}\text{C})$ ，蒸气压 $30\text{mPa} (20^{\circ}\text{C})$ 。溶解度 (25°C)：水 223mg/L ，溶于乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、甲苯。乳油产品在 20°C 下两年稳定。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二戊酯为内标物，用 5% SE-30/Chromosorb W-HP 为填充物的不锈钢柱和 FID 检测器，对试样中的乙草胺进行分离和测定。

1.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

乙草胺标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正戊酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二戊酯 4g, 置于 500mL 容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 2m $\times$ 3mm 不锈钢柱 (id), 内装 5% SE-30 /Chromosorb W-HP (150~180 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 (°C): 柱室 215, 气化室 280, 检测室 280;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 40, 空气 400;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 乙草胺约 6min, 内标物 12min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取含乙草胺 90mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 25mL 容量瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含乙草胺约 90mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 25mL 容量瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

1.5.3 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, 直至相邻两针乙草胺相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

1.6 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乙草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。乙草胺的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙草胺与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中乙草胺与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 p ——标样中乙草胺的质量分数, %。

1.7 方法适用范围

本方法适用于乙草胺原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注: 另介绍其他气相色谱方法如下。

1. 热导检测器, 色谱柱同上, 温度 (°C): 柱室 220, 气化室 280, 检测室 250; 载气 (H_2) 流速: 40mL/min; 桥流 170mA; 保留时间: 乙草胺约 1min, 内标物 (邻苯二甲酸二戊酯 50g/L 丙酮) 3.5min。

2. 热导检测器, 色谱柱: 2m×3mm (id) 不锈钢柱, 内装 10% SE-30/上试 101 AM-DMCS (180~250 μ m), 温度 (°C): 柱室 200, 气化室 300, 检测室 250; 气体流速 (mL/min): 载气 (H_2) 60; 桥流 150mA; 保留时间: 乙草胺约 8min, 内标物 (六氟苯 16g/L 二甲苯) 5min。

3. FID 检测器, 色谱柱: 1m×3mm (id) 玻璃柱, 内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m); 温度 (°C): 柱室 164, 气化室 220, 检测室 220; 载气 (N_2) 流速: 30mL/min; 保留时间: 乙草胺约 5.3min, 内标物 (邻苯二甲酸二丁酯 11g/L 丙酮) 7min。

2 液相色谱法

2.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解, 以四氢呋喃+水+冰乙酸=60+40+0.1 (ϕ) 为流动相、 C_{18} 柱和紫外检测器, 用外标法对试样中的乙草胺进行液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

四氢呋喃: HPLC 级;

二次蒸馏水;

冰乙酸;

乙草胺标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 150mm×3.9mm (id) 不锈钢柱, 内填 C_{18} (10 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器：10 μ L。

2.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1mL/min；

检测波长：235nm；

流动相：四氢呋喃+水+冰乙酸=60+40+0.1(φ)；

进样体积：10 μ L；

保留时间：乙草胺 5.77min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取约含乙草胺 80mg（准确至 0.2mg）的标样，置于 25mL 具塞容量瓶中，用四氢呋喃溶解并定容，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含乙草胺 80mg（准确至 0.2mg）的试样，置于 25mL 具塞容量瓶中，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，充分摇匀，过滤待用。

2.5.3 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，直至相邻两针乙草胺相对响应值变化小于 1.2% 后，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。

2.6 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乙草胺峰面积分别进行平均。乙草胺的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙草胺峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中乙草胺峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中乙草胺的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

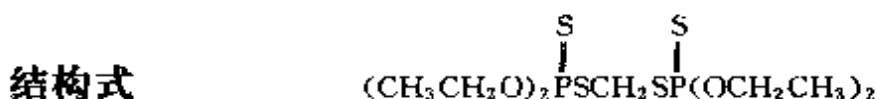
本方法适用于乙草胺原药及其单制剂的分析，对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

（王以燕）

乙硫磷 (ethion)

分子式 $C_9H_{22}O_4P_2S_4$

相对分子质量 384.5



化学名称 *O,O,O',O'*-四乙基-*S,S'*-亚甲基双(二硫代磷酸酯)

其他名称 FMC 1240

物化性质 纯品为白色至琥珀色液体。熔点 $12\sim 15^\circ\text{C}$ ，沸点 $164\sim 165^\circ\text{C}/40\text{Pa}$ ，蒸气压 (25°C) $0.20\times 10^{-2}\text{Pa}$ ，相对密度为 1.22 (20°C)。溶解度 (25°C)：水 2mg/kg ，与大多数有机溶剂，如丙酮，乙醇，甲醇，二甲苯，煤油，石油混溶。稳定性：酸碱液中水解，热能加速其分解，在 150°C 以上会引起分解爆炸，应注意置于遮光阴凉的地方，空气中缓慢氧化。原药为淡棕色油状液体，带有大蒜臭气味，相对密度为 $1.215\sim 1.230$ (20°C)。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法一

1.1 方法提要

试样用甲醇、水溶解，以甲醇和水为流动相，用 $\mu\text{Bondapak C}_{18}$ 不锈钢柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的乙硫磷进行高效液相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

甲醇：优级纯；

二次蒸馏水；

乙硫磷标样：已知质量分数， $\geq 95.0\%$ ；

内标物：五氯硝基苯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.24g 五氯硝基苯，置于 200mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：30cm $\times$ 3.9mm (id) 不锈钢柱，填充 Waters $\mu\text{-Bondapak C}_{18}$ ；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

1.4 操作条件

柱温：室温；

流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；

检测波长： 254nm ；

进样体积： $10\mu\text{L}$ ；

流动相：甲醇+水= $90+10(\varphi)$ 。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 乙硫磷标样（精确至 0.2mg ），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL ，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 乙硫磷的试样（精确至 0.2mg ），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL ，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

1.5.3 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，直至相邻两针乙硫磷相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

1.6 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乙硫磷峰面积分别进行平均。乙硫磷的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙硫磷峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中乙硫磷峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中乙硫磷的质量分数，%。

1.7 方法适用范围

本方法适用于乙硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

2 方法二

2.1 方法提要

试样用乙腈、水溶解，以乙腈和水为流动相，用 ODS Permaphase 不锈钢柱和 254nm 紫外检测器，对试样中的乙硫磷进行高效液相色谱分离和测定。

2.2 试剂和溶液

乙腈：优级纯；

二次蒸馏水；

乙硫磷标样：已知质量分数， $\geq 95.0\%$ ；

内标物：五氯硝基苯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 0.24g 五氯硝基苯，置于 200mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有 254nm 紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：50cm $\times$ 2.1mm (id) 不锈钢柱，填充 Dupont ODS Permaphase；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：25 μ L。

2.4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：乙腈+水=60+40(φ)。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取 100mg 乙硫磷标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 乙硫磷的试样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，准确加入内标溶液 10mL，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

2.5.3 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,直至相邻两针乙硫磷相对响应值变化小于1.0%后,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。

2.6 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乙硫磷峰面积分别进行平均。乙硫磷的质量分数 X (%),按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙硫磷峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中乙硫磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中乙硫磷的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于乙硫磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

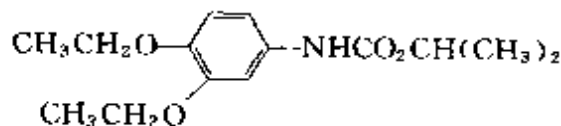
(季 颖)

乙霉威 (diethofencarb)

分子式 $C_{14}H_{21}NO_4$

相对分子质量 267.3

结构式



化学名称 N-(3,4-二乙氧基苯基)氨基甲酸异丙酯

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $100.3^{\circ}C$, 蒸气压 $14.6mPa/25^{\circ}C$ 。溶解度 (g/kg, $20^{\circ}C$): 水 26.6 (mg/L); 己烷 1.3, 甲醇 101, 二甲苯 30。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用10%OV-17为固定相的玻璃柱和FID检测器,对试样中的乙霉威

进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

乙霉威：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二戊酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 2g 内标物，置于 100mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 10% OV-17/Chromosorb AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 228，气化室 250，检测室 280；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 32，氢气 40，空气 500；

进样量：1 μ L。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取乙霉威标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入 5mL 内标溶液，再加入 5mL 三氯甲烷，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含乙霉威试样约 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入 5mL 内标溶液，再加入 5mL 三氯甲烷，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针乙霉威相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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乙霉威与内标物峰面积之比分别进行平均。乙霉威的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙霉威与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中乙霉威与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，g；
 m_2 ——试样的质量，g；
 p ——标样中乙霉威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于乙霉威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

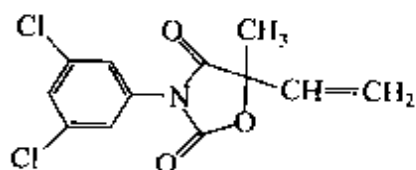
(王以燕)

乙烯菌核利 (vinclozolin)

分子式 $C_{12}H_9Cl_2NO_3$

相对分子质量 286.1

结构式



化学名称 3-(3,5-二氯苯基)-5-甲基-5-乙烯基-1,3-噁唑烷-2,4-二酮

其他名称 农利灵

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 108°C ，蒸气压为 0.016mPa (20°C)，相对密度 1.51。 20°C 时，溶解度 (g/L) 水中为 1、丙酮为 435、苯为 146、氯仿为 319。 K_{ow} 1000 (pH7)。在室温水以及 0.1mol/L 盐酸中稳定，但在碱性溶液中缓慢水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以茚蒎为内标物，用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的乙烯菌核利进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷；

乙烯菌核利标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：茚三烯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE 30；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 6g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 5mm (id) 玻璃柱，内装 3% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物，在 250 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 180，气化室 220，检测室 220；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 40，氢气 40，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：乙烯菌核利约 8.8min，茚三烯约 12.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取乙烯菌核利标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含乙烯菌核利 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针乙烯菌核利相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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乙烯菌核利与内标物峰面积之比分别进行平均。乙烯菌核利的质量分数 X (%), 按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙烯菌核利与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中乙烯菌核利与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，g；
 m_2 ——试样的质量，g；
 p ——标样中乙烯菌核利的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于乙烯菌核利原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

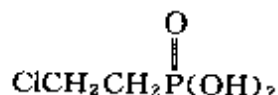
(单炜力 姜宜飞)

乙烯利 (ethephon)

分子式 $C_2H_5ClO_3P$

相对分子质量 144.5

结构式



化学名称 2-氯乙基膦酸

其他名称 乙烯磷，一试验，CEPA

物化性质 纯品为无色针状结晶。熔点 $74 \sim 75^\circ\text{C}$ 。极易吸潮，易溶于水、乙醇、乙醚，微溶于苯和二氯乙烷，不溶于石油醚。工业品为白色针状结晶。制剂为强酸性水剂，在常温、pH3 以下比较稳定，几乎不放出乙烯，但随着温度和 pH 值的增加，乙烯释放的速度加快，在碱性沸水浴中 40min 就全部分解，生成乙烯、氯化物及磷酸盐。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经重氮甲烷酯化，用对硝基氯苯为内标物，用 10% SE-30/GAS Chrom Q 色谱柱和 FID 检测器，对乙烯利甲酯进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

重氮甲烷乙醚饱和溶液；

丙酮；

三氯甲烷；

乙烯利标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ ；

内标物：对硝基氯苯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取对硝基氯苯 5g，置于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm $\times$ 3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 10% SE-30/GAS Chrom Q (150~180 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 160，气化室 190，检测室 200；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）14，氢气 35，空气 580；

进样量：1 μ L；

保留时间：乙烯利甲酯约 4.4min，内标物约 6.4min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含乙烯利约 60mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 50mL 带磨口的锥形瓶中，在冰浴中加入适量重氮甲烷乙醚溶液呈黄色，塞上塞子，在冰浴中摇动放置 30min，直至黄色不消失为止。在 30℃ 水浴中用氮气吹走乙醚和重氮甲烷，准确加入内标溶液 2mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含乙烯利约 60mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 50mL 带磨口的锥形瓶中，在冰浴中加入适量重氮甲烷乙醚溶液呈黄色，塞上塞子，在冰浴中摇动放置 30min，直至黄色不消失为止。在 30℃ 水浴中用氮气吹走乙醚和重氮甲烷，准确加入内标溶液 2mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针乙烯利相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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乙烯利与内标物峰面积之比分别进行平均。乙烯利的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中乙烯利与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 —— 试样溶液中乙烯利与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 —— 标样的质量, g;
 m_2 —— 试样的质量, g;
 p —— 标样中乙烯利的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于乙烯利原药、水剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

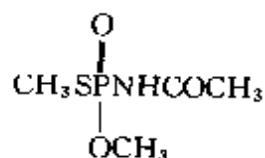
(季 颖)

乙酰甲胺磷 (acephate)

分子式 $C_4H_{10}NO_3PS$

相对分子质量 183.2

结构式



化学名称 O-甲基-S-甲基-N-乙酰基硫代磷酰胺

其他名称 高灭磷, 益土磷

物化性质 原药 (纯度 80%~90%) 为无色固体。熔点 82~89℃, 蒸气压为 0.226mPa (24℃), 相对密度为 1.35。溶解度 (室温): 水约为 650g/L, 丙酮、乙醇大于 100g/L。

常用分析方法 气相色谱法、液相色谱法。

1 气相色谱法

1.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解, 以茚萘为内标物, 用 DEGS 为固定相

的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的乙酰甲胺磷进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

二氯甲烷；

乙酰甲胺磷标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：茚三烯，不含干扰分析的杂质；

固定液：DEGS；

载体：Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m)；

内标溶液：称取 1.6g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m $\times$ 3mm (id) 玻璃柱，内装 2% DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物，在 260℃ 老化 24h。

1.4 操作条件

温度 (℃)：柱室 165，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：乙酰甲胺磷约 8.8min，茚三烯约 12.8min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取乙酰甲胺磷标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷稀释，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取含乙酰甲胺磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 二氯甲烷稀释，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针乙酰甲胺磷相对响应值变化小于 1.5%

后,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。

1.6 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乙酰甲胺磷与内标物峰面积之比分别进行平均。乙酰甲胺磷的质量分数 X (%),按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙酰甲胺磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中乙酰甲胺磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中乙酰甲胺磷的质量分数, %。

2 液相色谱法

2.1 方法提要

试样用流动相溶解,过滤,以水+乙腈为流动相,使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和可变波长紫外检测器,对试样中的乙酰甲胺磷进行高效液相色谱分离和测定。

2.2 试剂

新蒸二次蒸馏水;

乙腈: HPLC 级;

乙酰甲胺磷标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

2.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $25\text{cm} \times 4.6\text{mm}$ (id) 不锈钢柱, 内装 C_{18} ($5\mu\text{m}$) 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $25\mu\text{L}$ 。

2.4 操作条件

柱温: 室温;

流速: $1.0\text{mL}/\text{min}$;

检测波长: 210nm;

进样体积: 20 μ L;

流动相: 水+乙腈=90+10(φ);

保留时间: 乙酰甲胺磷约 4.3min。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取乙酰甲胺磷标样 60mg (精确至 0.2mg), 置于 50mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取含乙酰甲胺磷 60mg 的试样 (精确至 0.2mg), 置于 50mL 的容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

2.5.3 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, 直至相邻两针乙酰甲胺磷相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

2.6 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乙酰甲胺磷峰面积分别进行平均。乙酰甲胺磷的质量分数 X_2 (%), 按下式计算:

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙酰甲胺磷峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中乙酰甲胺磷峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中乙酰甲胺磷的质量分数, %。

2.7 方法适用范围

本方法适用于乙酰甲胺磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。液相色谱法较气相色谱法更稳定和准确。

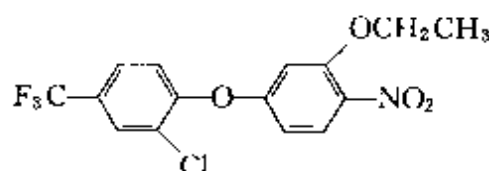
(单炜力 姜宜飞)

乙氧氟草醚 (oxyfluorfen)

分子式: $C_{15}H_{11}ClF_3NO_4$

相对分子质量 361.7

结构式



化学名称 2-氯-4-三氟甲基苯基-4'-硝基-3'-乙氧基苯基醚

其他名称 果尔, 割草醚

物化性质 原药纯度 70%~80%, 黄色至红褐色半固体。相对密度为 1.49 (25℃), 沸点为 250~300℃, 25℃时的蒸气压为 0.267mPa。在常温下几乎不溶于水, 在丙酮、乙醇、二甲苯中的溶解度大于 50%。容易光解, 在 240℃以上分解, 水溶液遇紫外光分解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用流动相溶解, 过滤, 以四氢呋喃和水为流动相, 使用 Supelcosil C₈ 不锈钢柱和可变波长紫外检测器, 对试样中的乙氧氟草醚进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

四氢呋喃: 重新蒸过;

新蒸二次蒸馏水;

冰乙酸;

乙氧氟草醚标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 Supelcosil C₈;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45μm;

微量进样器: 25μL。

4 操作条件

柱温: 室温;

流速：1.0mL/min；

检测波长：273nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：四氢呋喃+水+冰乙酸=600+400+1(φ)；

保留时间：乙氧氟草醚约 15min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取乙氧氟草醚标样 50mg（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含乙氧氟草醚 50mg 的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针乙氧氟草醚相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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乙氧氟草醚峰面积分别进行平均。乙氧氟草醚的质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中乙氧氟草醚峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中乙氧氟草醚峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中乙氧氟草醚的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于乙氧氟草醚原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

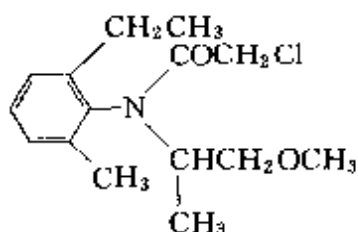
（单炜力 姜宜飞）

异丙甲草胺 (metolachlor)

分子式 $C_{15}H_{22}ClNO_2$

相对分子质量 283.9

结构式



化学名称 2-氯-6'-乙基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)乙酰替邻甲苯胺

其他名称 都尔、稻乐思

物化性质 纯品为无色液体。沸点 $100^{\circ}\text{C}/0.13\text{Pa}$ ，蒸气压 1.7mPa ，相对密度为 1.12。溶解度 (20°C)：水 530mg/L ；易溶于苯、二氯甲烷、己烷、甲醇、辛醇。 300°C 下稳定； 20°C 下不水解， DT_{50} (预测值) $>200\text{d}$ ($1 \leq \text{pH} \leq 9$)。土壤中降解 $\text{DT}_{50} 30\text{d}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丙酯为内标物，用 5% XE-60 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的异丙甲草胺进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

异丙甲草胺标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 2.4g 邻苯二甲酸二丙酯，置于 100mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

数据处理仪：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm $\times$ 3.2mm (id) 玻璃柱，内装 5% XE-60/chromosorb W AW-DMCS (150~180 μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C): 柱室 185, 气化室 220, 检测室 220;

气体流速 (mL/min): 载气 (N₂) 40, 氢气 35, 空气 400;

进样量: 1μL;

保留时间: 异丙甲草胺约 9.0min, 邻苯二甲酸二丙酯约 4.0min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异丙甲草胺标样 100mg (精确至 0.2mg), 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 异丙甲草胺 (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 三角瓶中, 准确加入内标溶液 5mL, 补加 5mL 丙酮溶解, 摇匀。

5.3 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, 直至相邻两针异丙甲草胺相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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异丙甲草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。异丙甲草胺的质量分数 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异丙甲草胺与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中异丙甲草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中异丙甲草胺的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于异丙甲草胺原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(刘绍仁 段丽芳)

异丙隆 (isoproturon)

分子式 $C_{12}H_{18}N_2O$

相对分子质量 206.0

结构式 $(CH_3)_2CH-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NHCON}(CH_3)_2$

化学名称 1,1-二甲基-3-(4-异丙基苯基)脲

其他名称 Hoe 16410

物化性质 纯品为无色无嗅粉末。熔点 $151\sim 153^\circ\text{C}$ ，相对密度 1.16， 20°C 时蒸气压 $3.33\mu\text{Pa}$ 。 20°C 在水中的溶解度为 72mg/L ，易溶解于大多数有机溶剂。对光、酸和碱稳定。在强酸、强碱中能水解为二甲胺和相应的芳香胺。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，过滤，以正庚烷+三氯甲烷+乙醇为流动相，使用正相硅胶柱和可变波长紫外检测器，以乙酰替苯胺为内标，对试样中的异丙隆进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二氯甲烷；

三氯甲烷；

无水乙醇；

正庚烷：HPLC 级；

冰乙酸；

内标物：乙酰替苯胺，不含干扰分析的杂质；

异丙隆标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标溶液：称取 1g 乙酰替苯胺，置于 1000mL 的容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm $\times$ 4.6mm(id) 正相硅胶不锈钢色谱柱；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器：25 μ L。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：3.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：正庚烷+三氯甲烷+乙醇=70+15+15(V)，加入少量1%的冰乙酸；

保留时间：异丙隆约7.5min，乙酰替苯胺约12min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异丙隆标样100mg（精确至0.2mg），置于100mL容量瓶中，准确加入内标溶液5mL，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异丙隆100mg的试样（精确至0.2mg），置于100mL容量瓶中，准确加入内标溶液5mL，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针异丙隆相对响应值变化小于1.0%后，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。

6 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异丙隆与内标物峰面积之比分别进行平均。异丙隆的质量分数X(%），按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异丙隆与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中异丙隆与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异丙隆的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异丙隆原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。可以采用环己烷和异丙醇为流动相，选择合适的流速，也可以得到好的分离效果（异丙隆和内标物的出峰顺序发生变化）。在没有内标物的情况下，对以上色谱条件作适当的调整，采用外标法也是可行的。

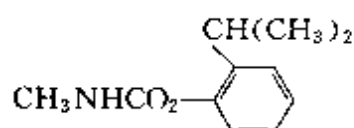
（单炜力 姜宜飞）

异丙威 (isoprocarb)

分子式 $C_{11}H_{15}NO_2$

相对分子质量 193.2

结构式



化学名称 2-异丙基苯基 N-甲基氨基甲酸酯

其他名称 叶蝉散

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 $93\sim 96^{\circ}\text{C}$ ，沸点 $128\sim 129^{\circ}\text{C}/26.6\text{mPa}$ ，蒸气压 $2.8\text{mPa}/20^{\circ}\text{C}$ ；溶解度 (g/L)：水 0.265，丙酮 400，甲醇 125。原药为清黏稠液体，相对密度 1.122。在碱性介质下易水解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二甲酯为内标物，用 5% OV-101 /Chromosorb G AW-DMCS 的玻璃柱和 FID 检测器，对试样中的异丙威进行分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

异丙威标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二甲酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二甲酯 2g，置于 200mL 容量瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm×3mm（id）玻璃柱，内装 5% OV-101 / Chromosorb G AW-DMCS（180~250μm）填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 150，气化室 160，检测室 160；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）50；氢气 50，空气 500；

进样量：1μL；

保留时间：异丙威约 3.9min，内标物 2.6min，邻异丙基酚 0.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异丙威 60mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 10mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL 溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异丙威约 60mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 10mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL 溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针异丙威相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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异丙威与内标物峰面积之比分别进行平均。异丙威的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异丙威与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中异丙威与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异丙威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异丙威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

注：也可采用 2% DEGS/ Chromosorb A AW-DMCS (180 ~ 250 μ m)；柱温：150℃；保留时间：异丙威约 4.5min，内标物（邻苯二甲酸二丙酯）2.3min。

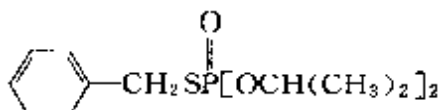
(王以燕)

异稻瘟净 (iprobenfos)

分子式 $C_{13}H_{21}O_3PS$

相对分子质量 288.3

结构式



化学名称 O, O-二异丙基-S-苄基硫代磷酸酯

物化性质 纯品为无色透明液体。熔点 22.5 ~ 23.8℃，沸点 120 ~ 130℃/13.3 ~ 20Pa，折射率 n_D^{20} 1.1506。难溶于水（18℃时为 0.10%），易溶于多种有机溶剂。对光和酸比较稳定，在高温情况下时间过长引起分解，遇碱分解。原药为淡黄色油状液体，有臭味。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丙酯为内标物，用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的异稻瘟净进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮；

异稻瘟净标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丙酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb W AW (180 ~ 250 μ m)；

内标溶液：称取 4.5g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1m × 3mm (id) 玻璃柱，内装 10% SE-30/Chromosorb W AW-DMCS (180~250μm) 填充物，在 250℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 165，气化室 210，检测室 210；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 30，氢气 35，空气 400；

进样量：1.0μL；

保留时间：异稻瘟净约 7.4min，邻苯二甲酸二丙烯酯约 4.8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异稻瘟净标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异稻瘟净 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针异稻瘟净相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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异稻瘟净与内标物峰面积之比分别进行平均。异稻瘟净的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异稻瘟净与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中异稻瘟净与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异稻瘟净的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异稻瘟净原药、可湿性粉剂和乳油等单制剂的分

析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

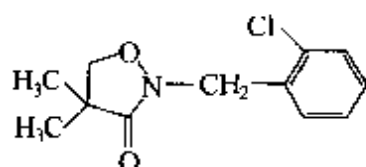
(单炜力 姜宜飞)

异噁草松 (clomazone)

分子式 $C_{12}H_{14}ClNO_2$

相对分子质量 239.7

结构式



化学名称 2-(2-氯苄基)-4,4-二甲基异噁唑烷-3-酮

其他名称 Command (FMC), Gamit, 广灭灵

物化性质 纯品为淡棕色黏稠液体。20℃时相对密度 1.192，蒸气压 19.2mPa (25℃)。溶解度：水 1.1g/L，易溶于丙酮、氯仿、环己酮、二氯甲烷、甲醇、甲苯等。K_{ow} 350。稳定性：室温下 1 年或 50℃下 90d 原药无损失，其水溶液在日光下 DT₅₀ > 30d；在土壤中 DT₅₀ 10~137d，对碳钢、不锈钢和聚乙烯无腐蚀性；在酸、碱性介质 (pH 4.5~9.25) 中稳定。其降解作用主要取决于微生物，化学持效期至少 6 个月。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解，用邻苯二甲酸二正丁酯作内标物，用 5% Silicone GE SE-30/Chromosorb W HP 色谱柱和 FID 检测器，对试样中的异噁草松进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

异噁草松标样：已知质量分数，≥98%；

内标物：邻苯二甲酸二正丁酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二正丁酯 5g，置于 500mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器 (FID)；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm×3mm(id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5% Silicone GE SE-30/Chromosorb W HP (180~250μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 170，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：异噁草松约 3min，内标物约 7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含异噁草松约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异噁草松约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针异噁草松相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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异噁草松与内标物峰面积之比分别进行平均。异噁草松的质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异噁草松与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中异噁草松与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异噁草松的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异噁草松原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

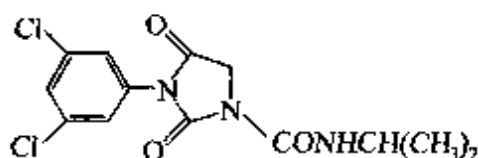
(王国联)

异菌脲 (iprodione)

分子式 $C_{13}H_{13}Cl_2N_3O_3$

相对分子质量 330.2

结构式



化学名称 3-(3,5-二氯苯基)-N-异丙基-2,4-二氧代咪唑烷-1-甲酰胺

其他名称 异丙定

物化性质 纯品是无色、无嗅、无吸湿性结晶。熔点 136°C ， 20°C 下蒸气压低于 0.133mPa 。 20°C 溶解度：水 13mg/L ，乙醇和甲醇 25g/L ，丙酮、苯乙酮和苯甲醚 300g/L ，二氯甲烷、二甲基甲酰胺和 1-甲基吡咯烷-2-酮 500g/L 。 $K_{ow} 1260$ (22°C)。它在一般条件下贮存稳定，在紫外光下降解，特别是其水溶液。无腐蚀性。土壤中 DT_{50} 20~160d。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用乙腈溶液萃取并过滤，以甲醇+乙腈+乙酸钠-乙酸缓冲溶液 (pH4.5) 为流动相，使用以 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，对试样中的异菌脲进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

乙腈：HPLC 级；

甲醇：优级纯；

乙酸钠；

乙酸；

二次蒸馏水；

乙酸钠-乙酸缓冲溶液：3g 乙酸钠溶于 3L 水中，以乙酸调溶

液 pH 为 4.5;

异菌脲标样: 已知质量分数, $\geq 99\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: 25cm $\times$ 4mm(id) 不锈钢柱, 内填 C₁₈ (5 μ m);

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器: 25 μ L。

4 操作条件

柱温: 40℃;

流速: 1.5mL/min;

检测波长: 220nm;

进样体积: 10 μ L;

流动相: 甲醇+乙腈+乙酸钠-乙酸缓冲溶液 (pH4.5)=330+220+450(V);

保留时间: 异菌脲 20min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 异菌脲标样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 80mL 乙腈溶解, 超声波振荡萃取 10min, 冷至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀, 过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 异菌脲的试样 (精确至 0.2mg), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 80mL 乙腈溶解, 超声波振荡萃取 10min, 冷至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀, 过滤。

5.3 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, 直至相邻两针异菌脲相对响应值变化小于 1.0% 后, 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。

6 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异菌脲峰面积分别进行平均。异菌脲的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异菌脲峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中异菌脲峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异菌脲的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异菌脲原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

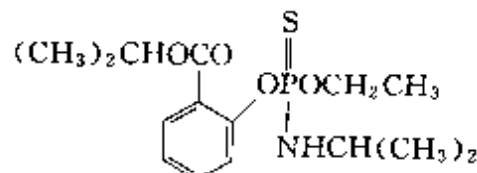
(刘绍仁 段丽芳 季颖)

异柳磷 (isofenphos)

分子式 $C_{15}H_{24}NO_4PS$

相对分子质量 354.4

结构式



化学名称 O -乙基- O -[(2-异丙氧基甲酰基)苯基]- N -异丙基硫代磷酸酯

其他名称 异丙胺磷，BAY SRA 12869

物化性质 纯品为无色油状液体。20℃蒸气压为 0.53mPa，相对密度 d_4^{20} 1.13，折射率 n_D^{20} 1.5156。20℃时溶解度：水 23.8mg/kg，环己酮和二氯甲烷 >600g/kg。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解，以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物，用 SP-2100 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的异柳磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

甲醇；

异柳磷标样：已知质量分数，≥99%；

内标物：邻苯二甲酸二异丁酯，不含干扰分析的杂质；

固定液：SP-2100；

载体：Supelcoport (150~180 μ m)；

内标溶液：称取 17g 内标物，置于 500mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：0.5m $\times$ 2mm(id) 玻璃柱，内装 10% SP-2100/ Supelcoport (150~180 μ m) 填充物，在 220 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C)：柱室 190，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N_2) 20~30，氢气 40，空气 400；

进样量：1.0 μ L；

保留时间：异柳磷约 3.5min，邻苯二甲酸二异丁酯约 1.7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异柳磷标样 100mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 甲醇稀释，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异柳磷 100mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 甲醇稀释，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针异柳磷相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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异柳磷与内标物峰面积之比分别进行平均。异柳磷的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 —— 标样溶液中异柳磷与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 —— 试样溶液中异柳磷与内标物峰面积比的平均值;
 m_1 —— 标样的质量, g;
 m_2 —— 试样的质量, g;
 p —— 标样中异柳磷的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法主要参照了 CIPAC 方法, 适用于异柳磷原药、乳油、可湿性粉剂和颗粒剂等多种剂型的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

(单炜力 姜宜飞)

异戊净 (dimethametryn)

分子式 $C_{11}H_{19}N_5S$

相对分子质量 241.4

结构式



化学名称 2-甲硫基-4-乙胺基-6-(1,2-二甲基丙胺基)-1,3,5-三嗪

其他名称 威罗生-2, 戊草净, C18898

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 65°C , 沸点 $151 \sim 153^{\circ}\text{C}/6.65\text{mPa}$ (20°C), 相对密度 1.098, 蒸气压 0.186mPa (20°C)。溶解度 (g/L, 20°C): 水 50mg/L; 丙酮 650, 二氯甲烷 800, 己烷 60, 甲醇 700, 辛醇 350, 甲苯 600。稳定性: 在 70°C 下, 28d (pH5~9), 无明显分解。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解, 以磷酸三苯酯为内标物, 用 3% OV-101/ Chromosorb Q 的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的异戊净进行分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷；

异戊净标样：已知质量分数， $\geq 99\%$ ；

内标物：磷酸三苯酯，不含干扰分析的杂质；

内标溶液：称取磷酸三苯酯 6g，置于 500mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm $\times$ 3mm(id) 玻璃柱，内装 3%OV-101/Chromosorb Q (180~250 μ m) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 220，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 43，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：异戊净约 2.5min，内标物 6.7 min (哌草磷 8.7min)。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取异戊净标样 80mg (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含异戊净约 80mg 的试样 (精确至 0.2mg)，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针异戊净相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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异戊净与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中异戊净的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中异戊净与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中异戊净与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中异戊净的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于异戊净原药、威罗生乳油（哌草磷+异戊净=1+4）等制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

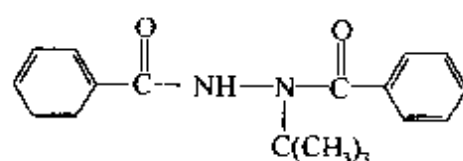
（王以燕）

抑食肼

分子式 $C_{18}H_{20}N_2O_2$

相对分子质量 296.4

结构式



化学名称 N-苯甲酰基-N'-叔丁基苯甲酰肼

物化性质 纯品为白色结晶体，无嗅。熔点 $174\sim 176^{\circ}\text{C}$ ， 20°C 蒸气压 0.24mPa 。 20°C 溶解度：水 50mg/L ，环己酮 50g/L ，异亚丙基丙酮 150g/L 。正常条件下贮存稳定。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用二甲苯溶解，以正二十四烷为内标物，用 SE-30 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器，对试样中的抑食肼进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

二甲苯；

抑食肼标样：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ ；

内标物：正二十四烷，不含干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体: Chromosorb W HP (180~250 μ m);

内标溶液: 称取 0.2g 正二十四烷, 置于 100mL 容量瓶中, 用二甲苯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机: 满刻度 5mV 或相当的积分仪;

色谱柱: 2m $\times$ 2mm(id) 玻璃柱, 内装 5%SE-30/Chromosorb W HP (180~250 μ m) 填充物, 在 250 $^{\circ}$ C 老化 24h。

4 操作条件

温度 ($^{\circ}$ C): 柱室 230, 气化室 260, 检测室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N_2) 50, 氢气 40, 空气 300;

进样量: 1 μ L;

保留时间: 抑食肼约 8.5min, 正二十四烷约 14.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含抑食肼约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含抑食肼约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样, 置于 15mL 具塞三角瓶中, 准确加入内标溶液 10mL, 摇匀。必要时离心, 取上清液进样。

5.3 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, 直至相邻两针抑食肼相对响应值变化小于 1.5% 后, 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。

6 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抑食肼与内标物峰面积之比分别进行平均。抑食肼的质量分数 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中抑食肼与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中抑食肼与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中抑食肼的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于抑食肼原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

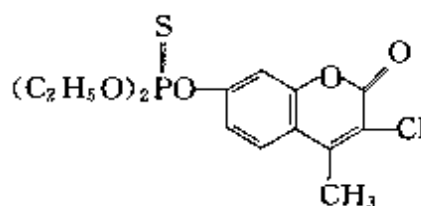
(单烯力)

蝇毒磷 (coumaphos)

分子式 $C_{14}H_{16}ClO_5PS$

相对分子质量 362.5

结构式



化学名称 O,O -二乙基- O -(3-氯-4-甲基香豆素-7-基) 硫代磷酸酯

其他名称 Asuntol

物化性质 纯品为无色结晶。熔点 95°C , 蒸气压 (20°C) $1.33 \times 10^{-5} \text{ Pa}$, 相对密度 $d_4^{20} 1.474$ 。几乎不溶于水 (0.0015 g/L , 室温), 在有机溶剂中的溶解度有限。工业品为棕色结晶, 熔点 $90 \sim 92^{\circ}\text{C}$ 。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解, 以邻苯二甲酸二辛酯为内标物, 2% OV-17/ Chromosorb W AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的蝇毒磷进行气相色谱分离和测定。

2 试剂

乙酸乙酯;

蝇毒磷标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二辛酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.0 g 内标物于 100 mL 容量瓶中, 加入乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.0m×3mm (id) 玻璃柱，内装 2% OV-17/ Chromosorb W AW-DMCS 填充物，在 270℃ 老化 24h。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 240，气化室 260，检测室 260℃；

气体流速（mL/min）：载气（N₂）30，氢气 50，空气 500；

进样量：1μL；

保留时间：蝇毒磷约 14min，邻苯二甲酸二辛酯约 7min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取蝇毒磷标样 80mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取约含蝇毒磷 80mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 10mL，补加 5mL 溶剂溶解，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针蝇毒磷相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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蝇毒磷与内标物峰面积之比分别进行平均。蝇毒磷的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中蝇毒磷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中蝇毒磷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中蝇毒磷的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于蝇毒磷原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

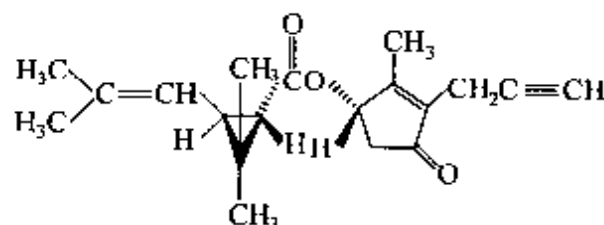
(宗伏霖)

右旋炔丙菊酯 (*d*-prallethrin)

分子式 $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量 302.4

结构式



化学名称 (S)-2-甲基-4-氧代-3-丙-2-炔基环戊-2-烯基 (1*R*, 3*R*; 1*R*, 3*S*)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

其他名称 ETOC, Pralle, 益多克

物化性质 外观为浅黄色黏稠液体。相对密度 1.021。难溶于水 (2~3mg/L, 25℃), 易溶于大多数有机溶剂。稳定性: 原药在 60℃, 经 6 个月或在多种有机溶剂中于 40℃, 6 个月或在 pH 4~5 的水基型气雾剂中经 9 个月贮存仍稳定。光照下半衰期 2~3d, 在甲醇或乙醇中不稳定。原药纯度 ≥90%。

常用分析方法 气相色谱法

1 炔丙菊酯含量的测定

1.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物, 用 2% DEGS 为填充物的玻璃柱和 FID 检测器, 对试样中的炔丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

1.2 试剂和溶液

丙酮;

炔丙菊酯标样: 已知质量分数, ≥99%;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取 1.1g 邻苯二甲酸二正丁酯, 置于 100mL 容量

瓶中，加入丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1100mm×3.2mm(id)，内装 2%DEGS/Chromosorb W AW-DMCS (180~250 μ m) 填充物。

1.4 操作条件

温度 (°C)：柱室 180，气化室 200，检测室 200；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L；

保留时间：炔丙菊酯约 9.9min，内标物约 8.0min。

1.5 测定步骤

1.5.1 标样溶液的制备

称取炔丙菊酯标样 100mg（精确至 0.2mg），置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约含 100mg 炔丙菊酯（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，补加 5mL 丙酮溶解，摇匀。

1.5.3 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，直至相邻两针炔丙菊酯相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

1.6 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炔丙菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均。炔丙菊酯的质量分数 X_1 (%)，按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中炔丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中炔丙菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中炔丙菊酯的质量分数，%。

2 右旋炔丙菊酯含量的测定

2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以 TBDM- β -CD 为固定液的石英毛细管柱和 FID 检测器，对试样中的右旋炔丙菊酯进行分离和测定。

2.2 试剂

乙酸乙酯；

右旋炔丙菊酯标样：已知质量分数， $\geq 95\%$ 。

2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）和毛细管装置；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：25m $\times$ 0.25mm(id) 石英毛细管柱，内涂 TBDM- β -CD 固定液，膜厚 0.2 μ m。

2.4 操作条件

温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）：柱室 150，气化室 200，检测室 200；

气体流速（mL/min）：载气（He）2，尾吹气（ N_2 ）40，氢气 35，空气 400；

进样量：1 μ L。

2.5 测定步骤

2.5.1 标样溶液的制备

称取右旋炔丙菊酯标样 5mg，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.2 试样溶液的制备

称取约含 5mg 右旋炔丙菊酯的试样，置于 15mL 三角瓶中，加入 10mL 乙酸乙酯溶解，摇匀。

2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，先注入标样溶液，然后注入试样溶液，根据标样溶液的主峰保留时间确定试样溶液中右旋炔丙菊酯的保留时间。

2.6 计算

右旋炔丙菊酯的质量分数 $X_2(\%)$ ，按下式计算：

$$X_2 = \frac{A_1 \cdot X}{A_1 + A_2}$$

式中 A_1 ——试样溶液中右旋炔丙菊酯的峰面积；

A_2 ——试样溶液中右旋炔丙菊酯的其他异构体峰面积之和；

X ——试样中炔丙菊酯的质量分数，%。

2.7 方法适用范围

本方法适用于右旋炔丙菊酯原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

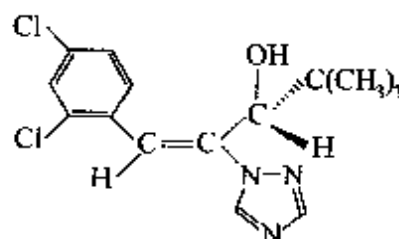
(刘绍仁 段丽芳)

右旋烯唑醇 (*d*-diniconazole)

分子式 $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O$

相对分子质量 326.4

结构式



化学名称 (E)-(R)-1-(2,4-二氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)戊-1-烯-3-醇

物化性质 原药为无色结晶固体。熔点 $134\sim 156^{\circ}\text{C}$ ， 20°C 时相对密度 1.32，蒸气压 4.9mPa (25°C)。溶解度： 25°C 水 4.1mg/L ， 23°C 甲醇 95g/kg ，二甲苯 14g/kg ，丙酮 95g/kg ，己烷 700mg/kg 。 K_{ow} 20000 (25°C)。在通常贮存条件下稳定，对热、光和潮湿稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解并过滤，以正己烷+二氯甲烷+乙醇为流动相，使用以 Sumichiral OA-2200 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，对试样中的右旋烯唑醇进行高效液相色谱分离和测定。

2 试剂

二氯甲烷；

正己烷；

乙醇；

右旋烯唑醇标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm×4.6mm(id) 不锈钢柱，内填 Sumichiral OA-2200 (5μm)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：25μL。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：25μL；

流动相：正己烷+二氯甲烷+乙醇=350+35+4(V)；

保留时间：右旋烯唑醇约 8min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 右旋烯唑醇标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 右旋烯唑醇的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针右旋烯唑醇相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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右旋烯唑醇峰面积分别进行平均。右旋烯唑醇的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中右旋烯唑醇峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中右旋烯唑醇峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中右旋烯唑醇的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于右旋烯唑醇原药、可湿性粉剂等单制剂的分析。
对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

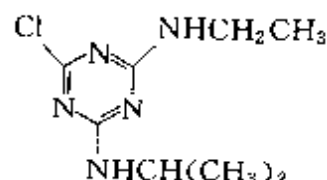
(刘绍仁 段丽芳)

莠去津 (atrazine)

分子式 $C_8H_{14}ClN_5$

相对分子质量 215.7

结构式



化学名称 2-氯-4-乙胺基-6-异丙胺基-1,3,5-三嗪

其他名称 阿特拉津

物化性质 纯品为无色粉末。熔点 $175 \sim 177^{\circ}\text{C}$ 。溶解度 (g/kg, 20°C): 水 30 (mg/L), 氯仿 52, 乙醚 12, 乙酸乙酯 28, 甲醇 18, 辛醇 10。 K_{ow} 219。本品为碱性, 与酸可形成盐。在 70°C 下, 中性介质中缓慢地水解为无除草活性的 6-羟基衍生物, 在酸性或碱性介质中水解速度加快。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经三氯甲烷溶解, 用邻苯二甲酸二正丁酯作内标物, 用 5%XE-60/Gas Chrom Q 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的莠去津进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

三氯甲烷;

莠去津标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二正丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二正丁酯 5g, 置于 500mL 容量瓶

中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1000mm×3mm (id) 玻璃或不锈钢柱，内装 5%XE-60/Gas Chrom Q 填充物。

4 操作条件

温度（℃）：柱室 200，气化室 230，检测室 230；

气体流速（mL/min）：载气（He）50，氢气 40，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：莠去津 8min，内标物 5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含莠去津约 50mg（精确至 0.2mg）的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含莠去津约 50mg（精确至 0.2mg）的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入三氯甲烷 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针莠去津相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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莠去津与内标物峰面积之比分别进行平均。莠去津的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中莠去津与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中莠去津与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中莠去津的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于莠去津原药、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

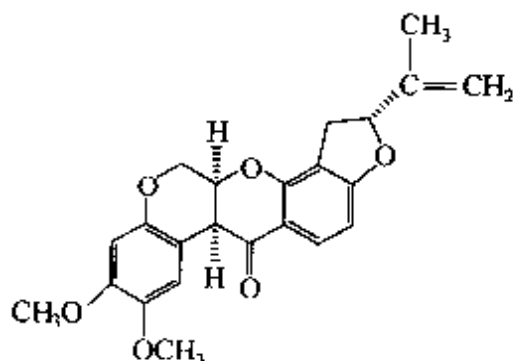
(黄修柱)

鱼藤酮 (rotenone)

分子式 $C_{23}H_{22}O_6$

相对分子质量 394.2

结构式



化学名称 (2*R*, 6*aS*, 12*aS*)-1,2,6,6*a*,12,12*a*-六氢-2-异丙烯基-8,9-二甲氧基苯并呋喃[3,4-*b*]呋喃并[2,3-*h*]苯并呋喃-6-酮

其他名称 鱼藤，毒鱼藤

物化性质 从多种植物根中萃取而得。无色晶体。熔点 163℃，181℃ (双晶体)，蒸气压 <1mPa (20℃)。不易溶于水 (15mg/L, 100℃)；易溶于丙酮、二硫化碳、乙酸乙酯和氯仿；较难溶于乙醚、醇类、石油醚和四氯化碳。暴露于日光和空气中分解，外消旋体杀虫活性减弱；鱼藤根萃取物在磷酸中稳定。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用二氧六环萃取，以甲醇+水为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的鱼藤酮进行分离和测定。

2 试剂

甲醇：HPLC 级；

二次蒸馏水；

二氧六环；

鱼藤酮标样：已知质量分数，≥99%。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：25cm × 4.6mm (id) 不锈钢柱，内填 Zorbax C₁₈ (10μm) 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

微量进样器：50μL。

4 操作条件

柱温：30℃；

流速：1.5mL/min；

检测波长：280nm；

进样体积：10μL；

流动相：甲醇+水=68+32(φ)；

保留时间：鱼藤酮 10min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 鱼藤酮标样（精确至 0.2mg），置于 50mL 容量瓶中，用二氧六环溶解并稀释至刻度，摇匀。因鱼藤酮对光敏感易分解，故避光保存。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 鱼藤酮的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，准确加入 50mL 二氧六环充分萃取，离心或过滤待用。

5.3 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，直至相邻两针鱼藤酮相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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鱼藤酮峰面积分别进行平均。鱼藤酮的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中鱼藤酮峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中鱼藤酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

p ——标样中鱼藤酮的质量分数, %。

7 方法适用范围

本方法适用于鱼藤酮原药及其单制剂的分析。对不同的复配制剂, 可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

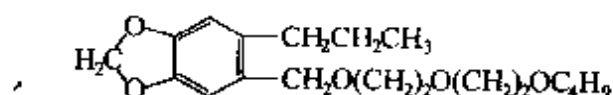
(李国平)

增效醚 (piperonyl butoxide)

分子式 $C_{19}H_{30}O_5$

相对分子质量 338.4

结构式



化学名称 3,4-亚甲基二氧基-6-正丙基苄基正丁基二缩乙二醇醚

物化性质 纯品为无色无嗅液体。沸点 $180^{\circ}\text{C}/133.3\text{Pa}$, 20°C 时相对密度 1.055。微溶于水, 可溶于二氯甲烷等大多数有机溶剂。对光和紫外线稳定; 抗水解。工业品为棕黄色, 纯度在 80% 以上。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二环己酯为内标物, 用 OV-101 或 OV-1 为固定相的玻璃填充柱和 FID 检测器, 对试样中的增效醚进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

丙酮;

增效醚标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二环己酯, 不含干扰分析的杂质;

固定液: OV-101 或 OV-1;

载体: Chromosorb W HP ($150\sim 180\mu\text{m}$);

内标溶液: 称取 0.8g 邻苯二甲酸二环己酯, 置于 100mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：1.2m×2mm(id) 玻璃柱，内装 5%OV-101 或 OV-1/Chromosorb W HP (150~180μm) 填充物，在 275℃老化 24h。

4 操作条件

温度 (℃)：柱室 210，气化室 250，检测室 250；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 50，氢气 40，空气 350；

进样量：1μL；

保留时间：增效醚约 12min，邻苯二甲酸二环己酯约 16min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含增效醚约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入 5mL 丙酮，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含增效醚约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入 5mL 丙酮，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针增效醚相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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增效醚与内标物峰面积之比分别进行平均。增效醚的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中增效醚与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中增效醚与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中增效醚的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于增效醚原药的分析。对不同的复配制剂，可视具

体情况适当改变条件来达到较好分离。

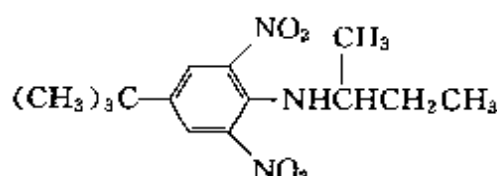
(单埽力)

仲丁灵 (butralin)

分子式 $C_{14}H_{21}N_3O_4$

相对分子质量 295.3

结构式



化学名称 N-仲丁基-4-叔丁基-2,6-二硝基苯胺

其他名称 双丁乐灵, 地乐胺

物化性质 纯品为橘黄色结晶, 略带芳香气味。熔点 $60\sim 61^\circ\text{C}$, 沸点 $134\sim 136^\circ\text{C}/66.64\text{Pa}$, 蒸气压 1.7mPa (25°C)。闪点 36°C 。溶解度 ($24\sim 26^\circ\text{C}$): 水 1mg/L , 丙酮 4.48kg/kg , 苯 2.7kg/kg , 丁酮 9.55kg/kg , 四氯化碳 590g/kg , 二氯乙烷 1.46kg/kg , 二甲苯 3.88kg/kg 。 265°C 下分解, 对紫外光稳定。浓缩液贮存期 3 年以上, 但不能在 -5°C 下冷冻贮存。对金属没有腐蚀性, 但可渗入某种塑料使其软化或使橡胶膨胀。

常用分析方法 气相色谱法

1 方法提要

试样经乙酸乙酯溶解, 用邻苯二甲酸二丁酯作内标物, 用 10%OV-101/Chromosorb W HP 色谱柱和 FID 检测器, 对试样中的仲丁灵进行气相色谱分离和测定。

2 试剂和溶液

乙酸乙酯;

仲丁灵标样: 已知质量分数, $\geq 98\%$;

内标物: 邻苯二甲酸二丁酯, 不含干扰分析的杂质;

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二丁酯 5g , 置于 500mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3 仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID);

色谱数据处理机：满刻度 5mV 或相当的积分仪；

色谱柱：2000mm×3mm(id) 玻璃或不锈钢柱，内装 10% OV-101/Chromosorb W HP (125~150μm) 填充物。

4 操作条件

温度 (°C)：柱室 230，气化室 260，检测室 260；

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 20，氢气 35，空气 400；

进样量：1μL；

保留时间：仲丁灵约 8min，内标物约 6min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取含仲丁灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的标样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含仲丁灵约 50mg (精确至 0.2mg) 的试样，置于 15mL 具塞三角瓶中，准确加入内标溶液 5mL，加入乙酸乙酯 5mL，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针仲丁灵相对响应值变化小于 1.5% 后，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。

6 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仲丁灵与内标物峰面积之比分别进行平均。仲丁灵的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中仲丁灵与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中仲丁灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中仲丁灵的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于仲丁灵原药、乳油等单制剂的分析,对不同的复配制剂,可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

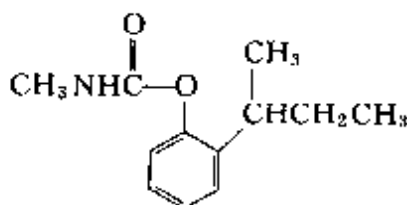
(王国联)

仲丁威 (fenobucarb)

分子式 $C_{12}H_{17}NO_2$

相对分子质量 207.3

结构式



化学名称 2-仲丁基苯基 N-甲基氨基甲酸酯

其他名称 BPMC、苯丁威、巴沙。

物化性质 纯品为无色固体。熔点 $31\sim 32^{\circ}\text{C}$, 沸点 $112\sim 113^{\circ}\text{C}/2.66\text{Pa}$, 闪点 142°C , 相对密度 1.035 (30°C), 蒸气压 (20°C) 13mPa 。溶解度: 水 420mg/L (20°C), 在室温下丙酮、苯、氯仿、苯、二甲苯等大于 1kg/kg 。对光稳定, 在酸、碱介质下水解。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相、 C_{18} 柱和紫外检测器, 使用反相液相色谱法对试样中的仲丁威进行分离和测定。

2 试剂

甲醇;

二次蒸馏水;

仲丁威标样: 已知质量分数, $\geq 99.5\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱: $150\text{mm}\times 3.9\text{mm}(\text{id})$ 不锈钢柱, 内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$);

过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$;

微量进样器: $20\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流量：1.2mL/min；

检测波长：270nm；

进样体积：20 μ L；

流动相：甲醇+水=67+33(V)；

保留时间：仲丁威 5.24 min，邻仲丁基酚 7.36min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取约含仲丁威 100mg（准确至 0.2mg）的标样，置于 25mL 具塞容量瓶中，加入甲醇 15mL，超声振荡 1min，再用甲醇稀释并定容，摇匀。

5.2 试样溶液的制备

称取含仲丁威约 100mg（准确至 0.2mg）的试样，置于 25mL 具塞容量瓶中，加入甲醇 15mL，超声振荡 1min，再用甲醇稀释并定容，摇匀。

5.3 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，直至相邻两针仲丁威相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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仲丁威峰面积分别进行平均。仲丁威的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——试样溶液中仲丁威峰面积的平均值；

r_2 ——标样溶液中仲丁威峰面积的平均值；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——标样的质量，g；

p ——标样中仲丁威的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于仲丁威原药、乳油等单制剂的分析。对不同的复

配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

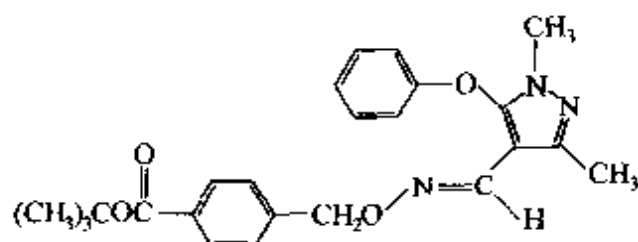
(王以燕)

唑螨酯 (fenpyroximate)

分子式 $C_{24}H_{27}N_3O_4$

相对分子质量 421.5

结构式



化学名称 (E)- α -(1,3-二甲基-5-苯氧基吡唑-4-基亚甲基氨基氧基)对甲苯甲酸叔丁酯

其他名称 霸螨灵

物化性质 纯品为白色结晶。熔点 $101.5 \sim 102.4^{\circ}\text{C}$ ，蒸气压 7465.9nPa (25°C)。水溶解度低。

常用分析方法 液相色谱法

1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解，以甲醇+水为流动相和紫外检测器，使用反相液相色谱法对试样中的唑螨酯进行分离和测定。

2 试剂

四氢呋喃；

甲醇；

新蒸二次蒸馏水；

唑螨酯标样：已知质量分数， $\geq 98\%$ 。

3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： $25\text{cm} \times 4.0\text{mm}(\text{id})$ 不锈钢柱，内填 C_{18} ($5\mu\text{m}$)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $25\mu\text{L}$ 。

4 操作条件

柱温：室温；

流速：1.0mL/min；

检测波长：254nm；

进样体积：10 μ L；

流动相：甲醇+水=85+15(V)；

保留时间：唑螨酯 8.5min。

5 测定步骤

5.1 标样溶液的制备

称取 50mg 唑螨酯标样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.2 试样溶液的制备

称取约含 50mg 唑螨酯的试样（精确至 0.2mg），置于 100mL 容量瓶中，用四氢呋喃溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.3 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，直至相邻两针唑螨酯相对响应值变化小于 1.0% 后，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。

6 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唑螨酯峰面积分别进行平均。唑螨酯的质量分数 $X(\%)$ ，按下式计算：

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中 r_1 ——标样溶液中唑螨酯峰面积的平均值；

r_2 ——试样溶液中唑螨酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

p ——标样中唑螨酯的质量分数，%。

7 方法适用范围

本方法适用于唑螨酯原药、悬浮剂等单制剂的分析。对不同的复配制剂，可视具体情况适当改变条件来达到较好分离。

（王国联）

二、物理化学指标测试方法

(一) 水分的测定 GB/T 1600—2001

1 适用范围

农药原药及其加工制剂中水分的测定。

2 测定方法

2.1 卡尔·费休法

2.1.1 卡尔·费休化学滴定法

2.1.1.1 方法提要 将试样分散在甲醇中，用已知水当量的标准卡尔·费休试剂滴定。

2.1.1.2 试剂和溶液

无水甲醇：含水量应 $\leq 0.03\%$ ，取 5~6g 表面光洁的镁（或镁条）及 0.5g 碘，置于圆底烧瓶中，加 70~80mL 甲醇，在水浴上加热回流至镁全部生成絮状的甲醇镁，此时加入 900mL 甲醇，继续回流 30min，然后进行分馏，在 64.5~65℃ 收集无水甲醇。使用仪器应预先干燥，与大气相通的部分应连接装有氯化钙或硅胶的干燥管；

无水吡啶：含水量应 $\leq 0.1\%$ ，吡啶通过装有粒状氢氧化钾的玻璃管。管长 40~50cm，直径 1.5~2.0cm，氢氧化钾高度为 30cm 左右。处理后进行分馏，收集 114~116℃ 的馏分；

碘：重升华，并放在硫酸干燥器内 48h 后再用；

硅胶：含变色指示剂；

二氧化硫：将浓硫酸滴加到盛有亚硫酸钠（或亚硫酸氢钠）的糊状水溶液的支管烧瓶中，生成的二氧化硫经冷井（如图 2-1）冷至液状（冷井外部加干冰和乙醇或冰和食盐混合）。使用前把盛有液体二氧化硫的冷井放在空气中气化，并经过浓硫酸和氯化钙干燥塔进行干燥；

酒石酸钠；

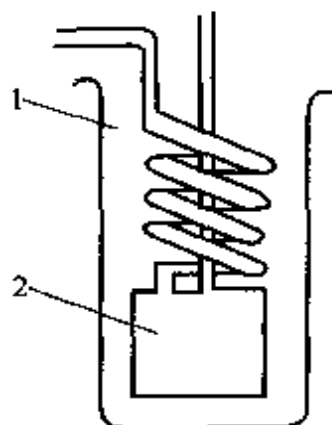


图 2-1 冷井

1—广口保温瓶；2—250mL 冷片

卡尔·费休试剂（有吡啶）：将 63g 碘溶解在干燥的 100mL 无水吡啶中，置于冰中冷却，向溶液中通入二氧化硫直至增重 32.3g 为止，避免吸收环境潮气，补充无水甲醇至 500mL 后，放置 24h。此卡尔·费休试剂的水当量约为 5.2mg/mL。也可使用市售的无吡啶卡尔·费休试剂。

2.1.1.3 仪器 滴定装置见图 2-2；

试剂瓶：250mL，配有 10mL 自动滴定管，用吸球将卡尔·费休试剂压入滴定管中，通过安放适当的干燥管防止吸潮；

反应瓶：约 60mL，装有两个铂电极，一个调节滴定管尖的瓶塞，一个用干燥剂保护的放空管，待滴定的样品通过入口管或可以用磨口塞开闭的侧口加入，在滴定过程中，用电磁搅拌；

1.5V 或 2.0V 电池组：同一个约 200 Ω 的可变电阻并联。铂电极上串联一个微安表。调节可变电阻，使 0.2mL 过量的卡尔·费休试剂流过铂电极的适宜的初始电流应不超过 20mV 产生的电流。每加一次卡尔·费休试剂，电流表指针偏转一次，但很快恢复到原来的位置，到达终点时，偏转的时间持续较长。刻度偏转不大于 100 μ A。

2.1.1.4 费休试剂的标定

a. 二水酒石酸钠为基准物 加 20mL 甲醇于滴定容器中，用卡尔·费休试剂滴定至终点，不记录需要的体积，此时迅速加入 0.15~0.20g（精确至 0.2mg）酒石酸钠，搅拌至完全溶解（约 3min），然后以 1mL/min 的速度滴加卡尔·费休试剂至终点。

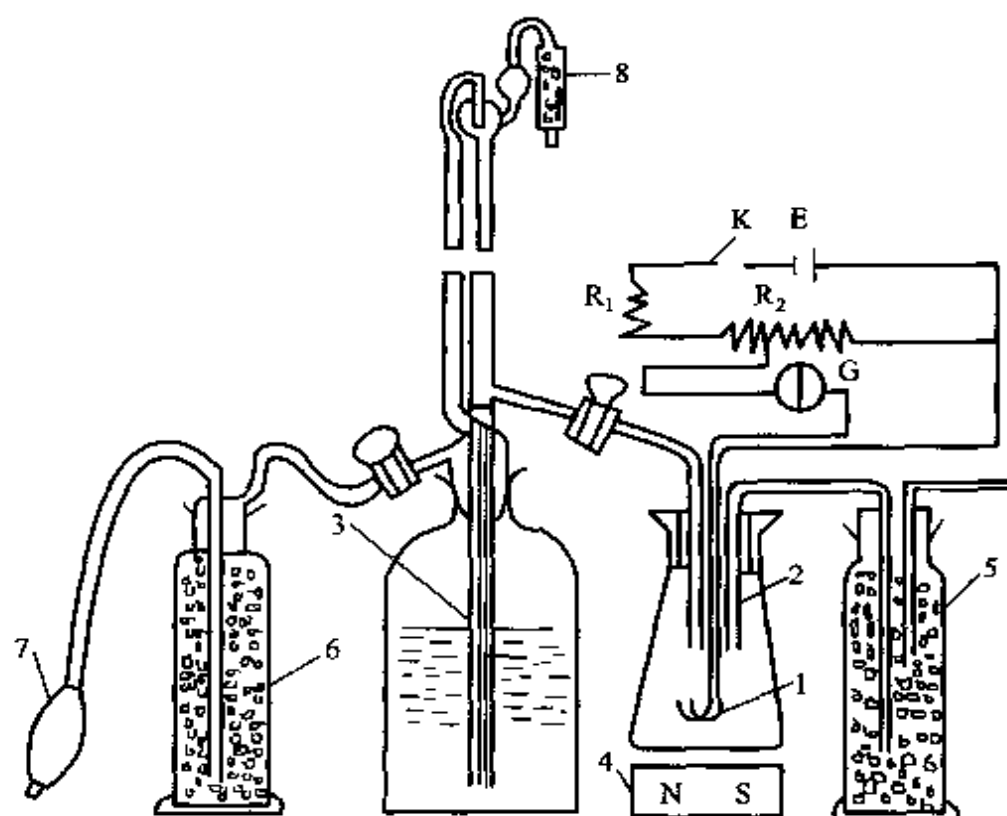


图 2-2 滴定装置

1—电极；2—滴定瓶；3—试剂瓶；4—电磁搅拌器；
5，6—干燥剂；7，8—干燥管；G—电流计或检流计；
R₁—电阻；R₂—可变电阻；K—开关；E—电池组

卡尔·费休试剂的水当量 c_1 (mg/mL)，按式 (1) 计算：

$$c_1 = \frac{36 \times m \times 1000}{230 \times V} \quad (1)$$

式中 230——酒石酸钠的相对分子质量；

36——水的相对分子质量的 2 倍；

m ——酒石酸钠的质量，g；

V ——消耗卡尔·费休试剂的体积，mL。

b. 水为基准物 加 20mL 甲醇于滴定瓶中，用卡尔·费休试剂滴定至终点，迅速用 0.25mL 注射器向滴定瓶中加入 35~40mg（精确至 0.2mg）水，搅拌 1min 后，用卡尔·费休试剂滴定至终点。

卡尔·费休试剂的水当量 c_2 (mg/mL)，按式 (2) 计算：

$$c_2 = \frac{m \times 1000}{V} \quad (2)$$

式中 m ——水的质量, g;

V ——消耗卡尔·费休试剂的体积, mL。

2.1.1.5 测定步骤 加 20mL 甲醇于滴定瓶中, 用卡尔·费休试剂滴定至终点, 迅速加入已称量的试样 (精确至 0.01g, 含水约 5~15mg), 搅拌 1min, 然后以 1mL/min 的速度滴加卡尔·费休试剂至终点。

试样中水的质量分数 X_3 (%), 按式 (3) 计算:

$$X_3 = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1000} \quad (3)$$

式中 c ——卡尔·费休试剂的水当量, mg/mL;

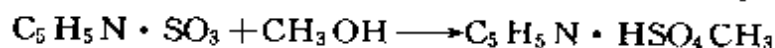
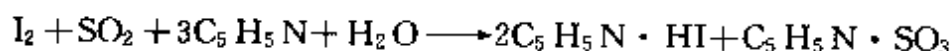
V ——消耗卡尔·费休试剂的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

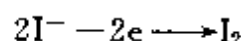
2.1.2 卡尔·费休-库仑滴定仪器测定法

2.1.2.1 方法原理 微量水分测定仪是根据卡尔·费休试剂与水的反应, 结合库仑滴定原理设计而成。

卡尔·费休试剂与水的反应如下:



反应生成的 I^- 在电解池的阳极上, 被氧化成 I_2 , 如下式:



由上式可以看出, 参加反应的碘的摩尔数 (I_2) 等于水的摩尔数 (H_2O)。依据法拉第电解定律, 在阳极上析出的 I_2 的量与通过的电量成正比。经仪器换算, 在屏幕上直接显示出被测试样中水的含量。

2.1.2.2 试剂和溶液 卡尔·费休试剂 (包括有吡啶和无吡啶): 市售。

2.1.2.3 仪器 微量水分测定仪: 与化学滴定法精度相当。

2.1.2.4 测定步骤 按具体仪器使用说明书进行。

2.2 共沸蒸馏法

2.2.1 方法提要

试样中的水与甲苯形成共沸二元混合物, 一起被蒸馏出来, 根据蒸出水的体积, 计算水含量。

2.2.2 试剂

甲苯。

2.2.3 仪器

水分测定器（见图 2-3）；

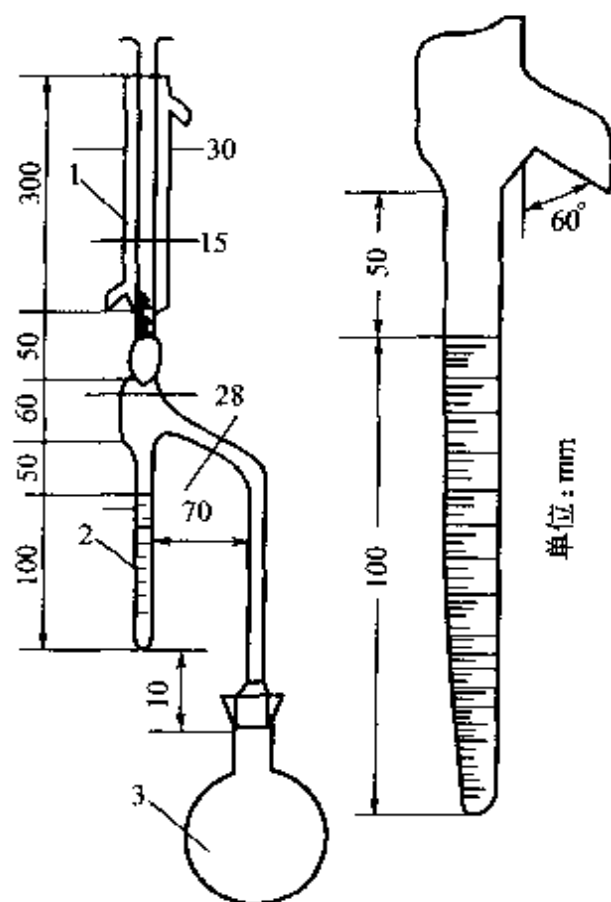


图 2-3 水分测定器

1—直形冷凝器；2—接收器，
有效体积 2mL，每刻度为 0.05mL；3—圆底烧瓶

2mL 接收器：分刻度为 0.05mL；

圆底烧瓶：500mL。

2.2.4 测定步骤

称取含水约 0.3~1.0g 的试样（精确至 0.01g），置于圆底烧瓶中，加入 100mL 甲苯和数支长 1cm 左右的毛细管，按图 2-3 所示安装仪器，在冷凝器顶部塞一个疏松的棉花团，以防大气中水分的冷凝，加热回流速度为每秒 2~5 滴，继续蒸馏直到在仪器的任何部位，除刻度管底部而外，不再见到冷凝水，而且接收器内水的体积不再增加时，再保持 5min 后，停止加热。用甲苯冲洗冷凝器，直至没有水珠落下为止，冷却至室温，读取接收器内水的体积。

试样中水的质量分数 X_4 (%), 按式 (4) 计算:

$$X_4 = \frac{V \times 100}{m} \quad (4)$$

式中 V ——接收器中水的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

(二) pH 值的测定 GB/T 1601—1993

1 适用范围

本方法适用于农药原药、粉剂、可湿性粉剂、乳油等的水分散液(或水溶液)的 pH 值的测定。

2 定义

水溶液的 pH 值定义为: 以 mol/L 表示的氢离子浓度的负对数。

3 方法提要

用 pH 计测定水溶液的 pH 值。

4 试剂和溶液

4.1 水: 新煮沸并冷至室温的蒸馏水, pH 值为 5.5~7.0。

4.2 $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{KO}_4) = 0.05\text{mol/L}$ 苯二甲酸氢钾 pH 标准溶液: 称取在 105~110℃ 烘至恒重的苯二甲酸氢钾 10.21g 于 1000mL 容量瓶中, 用水溶解并定容。此溶液放置时间应不超过一个月。

4.3 $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0.05\text{mol/L}$ 四硼酸钠 pH 标准溶液: 称取 19.07g 四硼酸钠于 1000mL 容量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀。此溶液放置时间应不超过一个月。

4.4 标准溶液 pH 值的温度校正:

0.05mol/L 苯二甲酸氢钾溶液的 pH 值为 4.00 (温度对 pH 值的影响可忽略不计)。

0.05mol/L 四硼酸钠溶液的温度校正值如下表:

温度/℃	10	15	20	25	30
pH 值	9.29	9.26	9.22	9.18	9.14

5 仪器

5.1 pH 计: 需要有温度补偿或温度校正图表。

5.2 玻璃电极：使用前需在蒸馏水中浸泡 24h。

5.3 饱和甘汞电极：电极的室腔中需注满饱和氯化钾溶液，并保证饱和溶液中总有氯化钾晶体存在。

6 测定步骤

6.1 pH 计的指针调整到零点，调整温度补偿旋钮至室温，用上述一个标准溶液校正 pH 计，重复校正，直至两次读数不变为止。再测量另一 pH 标准溶液的 pH 值，测定值与标准值的绝对差值应不大于 0.02。

6.2 试样溶液的配制

称取试样 1g 于 100mL 烧杯中，加入 100mL 水，剧烈搅拌 1min，静置 1min。

6.3 测定

将冲洗干净的玻璃电极和饱和甘汞电极插入试样溶液中，测其 pH 值。至少平行测定三次，测定结果的绝对差值应小于 0.1，取其算术平均值即为该试样的 pH 值。

(三) 熔点测定方法 GB/T 1602—2001

1 范围

本方法适用于固体农药原药及固体农药标样熔点的测定。

2 定义

本标准采用下列定义：

2.1 弯月面点：试样开始液化的温度，此时有明显的弯月液面生成。

2.2 液化点：试样完全液化的温度，此时固相消失。

2.3 熔距：指样品坍塌或在毛细管壁上形成液滴的温度与试样完全融化的温度（液化点）区间。

3 熔点的测定

3.1 方法提要

将试样装入毛细管中，在带搅拌的液浴中，以控制的速度加热，观察试样生成弯月面和（或）试样全部液化的温度。

3.2 试剂

硅酮液。

3.3 仪器

3.3.1 U型管：U型硼硅玻璃或类似的硬质玻璃管，上部有横接管连接两根支管，直径2.5cm。

3.3.2 加热装置：可以使热浴升温速度控制在 $1\sim 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的可调加热装置，例如：材料为一组镍铬合金丝（约80%镍、20%铬），直径0.274mm，电阻率为 $109\mu\Omega/\text{cm}^3$ ，电阻约 $7\Omega/\text{m}$ ，金属丝总电阻为 25Ω 。

3.3.3 照明装置：可以保证清晰地观察到加热时试样和温度的变化状况。

3.3.4 搅拌装置：混合并推动液体沿着U型管循环。

3.3.5 温度计：校正过的温度计，分度为 0.5°C 。

3.3.6 辅助温度计：分度为 1°C 。

3.3.7 放大镜。

3.3.8 毛细管：干燥，一端封闭，内径约1mm，壁厚 $0.10\sim 0.15\text{mm}$ ，长度至少12cm，且保证开口的一端在加热管的液面上。

3.3.9 熔点测定仪的安装

3.3.9.1 熔点测定仪概况 在U型玻璃管的右侧支管的外部，绕有电加热线圈，用以加热传热液体，在管内装有玻璃搅拌棒，以混合并推动液体沿着U型管循环。另一支管中装有温度计。使装有试样的毛细管，紧贴着温度计，使水银球与毛细管并排在液浴中，处于供观察的固定位置上。当测定试样时；用灯泡照明试样。电路是为了控制加热速度和循环传热液体。

3.3.9.2 仪器安装 如图2-4所示，将U型管、加热装置、照明装置、搅拌装置、温度计以胶塞连接在一起，在U型管的右侧支管的下部，包上一层石棉纸（带）并缠绕加热装置的电阻丝。将U型管固定在一个 $15\text{cm}\times 10\text{cm}\times 5\text{cm}$ 的金属箱内，用硬质绝缘物皱石棉或玻璃棉填紧。在箱子的旁边，安装一个电灯泡，通过一个孔口照亮试样及整个金属箱。从箱子正面的第二个孔，可以观察熔点测定的全过程。在U型管的缠有电炉丝的支管上部，安装搅拌装置，在U型管中插入玻璃搅拌棒，并用一个橡皮套管将玻璃搅拌套紧在电动机轴上，通过U型管支管上的软木塞中玻璃套管进行搅拌。温度计用左侧支管的软木塞固定，毛细管紧贴在温度计上，灯泡安装在左侧支管的可见部分，辅助温度计依附在温度计上，使

其水银球在温度计露出胶塞的水银柱的中部。

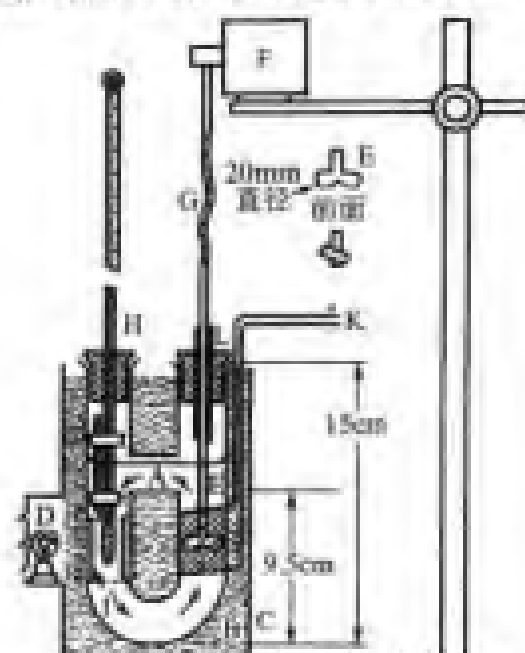


图 2-4 熔点测定仪示意

A—充满硅酮液的 U 型管；B—坚硬的绝缘物；C—铜片或铝片盒；

D—6V/0.3A 灯泡，在金属盒边留 40mm×15mm 缝，以照亮试样；

E—玻璃搅拌器；柄 6mm；F—电动机，220V AC，375r/min；

G—弹性橡皮套管；H—温度计；I—内玻璃套管，长 38mm，距壁 0.3mm；

K—可变电压传输装置；L—搅拌的玻璃套管

3.4 熔点的测定

3.4.1 仪器的校准

用硅酮液充满 U 型管到横管的顶面。装好玻璃搅拌棒和温度计，启动搅拌马达，并使流过加热线圈的电流为 0.1A。按一定的时间间隔，记录浴温，改变电流可得到一系列加热曲线。这些加热曲线，显示了每一个加热电流对应的温度范围。在该范围内，升温是有规律的。如果不规定升温速率的话，则应采用 2℃/min 的升温速率。

3.4.2 测定步骤

在研钵中研磨样品，进行干燥。放入一根毛细管中，加以振动使样品粉末掉入封闭端，将毛细管在一硬表面上轻敲，使粉末填紧，并形成 2~3cm 长的试样柱。用橡皮筋将毛细管套在温度计上，使毛细管底对准温度计水银球的中部。将此温度计插入 U 型管左边支管，使液面刚好浸没刻度线。接通总电源，启动搅拌马

达，接通加热线圈，并打开照明试样的灯泡。

先测定试样的近似熔点，当温度升至试样熔点前 10°C 时，控制升温速度为 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。用手持或固定的放大镜，观察试样在熔化过程中的变化情况，记录弯月面点和（或）液化点的温度。

3.4.3 熔点的校正

观察到的温度必须作如下校正：温度计水银柱露出部分的温度与熔点测定时的温度之差。水银柱露出部分的温度用辅助温度计将其水银球部分置于温度计水银柱露出部分的中部。校正值 t_c 按式（1）进行计算：

$$t_c = 0.00016h(t_s - t_d) \quad (1)$$

式中 h ——温度计露出胶塞上部的水银柱高度，以摄氏度数表示；

t_c ——温度的校正值， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_s ——观测到的熔点， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_d ——辅助温度计的读数， $^{\circ}\text{C}$ ；

0.00016——汞体积的表观膨胀系数。

样品的熔点 t 按式（2）计算：

$$t = t_s + t_c \quad (2)$$

除非另有说明，应把弯月面点当作试样的熔点。

3.4.4 允许使用精度相当的熔点测定仪。

（四）乳液稳定性的测定 GB/T 1603—2001

1 适用范围

本方法适用于农药乳油、水乳剂和微乳剂等制剂乳液稳定性的测定。

2 检验方法

2.1 方法提要

试样用标准硬水稀释，1h 后观察乳液的稳定性。

2.2 试剂和溶液

无水氯化钙；

碳酸钙：使用前在 400°C 下烘 2h；

氯化镁 6 个结晶水：使用前在 200°C 下烘 2h；

盐酸；

标准硬水：硬度以碳酸钙计为 0.342g/L ，配制方法如下：

方法一：称取无水氯化钙 0.304g 和带结晶水的氯化镁 0.139g ，置于 1000mL 的容量瓶中，用蒸馏水溶解并稀释至刻度。

方法二：称取 2.470 氧化镁，用少量 2mol/L 盐酸溶解，在水浴上蒸发至干以除去多余的盐酸。然后用蒸馏水将残留物完全转移至 100mL 容量瓶中，并用蒸馏水稀释至刻度，再取出 10mL 该溶液于 1000mL 的容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

方法三：

(1) A 溶液—— 0.04mol/L 钙离子溶液的配制 准确称取碳酸钙 4.00g 于 800mL 烧杯中，加入少量水润湿，然后缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL ，充分搅拌混合，待碳酸钙全部溶解后，加水 400mL ，煮沸除去二氧化碳。冷却至室温，加入 2 滴甲基红指示液，用 1mol/L 氨水中和至橙色。将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水定容后摇匀，备用。

(2) B 溶液—— 0.04mol/L 镁离子溶液的配制 准确称取氧化镁 1.631g 于 800mL 烧杯中，加少量水润湿，然后缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL ，充分搅拌混合并缓慢加热，待氧化镁全部溶解后，加蒸馏水 400mL ，煮沸除去二氧化碳。冷却至室温后，加入 2 滴甲基红指示剂溶液，用 1mol/L 氨水中和至橙色。将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水定容后摇匀，备用。

(3) 标准硬水配制 移取 68.5mL 溶液 A 和 17.0mL 溶液 B 溶于 1000mL 烧杯中，加入 800mL 水，滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1mol/L 盐酸溶液，调节溶液 $\text{pH}6.0\sim7.0$ ，将溶液转移到 1000mL 容量瓶中，定容摇匀，备用。

以上三种方法可任选一种。

2.3 仪器

量筒： 100mL ，内径 $(28\pm2)\text{mm}$ ，高 $(250\pm5)\text{mm}$ ；

烧杯： 250mL ，直径 $60\sim65\text{mm}$ ；

玻璃搅拌棒：直径 $6\sim8\text{mm}$ ；

移液管：刻度精确至 0.02mL ；

恒温水浴。

2.4 测定方法

在 250mL 烧杯中,加入 100mL $(30 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 标准硬水,用移液管吸取适量乳剂试样,在不断搅拌的情况下慢慢加入硬水中(按各产品规定的稀释浓度),使其配成 100mL 乳状液。加完乳剂后,继续用 $2 \sim 3\text{r/s}$ 的速度搅拌 30s,立即将乳状液移至清洁、干燥的 100mL 量筒中,并将量筒置于恒温水浴内,在 $(30 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 范围内,静置 1h,取出,观察乳状液分离情况,如在量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出,则判定乳液稳定性合格。

(五) 润湿性 GB/T 5451—2001

1 范围

本标准适用于农药可湿性粉剂润湿性的测定。

2 方法提要

将一定量的可湿性粉剂从规定的高度倾入盛有一定量标准硬水的烧杯中,测定其完全润湿的时间。

3 仪器和设备

容量瓶: 100mL、1000mL;

移液管: 10mL;

聚乙烯瓶: 1000mL;

温度计: 分度值 1°C , 量程 $0 \sim 50^{\circ}\text{C}$ 或 $0 \sim 100^{\circ}\text{C}$;

烧杯: 250mL (内径为 $6.5\text{cm} \pm 0.5\text{cm}$ 、高为 $9.0\text{cm} \pm 0.5\text{cm}$)、100mL;

秒表;

量筒: 20mL、100mL、500mL;

表面皿: 直径为 $(9.0 \pm 0.5)\text{cm}$;

恒温水浴;

pH 计。

4 试剂和溶液

碳酸钙: 使用前在 400°C 烘 2h;

氧化镁: 使用前在 105°C 烘 2h;

无水氯化钙;

带结晶水的氯化镁 ($\text{MgCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$);

氨水: $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 1\text{mol/L}$ 溶液;

盐酸： $c(\text{HCl}) = 2\text{mol/L}$ 溶液、 $c(\text{HCl}) = 1.0\text{mol/L}$ 溶液
和 $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

甲基红： $\rho(\text{甲基红}) = 5\text{g/L}$ 溶液；

氢氧化钠： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

5 标准硬水 $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ 溶液的制备

下列三种方法可任选。

5.1 制备方法一

5.1.1 贮备液的配制

5.1.1.1 A 溶液—— $c(\text{Ca}^{2+}) = 0.04\text{mol/L}$ 溶液的配制 准确称取碳酸钙 4.000g ，置于 800mL 烧杯中，加少量水润湿，然后缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL ，充分搅拌混合，待碳酸钙全部溶解后，加水 400mL ，煮沸，除去二氧化碳。冷却至室温后，加入 2 滴甲基红指示剂溶液，用 1mol/L 氨水中和至橙色，将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

5.1.1.2 B 溶液—— $c(\text{Mg}^{2+}) = 0.04\text{mol/L}$ 溶液的配制 准确称取氧化镁 1.613g ，置于 800mL 烧杯中，加少量水润湿，然后缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL ，充分搅拌混合并缓缓加热，待氧化镁全部溶解后，加水 400mL ，煮沸，除去二氧化碳。冷却至室温后，加入 2 滴甲基红指示剂溶液，用 1mol/L 氨水中和至橙色，将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

5.1.2 标准硬水的配制

移取 68.5mL A 溶液和 17.0mL 溶液 B 于 1000mL 烧杯中，加水 800mL ，滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1mol/L 盐酸溶液，调节溶液的 pH 值为 $6.0 \sim 7.0$ （用 pH 计）。将溶液再转移到 1000mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。

5.2 制备方法二

称取无水氯化钙 0.304g 和带结晶水的氯化镁 0.139g ，置于 1000mL 烧杯中，加 600mL 水溶解后，倒入 1000mL 容量瓶中。用 300mL 水分多次冲洗烧杯，冲洗液一并倒入容量瓶中，用水将容量瓶定容，摇匀。

5.3 制备方法三

称取碳酸钙 2.740g 和氧化镁 0.276g ，置于 100mL 烧杯中，用少量 2mol/L 盐酸溶解，在水浴上加热蒸发至干以除去多余盐

酸。然后将残留物用 60mL 水溶解，倒入 100mL 容量瓶中。用 30mL 水分多次冲洗烧杯，冲洗液一并倒入容量瓶中，用水将容量瓶定容，摇匀。用 10mL 移液管准确吸取 10mL，注入 1000mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。

6 测定步骤

取标准硬水 (100 ± 1) mL，注入 250mL 烧杯中，将此烧杯置于 (25 ± 1) °C 的恒温水浴中，使其液面与水浴的水平面平齐。待硬水至 (25 ± 1) °C 时，称取 (5 ± 0.1) g 的试样（试样应为有代表性的均匀粉末，而且不允许成团、结块），置于表面皿上，将全部试样从与烧杯口齐平的位置一次性均匀地倾倒在烧杯的液面上，但不要过分地搅动液面。加试样时立即用秒表计时，直至试样全部润湿为止（留在液面上的细粉末可忽略不计）。记下润湿时间（精确至秒）。如此重复 5 次，取其平均值，作为该样品的润湿时间。

附 硬水总硬度测定方法

(1) 试剂和溶液

氯化铵；

浓氨水；

缓冲溶液 ($\text{pH}=10$)：称取 67.5g 氯化铵和量取 570mL 浓氨水，用蒸馏水稀释至 1L，混匀；

酸性铬蓝 R；

萘酚绿；

硫酸钾；

钙镁混合指示剂：称取 1.0g 酸性铬蓝 R、2.0g 萘酚绿和 100.0g 硫酸钾，置于玛瑙研钵中，研细混匀，贮存于棕色瓶中以防止吸水、光照；

EDTA 二钠；

纯锌（或氧化锌）；

浓盐酸；

甲基橙；

EDTA 二钠标准滴定溶液的配制：称取 7.44g EDTA 二钠，加蒸馏水溶解并稀释至 1000mL。

EDTA 二钠标准滴定溶液的标定：称取约 0.016g 纯锌（或 0.024g 氧化锌），精确至 0.2mg，加浓盐酸溶解，以甲基橙作指示

剂，用浓氨水中和至中性。加入缓冲溶液 1mL，再加钙镁混合指示剂约 0.1g，用 EDTA 二钠溶液滴定至草绿色。在相同条件下做一空白试验。

EDTA 二钠标准滴定溶液的浓度 c (EDTA 二钠) 按式 (1) 或式 (2) 计算：

$$c(\text{EDTA 二钠}) = \frac{m_1}{(V_1 - V_0) \times 32.69} \quad (1)$$

$$c(\text{EDTA 二钠}) = \frac{m_2}{(V_2 - V_0) \times 48.69} \quad (2)$$

式中 m_1 ——纯锌质量，mg；

m_2 ——氧化锌质量，mg；

V_1 ——试样消耗 EDTA 二钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白消耗 EDTA 二钠标准滴定溶液的体积，mL；

32.69—— $1/2\text{Zn}$ 的摩尔质量，g/mol；

48.69—— $1/2\text{ZnO}$ 的摩尔质量，g/mol。

(2) 硬水总硬度的测定

移取 25.00mL 水样于三角瓶中，加入缓冲溶液 1mL、钙镁混合指示剂约 0.1g，用 EDTA 二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色不变即为终点。在相同的条件下做空白试验。

硬水总硬度 (以 CaCO_3 计，g/L) 按式 (3) 计算：

$$c(\text{CaCO}_3) = \frac{c(\text{EDTA 二钠}) \times (V - V_0) \times 50.05}{25.00} \quad (3)$$

式中 c (EDTA 二钠) ——EDTA 二钠的浓度，mol/L；

V ——试样消耗 EDTA 二钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——空白消耗 EDTA 二钠标准滴定溶液的体积，mL；

50.05—— $1/2\text{CaCO}_3$ 的摩尔质量，g/mol。

(六) 悬浮率 GB/T 14825—1993

1 适用范围

本方法适用于农药可湿性粉剂悬浮率的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 悬浮率的测定

3.1 方法一（仲裁法）

3.1.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制成适当浓度的悬浮液。在规定的条件下，于量筒中静置 30min，测定底部 1/10 悬浮液中有效成分含量，计算其悬浮率。

3.1.2 试剂

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB 6682 中规定的三级水。

3.1.2.1 氧化镁（GB 9857）：使用前于 105℃干燥 2h；

3.1.2.2 碳酸钙（HG 3—1066）：使用前于 400℃烘 2h；

3.1.2.3 盐酸（GB 622）溶液：0.1mol/L、1mol/L；

3.1.2.4 氢氧化钠（GB 629）溶液：0.1mol/L；

3.1.2.5 氨水（GB 631）：1mol/L；

3.1.2.6 甲基红（HG 3-958）指示液：1g/L，按 GB 603 4.5.6 配制；

3.1.2.7 贮备液：A、B 配制方法如下。

A 溶液： $c(\text{Ca}^{2+}) = 0.04\text{mol/L}$ 准确称取碳酸钙 4.00g 于 800mL 烧杯中，加入少量水润湿，缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL，充分搅拌。待碳酸钙全部溶解后，加水 400mL，煮沸，除去二氧化碳，冷却至室温，加入 2 滴甲基红指示液，用氨水中和至橙色，将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

B 溶液： $c(\text{Mg}^{2+}) = 0.04\text{mol/L}$ 准确称取氧化镁 1.631g 于 800mL 烧杯中，加少量水润湿，缓缓加入 1.0mol/L 盐酸 82mL，充分搅拌混合并缓慢加热，待氧化镁全部溶解后，加蒸馏水 400mL，煮沸，除去二氧化碳。冷却至室温，加入 2 滴甲基红指示液，用氨水中和至橙色。将此溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

3.1.2.8 标准硬水 以含碳酸钙计，342mg/L，其配制方法如下。移取 68.5mL 溶液 A 和 17.0mL 溶液 B 溶于 1000mL 烧杯中，加入

800mL 水，滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1mol/L 盐酸溶液，调节溶液 pH6.0~7.0（用 pH 计测定）。将溶液转移到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 量筒 250mL，带磨口玻璃塞，0~250mL 刻度间距为 20.0~21.5cm，250mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4~6cm。

3.1.3.2 玻璃吸管 长约 40cm，内径约为 5mm，一端尖处有约 2~3mm 的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上。

3.1.3.3 恒温水浴 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

3.1.3.4 秒表。

3.1.4 测定步骤

称取适量试样¹⁾精确至 0.2mg，置于盛有 50mL 标准硬水 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的 200mL 烧杯中，用手摇动做圆周运动，约每分钟 120 次，进行 2min，将该悬浮液在同一温度的水浴中放置 13min，然后用 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的标准硬水将其全部洗入 250mL 量筒中，并稀释至刻度，盖上塞子，以量筒底部为轴心，将量筒在 1min 内上下颠倒 30 次（将量筒倒置并恢复至原位为一次，约 2s）。打开塞子，再垂直放入无振动的恒温水浴中，放置 30min。用吸管在 10~15s 内将内容物的 9/10（即 225mL）悬浮液移出，不要摇动或搅起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。

按规定方法²⁾测定试样和留在量筒底部 25mL 悬浮液中的有效成分含量。

注：1) 以此称样量制备悬浮液的浓度，应为该可湿性粉剂推荐使用的最高喷洒浓度。其称样量在产品标准中加以规定。

2) 有效成分含量的测定应在产品标准中加以规定。

3.1.5 计算

试样悬浮率 X_1 [% (m/m)]，按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{10}{9} \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 = 111.1 \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad (1)$$

式中 m_1 ——配制悬浮液所取试样中有效成分质量，g；

m_2 ——留在量筒底部 25mL 悬浮液中有效成分质量，g。

3.2 方法二

3.2.1 方法提要

用标准硬水将试样配制成为适当浓度的悬浮液，在规定的条件下于量筒中静置 30min，测量量筒 9/10 悬浮液中有效成分含量，计算试样的悬浮率。

3.2.2 试剂

与 3.1.2 相同。

3.2.3 仪器

与 3.1.3 相同。

3.2.4 测定步骤

称取适量试样¹⁾，精确至 0.2mg，直接置于盛有 50mL 标准硬水 (30±1)℃ 的量筒中轻轻振摇使试样分散，然后用 (30±1)℃ 标准硬水稀释至刻度，盖上塞子。以量筒底部为中心，将量筒在 1min 内上下颠倒 30 次（将量筒倒置并恢复至原位为一次，约 2s）。打开塞子，垂直放入无振动的恒温水浴中，避免阳光直射，放置 30min。用吸管在 10~15s 内将内容物的 9/10（即 225mL）悬浮液移至一干净的 500mL 三角瓶中，不要摇动或搅起量筒内的沉降物，确保吸管顶端总是在液面下几毫米处。

将三角瓶中 225mL 悬浮液充分摇匀后，迅速移取一定体积 (VmL) 试液，测定其中有效成分含量或测定底部 25mL 悬浮液和沉淀物中有效成分含量²⁾。

注：1) 以此称样量制备悬浮液的浓度，应为该可湿性粉剂推荐使用的最高喷洒浓度。其称样量在产品标准中加以规定。

2) 有效成分含量的测定应在产品标准中加以规定。

3.2.5 计算

3.2.5.1 测定上部 225mL 悬浮液时，试样悬浮率 X_2 [% (m/m)]，按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{250}{V} \times \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

式中 V ——用于分析的悬浮液体积，mL；

m_1 ——制备悬浮液所取试样中有效成分质量，g；

m_2 ——悬浮液中有效成分质量，g；

250——配制悬浮液的总体积，mL。

3.2.5.2 测定底部 25mL 悬浮液时，试样悬浮率按 3.1.5 中式 (1) 计算。

(七) 细度 GB 16150—1995

1 适用范围

本方法适用于农药粉剂、可湿性粉剂细度的测定。

2 测定方法

2.1 干筛法 (适用于粉剂)

2.1.1 方法提要

将烘箱中干燥至恒重的试样, 自然冷却至室温, 并在试样与大气达到湿度平衡后, 称取试样, 用适当孔径的试验筛筛分至终点, 称量筛中残余物, 计算细度 (如所干燥的试样易吸潮, 需将试样置于干燥器中冷却, 并尽量减少试样与大气环境接触, 完成筛分)。

2.1.2 仪器

试验筛: 适当孔径, 并具配套的接收盘和盖子;

玻璃皿: 已知质量;

刷子: 2.5cm 软平刷;

恒温烘箱: 100℃以内控温精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

干燥器。

2.1.3 测定步骤

2.1.3.1 试样的制备 根据试样的特性, 调节烘箱至适宜的温度, 将足量的试样置于烘箱中干燥至恒重, 然后使试样自然冷却至室温并与大气湿度达到平衡, 备用。

如果试样易吸潮, 应将其置于干燥器中冷却至室温, 并尽量减少与大气环境接触。

2.1.3.2 测定 称取 20g 试样 (精确至 0.1g), 置于与接收盘相吻合的适当孔径试验筛中, 盖上盖子, 按下述两种方法之一进行试验。

a) 震筛机法 将试验筛装在震筛机上振荡, 同时交替轻敲接收盘的左右侧。10min 后, 关闭震筛机, 让粉尘沉降数秒钟后揭开筛盖, 用刷子清扫所有堵塞筛眼的物料, 同时分散筛中软团块, 但不应压碎硬颗粒; 盖上筛盖, 开启震筛机, 重复上述过程至 2min 内过筛物少于 0.01g 为止。将筛中残余物移至玻璃皿中称重。

b) 干筛法 两手同时握紧筛盖及接收盘两侧, 在具有胶皮罩

面的操作台上，将接收盘左右侧底部反复与操作台接触振筛，并不时按顺时针方向调整筛子方位（也可按逆时针方向）。在揭盖之前，让粉尘沉降数秒钟，用刷子清扫堵塞筛眼的物料，同时分散软团块，但不应压碎硬颗粒。重复震筛至 2min 内过筛物少于 0.01g 为止。将筛中残余物移至玻璃皿中称重。

2.2 湿筛法（适用于可湿性粉剂）

2.2.1 方法提要

将称好的试样，置于烧杯中润湿、稀释，倒入润湿的试验筛中，用平缓的自来水流直接冲洗，再将试验筛置于盛水的盆中继续洗涤，将筛中残余物转移至烧杯中，干燥残余物，称重，计算细度。

2.2.2 仪器

试验筛：适当孔径，并具配套的接收盘和盖子；

烧杯：250mL，100mL；

烘箱：100℃以内控温精度为±2℃；

玻璃棒：具有橡皮罩；

干燥器。

2.2.3 测定步骤

2.2.3.1 试样的润湿 称取 20g 试样（精确至 0.1g），置于 250mL 烧杯中，加入约 80mL 自来水，用玻璃棒搅动，使其完全润湿。如果试样抗润湿，可加入适量非极性润湿剂。

2.2.3.2 试验筛的润湿 将试验筛浸入水中，使金属丝布完全润湿。必要时可在水中加入适量的非极性润湿剂。

2.2.3.3 测定 用自来水将烧杯中润湿的试样稀释至约 150mL，搅拌均匀，然后全部倒入润湿的标准筛中，用自来水洗涤烧杯，洗涤水也倒入筛中，直至烧杯中粗颗粒完全移至筛中为止。用直径为 9~10mm 的橡皮管导出的平缓自来水流冲洗筛上试样，水流速度控制在 4~5L/min，橡皮管末端出水口保持与筛缘平齐为度。在筛洗过程中，保持水流对准筛上的试样，使其充分洗涤（如试样中有软团块可用玻璃棒轻压，使其分散）。一直洗到通过试验筛的水清亮透明为止。再将试验筛移至盛有自来水的盆中，上下移动洗涤筛缘始终保持在水面之上，重复至 2min 内无物料过筛为止。弃去过筛物，将筛中残余物，先冲至一角再转移至已恒重的 100mL 烧杯中。静置，待烧杯中颗粒沉降到底部后，倾去大部分水，加热，将

残余物蒸发近干，于 100℃（或根据产品的物化性能、采用其他适当温度）烘箱中烘至恒重，取出烧杯置于干燥器中冷却至室温，称重。

2.3 计算

粉剂、可湿性粉剂的细度 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

式中 m_1 ——粉剂（或可湿性粉剂）试样的质量，g；

m_2 ——玻璃皿（或烧杯）中残余物的质量，g。

2.4 允许差

二次平行测定结果之差应在 0.8% 以内。

（八）热贮稳定性测定方法 GB/T 19136—2003

1 范围

本标准规定了农药热贮稳定性的测定方法。

本标准适用于农药热贮稳定性的测定。

2 检验方法

2.1 农药液体制剂

2.1.1 方法提要

将试样置于安瓿瓶中，于 54℃ 贮存 14d 后，对规定项目进行测定。

2.1.2 仪器

恒温箱（或恒温水浴）：(54±2)℃；

安瓿瓶（或在 54℃ 下，仍能密封的具塞玻璃瓶）：50mL；

医用注射器：50mL。

2.1.3 试验步骤

用注射器将约 30mL 试样，注入洁净的安瓿瓶中（避免试样接触瓶颈），置此安瓿瓶于冰盐浴中制冷，用高温火焰封口（避免溶剂挥发），冷却至室温称重。将封好的安瓿瓶置于金属容器内，再将金属容器在 (54±2)℃ 的恒温箱（或恒温水浴）中放置 14d。取出，将安瓿瓶外面拭净后称重，质量未发生变化的试样，于 24h 内完成对有效成分含量等规定项目的检验。

2.2 农药粉体制剂

2.2.1 方法提要

将试样加压放置，于 54°C 贮存 14d 后，对规定项目进行测定。

2.2.2 仪器

恒温箱（或恒温水浴）： $(54 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ ；

烧杯：250mL，内径 6.0~6.5cm；

圆盘：直径大小应与烧杯配套，并恰好产生 2.45kPa 的平均压力。

2.2.3 试验步骤

将 20g 试样放入烧杯，不加任何压力，使其铺成等厚度的平滑均匀层。将圆盘压在试样上面，置烧杯于烘箱中，在 $(54 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱（或恒温水浴中）放置 14d。取出烧杯，拿出圆盘，放入干燥器中，使试样冷至室温。于 24h 内完成对有效成分含量等规定项目的检验。

2.3 其他制剂

2.3.1 方法提要

将试样密闭放置于 $(54 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 中贮存 14d 后，对规定项目进行测定。

2.3.2 仪器

恒温箱（或恒温水浴）： $(54 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ ；

玻璃瓶：带有密封盖或瓶塞，在 54°C 下，仍能充分保证其密封性。

2.3.3 试验步骤

将 20g 试样放入玻璃瓶中，使其铺成平滑均匀层，置玻璃瓶于 $(54 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱（或恒温水浴）中放置 14d。取出，放入干燥器中，使试样冷却至室温。于 24h 内完成有效成分含量等规定项目的检验。

（九）低温稳定性试验 GB/T 19137—2003

1 范围

标准规定了农药液体制剂低温稳定性测定方法。

本标准适用于农药液体制剂低温稳定性的测定。

2 检验方法

2.1 乳剂和均相液体制剂

2.1.1 方法提要

试样在 0°C 保持 1h, 记录有无固体或油状物析出。继续在 0°C 贮存 7d, 离心分离, 将固体析出物沉降, 记录其体积。

2.1.2 仪器及设备

制冷器: 能够保持 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$;

锥形离心管: 100mL, 管底刻度精确至 0.1mL;

离心机: 与离心管配套;

移液管: 100mL。

2.1.3 试验步骤

移取 100mL 的试样置于离心管中, 在制冷器中冷却至 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, 让离心管及内容物在 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 保持 1h, 其间每隔 15min 搅拌一次, 每次 15s, 检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器, 在 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 继续放置 7d。7d 后, 将离心管取出, 在室温 (不超过 20°C) 下静置 3h, 离心分离 15min (管子顶部相对离心力为 $500 \sim 600g$, g 为重力加速度)。记录管子底部析出物的体积 (精确至 0.05mL)。

2.2 悬浮制剂

2.2.1 方法提要

试样在 0°C 保持 1h, 观察外观有无变化。继续在 0°C 贮存 7d, 测试其物化指标。

2.2.2 仪器及设备

制冷器: 能够保持 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$;

烧杯: 100mL;

量筒: 1mL。

2.2.3 试验步骤

取 80mL 的试样, 置于 100mL 烧杯中, 在制冷器中冷却至 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, 保持 1h, 其间每隔 15min 搅拌一次, 每次 15s, 观察外观有无变化。将烧杯放回制冷器, 在 $(0 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 继续放置 7d。7d 后, 将烧杯取出, 恢复至室温, 测试筛析、悬浮率或其他必要的物化指标。

(十) 丙酮不溶物 GB/T 19138—2003

1 试剂

丙酮 (GB 686): 经无水硫酸钠干燥。

2 仪器

标准具塞磨口锥形烧瓶：250mL；
回流冷凝器：与锥形烧瓶配套；
玻璃砂芯坩埚漏斗：G3；
锥形抽滤瓶：500mL 与砂芯漏斗配套；
烘箱；
玻璃干燥器；
水浴锅。

3 分析步骤

称取 10g 试样（精确至 0.01g），放入锥形烧瓶中，加入 150mL 丙酮，盖好塞子，振摇，使试样溶解。然后装好回流冷凝器，在热水浴中加热至溶液沸腾，自沸腾开始回流 5min 后停止加热。将玻璃砂芯坩埚漏斗烘干至恒重（110℃ 约 1h），放入干燥器中冷却。装配砂芯坩埚漏斗抽滤装置，在减压条件下尽快使热溶液全部通过漏斗。用 60mL 丙酮分 3 次洗涤漏斗，抽干后，取下玻璃砂芯坩埚漏斗，将其放入 110℃ 烘箱中干燥 30min（使其达到恒重），取出放入干燥器中，冷却后称重。

4 计算

$$X = (m_1 - m_0) / m_2 \times 100\%$$

式中 X ——丙酮不溶物含量，%；

m_0 ——玻璃坩埚漏斗的质量，g；

m_1 ——丙酮不溶物与玻璃坩埚漏斗的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g。

(十一) 酸碱度

1 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = \dots \text{mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制和标定；

盐酸标准滴定溶液， $c(\text{HCl}) = \dots \text{mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制和标定；

指示液：（说明配制方法，关于浓度单位，如指示剂是固体，用 g/L 表示）。

2 测定步骤

称取试样…g (精确至…g), 置于一个 250mL 锥形瓶中, 加入…mL… (溶剂), 振摇使试样溶解 (或混匀), 滴加…滴 (或 mL) 指示液, 振摇, 用氢氧化钠 (或盐酸) 标准滴定溶液滴定至由……色变为……色为终点。同时做空白测定。

3 计算

试样的酸度 X_1 (%), 按下式计算:

$$X_1 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100$$

试样的碱度 X' (%), 按下式计算:

$$X' = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.040}{m} \times 100$$

式中 c ——氢氧化钠 (或盐酸) 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 (或盐酸) 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液, 消耗氢氧化钠 (或盐酸) 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 g 表示的硫酸的质量。

0.040——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以 g 表示的氢氧化钠的质量。

如试液颜色较深, 用指示液难以指示终点, 可采用电位滴定法测定。

(十二) 倾 倒 性

1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后, 按照规定程序进行倾倒, 测定滞留在容器内试样的量; 将容器用水洗涤后, 再测定容器内的试样量。

2 仪器

具磨口塞量筒: (500 ± 2) mL; 量筒高度 39cm, 上、下刻度

间距离 25cm (或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

3 试验步骤

混合好足量试样, 及时将其中的一部分置于已称量的量筒中 (包括塞子), 装到量筒体积的 8/10 处, 塞紧磨口塞, 称量, 放置确定的时间 (如 24h)。打开塞子, 将量筒由直立位置旋转 135°, 倾倒 60s, 再倒置 60s, 重新称量筒和塞子。

将相当于 80% 量筒体积的水 (20℃) 倒入量筒中, 塞紧磨口塞, 将量筒颠倒 10 次后, 按上述操作倾倒内容物, 第三次称量量筒和塞子。

4 计算

倾倒后的残余物质量分数 X_{1-1} (%) 和洗涤后的残余物质量分数 X_{1-2} (%) 分别按式 (1) 和式 (2) 计算:

$$X_{1-1} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

$$X_{1-2} = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中 m_1 ——量筒、磨口塞和试样的质量, g;
 m_2 ——倾倒后, 量筒、磨口塞和残余物的质量, g;
 m_3 ——洗涤后, 量筒、磨口塞和残余物的质量, g;
 m_0 ——量筒、磨口塞恒重后的质量, g。

(十三) 持久起泡性

1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合, 静置后记录泡沫体积。

2 试剂

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。
按 GB/T 14825 配制。

3 仪器

具塞量筒: 250mL (分度值 2mL, 0~250mL 刻度线 20~21.5cm, 250mL 刻度线到塞子底部 4~6cm);

工业天平: 感量 0.1g, 载量 500g。

4 测定步骤

将量筒加标准硬水至 180mL 刻度线处，置量筒于天平上，称入试样 1.0g（精确至 0.1g），加硬水至距量筒塞底部 9cm 的刻度线处，盖上塞，以量筒底部为中心，上下颠倒 30 次（每次 2s）。放在试验台上静置 1min，记录泡沫体积。

(十四) 水不溶物

1 方法提要

试样用水溶解，将所有不溶物滤出，干燥并称量。

2 仪器

称量瓶；

玻璃砂芯坩埚：G3；

吸滤瓶：100mL；

烘箱：(105±2)℃。

3 测定步骤

于 105℃ 下，将玻璃砂芯坩埚干燥至恒重（精确至 0.2mg），称取试样 20g（精确至 0.01g），用 200mL 水淋洗转移到量筒中，盖上塞子，猛烈振摇，使可溶物全部溶解。将此溶液经坩埚过滤，用蒸馏水洗涤坩埚中的残留物，每次用 25mL，共洗 3 次。置坩埚及残留物于 105℃ 烘箱中干燥至恒重（精确至 0.2mg）。

4 计算

水不溶物质量分数 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100$$

式中 m_1 ——坩埚与不溶物恒重后的质量，g；

m_0 ——坩埚恒重后的质量，g；

m ——试样的质量，g。

(十五) 稀释稳定性

1 试剂和仪器

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ ；

量筒：100mL；

恒温水浴：(30±2)℃或(20±2)℃。

2 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 量筒中，加标准硬水至刻度，混匀。将此量筒放入 (30±2)℃ 恒温水浴中，静置…h。稀释液均一，无析出物为合格。

(十六) 与水互溶性

1 试剂和仪器

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ ，按 GB/T 14825 配制；

量筒：100mL。

2 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀。将此量筒放入 (30±2)℃ 恒温水浴中，静置…h。稀释液均一，无析出物为合格。

(十七) 20℃ 下每毫升质量

1 方法提要

用比重计在 20℃ 下测试试样与水的 1:1 的稀释液的密度，再计算出试样的密度。

2 测定步骤

称取 100g 蒸馏水（精确至 0.2mg），置于 250mL 烧杯中，仔细加入等量的试样，避免混入空气，缓慢将该液体倒入另一个烧杯中进行混合，重复此操作直至形成均匀的稀释液。将该稀释液转移至 250mL 量筒中，静置 10~15min，除去液体表面的气泡，调节温度至 (20±0.5)℃（必要时使用水浴）。轻轻将比重计放入试液中，待平衡后直接读取密度。

试样 20℃ 下每毫升质量 X (g/mL)，按下式计算：

$$X = \frac{a}{2 \cdot a}$$

式中 a ——50%（质量分数）稀释液的密度，水的密度按 1.0 计。

(十八) 悬乳剂分散稳定性

1 方法提要

按规定浓度制备分散液，分别置于两刻度乳化管中，直立静置一段时间，再颠倒乳化管数次，观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

2 仪器与试剂

乳化管：锥形底硼硅玻璃离心管，长15cm，刻度至100mL；

橡胶塞：与乳化管配套，带有80mm长玻璃排气管（外径4.5mm，内径2.5mm，见图2-5）；

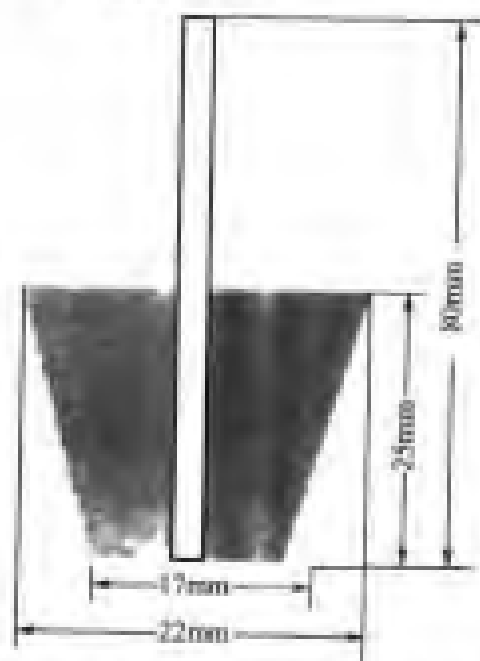


图 2-5 带有玻璃排气管的橡胶塞

刻度量筒：250mL；

可调节灯：配60W珍珠泡；

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ 。

3 操作步骤

在室温下（ 23 ± 2 ）℃，分别向两个250mL刻度量筒中加标准硬水至240mL刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样5g（或其他规定数量），滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后加标准硬水至刻度。佩戴布手套，以量筒中部为轴心，上

下颠倒 30 次，确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，每次颠倒需 2s（用秒表观察所用时间），用其中一个量筒做沉淀和乳膏试验，另一个量筒做再分散试验。

(1) 最初分散性：观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油。

(2) 放置一定时间后分散性。

a) 沉淀体积的测定 分散液制备好后，立即将 100mL 分散液转移至乳化管中，盖上塞子，在室温下 $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 直立 30min，用灯照亮乳化管，调整光线角度和位置，达到对两相界面的最佳观察，如果有沉淀（通常反射光比透射光更易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至 $\pm 0.05\text{mL}$ ）。

b) 顶部油膏（或浮油）体积的测定 分散液制备好后，立即将其倒入乳化管中，至离管顶端 1mm，戴好保护手套，塞上带有排气管的橡胶塞，排除乳化管中所有空气，去掉溢出的分散液，将乳化管倒置，在室温下保持 30min，没有液体从乳化管排出就不必密封玻璃管的开口端，记录已形成的乳膏或浮油的体积。测定乳化管总体积，并以下式校正测量出的乳膏或浮油的体积。

$$F = \frac{100}{V_0}$$

式中 F ——测量油膏或浮油的体积时的校正因子；

V_0 ——乳化管总体积，mL。

(3) 重新分散性测定：分散液制备好后，将第二只量筒在室温下静置 24h，按前述方法颠倒量筒 30 次，记录没有完全重新分散的沉淀，将分散液加到另外的乳化管中，静置 30min 后，按前述方法测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

4 测定结果

最初分散性 沉淀 $\leq \dots \text{mL}$

乳膏或浮油 $\leq \dots \text{mL}$

一定时间后分散性（30min 后）沉淀 $\leq \dots \text{mL}$

乳膏或浮油 $\leq \dots \text{mL}$

重新分散性（24h 后）沉淀 $\leq \dots \text{mL}$

乳膏或浮油 $\leq \dots \text{mL}$

测定结果符合上述要求为合格。

(十九) 松密度和堆积密度

1 方法提要

将已知质量的样品放入玻璃量筒中，测量其体积。然后将量筒垂直提高 25mm，落在橡胶垫上，“颠” 100 次后再测定样品的体积。

2 仪器

量筒：250mL；

橡胶基垫：具有 30~40BS 硬度，或其他类似硬度的材料，如氯丁橡胶片；

蜡光纸。

3 测定步骤

称取约占 90% 量筒体积的试样（精确至 0.1g）于蜡光纸上，将纸折成斜槽，使试样滑入量筒，轻轻弄平颗粒表面，测量体积，精确至 1mL (V_1)。轻握量筒上部，提高 25mm，让其落在橡胶基垫上，如此重复 100 次，每 2s 颠 1 次。测量并记录颗粒体积，精确至 1mL (V_2)。

试样的松密度 X_1 (g/mL) 和堆密度 X_2 (g/mL) 分别按式 (1) 和式 (2) 计算：

$$X_1 = \frac{m}{V_1} \quad (1)$$

$$X_2 = \frac{m}{V_2} \quad (2)$$

式中 m ——试样的质量，g。

(二十) 粒度范围

1 仪器

标准筛组：孔径与规定的粒径范围一致；

振筛机：振幅…mm，…次/min。

2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大粒径筛置于小粒径筛上面，筛下装承接盘，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，准确称取颗粒剂试

样…g (精确至 0.1g), 置于上面筛上, 加盖密封, 启动振筛机振荡…min, 收集规定粒径范围内筛上物称量。

3 计算

以质量分数表示的试样的粒度 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中 m ——试样的质量, g;

m_1 ——规定粒径范围内筛上物质量, g。

(二十一) 粉 尘

1 方法提要

称取一定量的颗粒剂试样, 在标准条件下, 使其落入试验箱内, 释放粉尘; 收集该粉尘, 称量。

2 仪器

测尘仪 (见图 2-6): 由测量箱和倾倒管组成, 测量箱顶部的盖子可打开, 并与倾倒管相连, 在测量箱的开口处固定一个带有玻璃过滤器的插头, 该过滤器经气流量计与真空泵相连。

烧结玻璃过滤器: 孔径 $40 \sim 100 \mu\text{m}$, 直径 40mm;

气体流量计: 流量范围为 $10 \sim 20 \text{L/min}$;

滤片: 直径 35mm;

秒表。

3 取样

粉尘的测定应用刚收到的试样进行, 并应从新打开的包装容器中取出。因为试样水含量的变化, 可能会对粉尘的测定结果产生显著影响。

4 粉尘的测定

准确称量滤片 (精确至 0.1mg), 放入玻璃过滤器盘中, 将玻璃过滤器与气体流量计和真空泵相连, 将玻璃过滤器固定到测量盒上, 开启真空泵, 调节空气流速为 15L/min , 用玻璃烧杯称取 30.0g 试样 (精确至 0.1mg), 一次将试样转移至倾倒管中, 同时开启秒表。释放的粉尘用 60s 抽出, 收集在滤片上, 用镊子取下滤片, 称重 (精确至 0.2mg), 两次称量之差即为收集的粉尘。

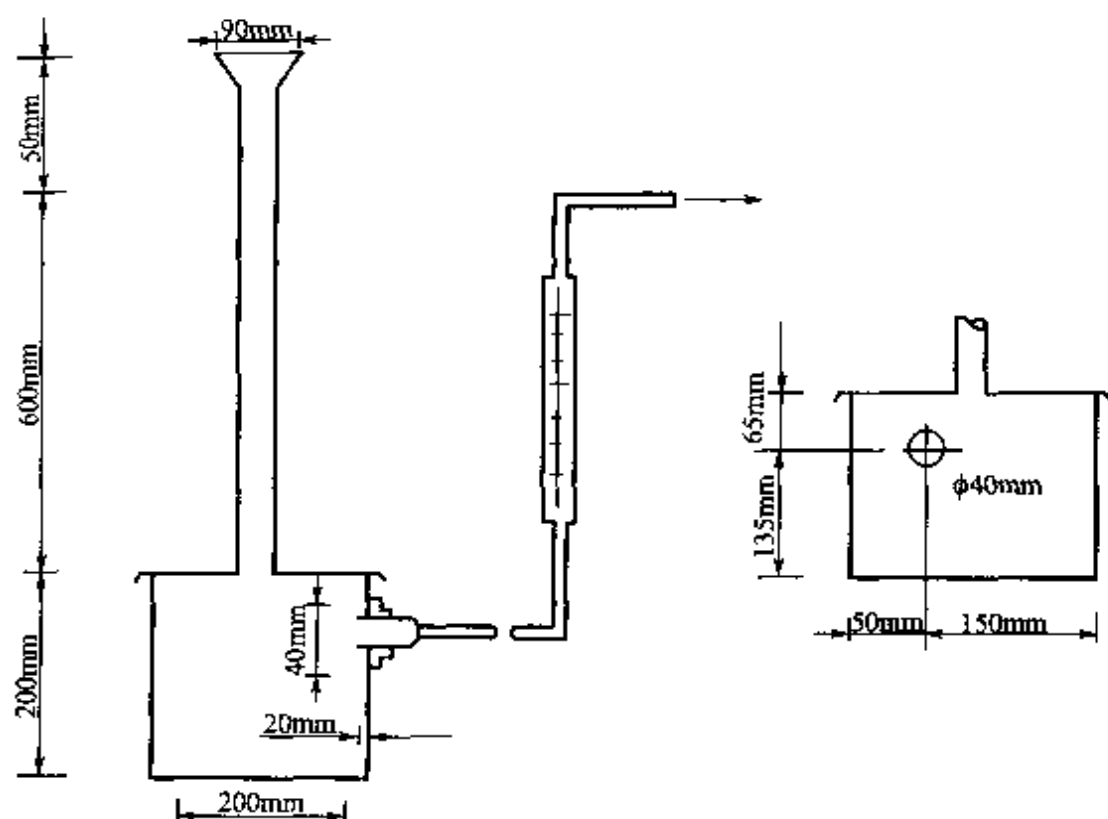


图 2-6 测尘仪

(二十二) 抗磨损性

1 方法提要

先用 $125\mu\text{m}$ 试验筛筛分试样，以除去细小颗粒，将筛过的无尘颗粒转移至玻璃瓶中，加入等量的玻璃珠，滚动玻璃瓶至规定时间后，再次将试样置于 $125\mu\text{m}$ 试验筛上筛分，通过准确称量筛上物，测定产品的抗磨损性能。

2 仪器

滚筒系统：见图 2-7；

标准筛组；

玻璃瓶：500mL，带盖，外径 8cm，高约 15cm；

玻璃珠：碱性硅酸盐，松密度约 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ ，直径 $(4.0 \pm 0.2)\text{mm}$ ；

水晶盘；

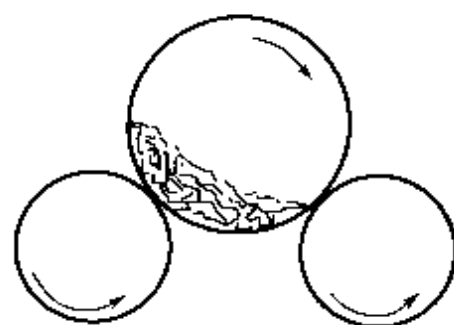


图 27 抗磨损性试验滚筒系统

软毛刷；

玻璃棒：带胶皮帽。

3 操作步骤

试验开始前，首先上下颠倒产品的包装容器 5 次，以混匀试样。称取约 60g 试样，置于 125 μ m 试验筛上，震动试验筛 3min，以除去细小颗粒。将 50.0g 筛过的试样和等量的玻璃珠转移至玻璃瓶中，盖紧瓶盖，将其水平地放到滚筒上，用 75~125r/min 的速度转动玻璃瓶约 4500 圈。组合带有 125 μ m 和粗孔径的试验筛，小心将玻璃瓶中的内容物转移至粗筛上，用软毛刷轻刷玻璃珠表面，使试样全部落到 125 μ m 筛上，用毛刷或玻璃棒将粘在瓶盖和玻璃瓶表面的所有试样转移到 125 μ m 试验筛上，盖上筛盖，将筛子置于振筛机上振荡 3min，取下筛子，将 125 μ m 试验筛上的试样转移到已恒重的水晶盘上，敲打筛框 5 次，轻刷筛下表面（不翻转筛子），弃去，然后轻刷筛子上表面，将筛上物倒入水晶盘中，称量盘中物的质量。

试样的抗磨损性 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中 m ——试样的质量，g；

m_1 ——125 μ m 试验筛上物质量，g。

（二十三）水分散粒剂的分散性

1 方法提要

将一定量的水分散性粒剂加入规定体积的水中，搅拌混合，制

成悬浮液，静置一段时间后，去除顶部 9/10 的悬浮液，将底部 1/10 悬浮液和沉淀烘干，用重量法进行测定。

2 试剂和仪器

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。按 GB/T 14825 配制；

烧杯：1000mL，内径为 $102\text{mm} \pm 2\text{mm}$ ；

电动搅拌机：可控制速度；

不锈钢搅拌棒：带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒，叶片之间角度为 45° 。参见图 2-8；

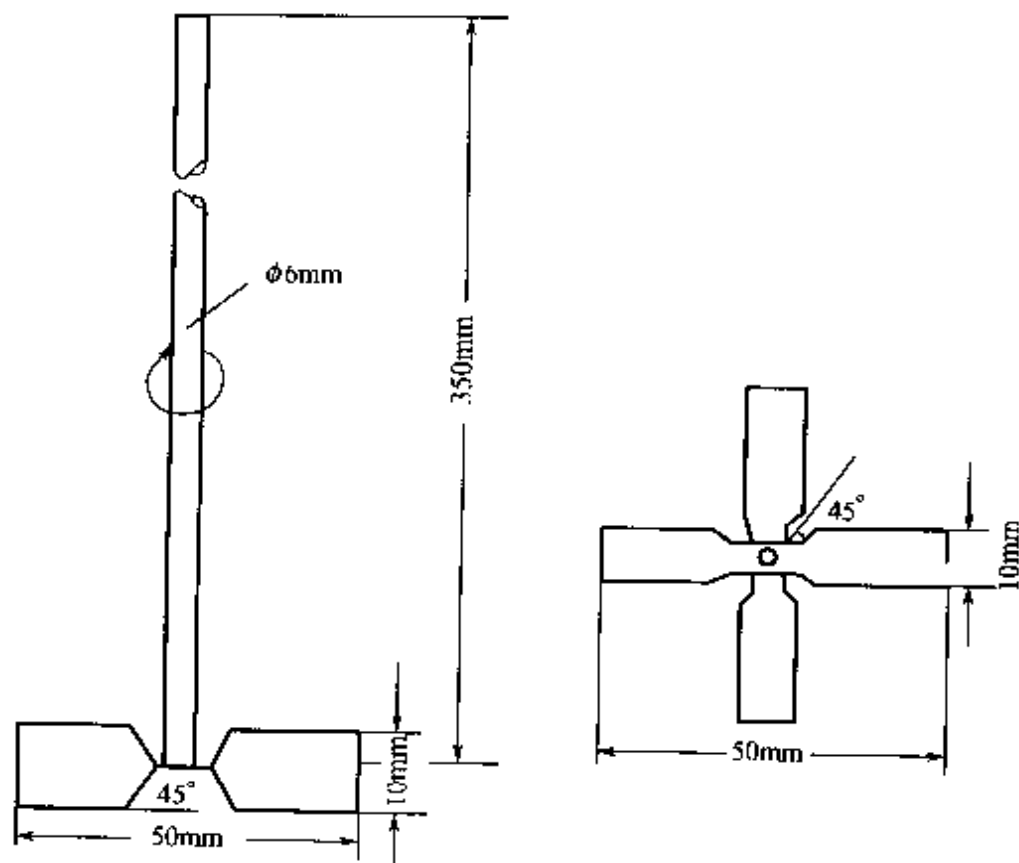


图 2-8 不锈钢搅拌棒

旋转真空蒸发；

秒表。

3 测定步骤

在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下，于烧杯中加入 900mL 标准硬水，将搅拌棒固定在烧杯中央，搅拌棒叶片距烧杯底 15mm，搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推进液体向上翻腾，以 300r/min

的速度开启搅拌器，将 9g 水分散粒剂试样（精确至 0.1g）加入搅拌的水中，继续搅拌 1min。关闭搅拌，让悬浮液静置 1min，借助真空泵，抽出 9/10 的悬浮液（810mL），整个操作应在 30~60s 内完成，并保持玻璃细管的尖端始终在液面下，且尽量不搅动悬浮液，用旋转真空蒸发器蒸掉 90mL 剩余悬浮液中的水分，并干燥至恒重，干燥温度依产品而定，推荐温度为 60~70℃。

试样的分散性 X （%），按下式计算：

$$X = \frac{10}{9} \times \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

式中 m_1 ——干燥后残余物的质量，g；

m ——所取试样的质量，g。

（二十四）流动性

1 方法提要

产品经热贮稳定性试验后，在不经任何机械搅动的情况下，测定留在筛上的颗粒剂的量。

2 仪器

聚氯乙烯圆筒：内径 5.0~5.5cm；

聚氯乙烯夯实器：与圆筒配套，内装铅球或钢球，可产生 2.45kPa 的压力；

聚氯乙烯筒底：与聚氯乙烯圆筒配套；

试验筛：直径 20cm，孔径 5mm 或 4.74mm 的标准筛。

3 操作步骤

按图 2-9 组合各部件，将圆筒放在底部，将 50g 试样置于圆筒中，不用任何压力将试样摊平，使其成均匀平滑层。将夯实器放在颗粒剂的表面。在 $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 贮存 14d，贮后，将圆筒放入干燥器中（不放干燥剂）2h，冷至室温，将仪器翻转过来，拿掉底盖，小心将试样转移到试验筛上，按干筛法筛分试样，检查试样是否自由地从筛中落下，若没有，记录筛子上下跌落 20 次后留在筛上试样的量。

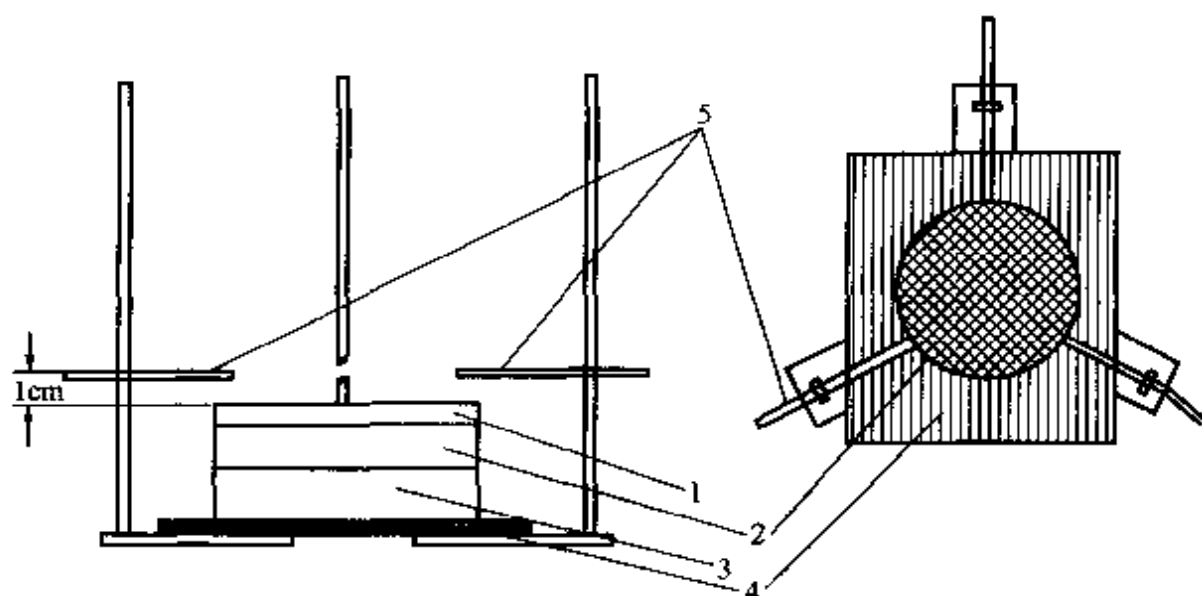


图 2-9 流动性测定装置

1—盖子；2—试验筛；3—收集盘；4—硬橡胶垫；5—金属棒

4 计算

试样的流动性 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

式中 m_1 —— 所取试样的质量, g;

m_2 —— 留在筛上样品的质量, g。

(二十五) 崩解时间

1 仪器

培养皿: 内径 100mm;

秒表。

2 测定

将培养皿中充满水, 放入…片试样, 启动秒表, 观察崩解情况, …min 内, 全部崩解为合格。

(二十六) 粉末和碎片

1 仪器

天平: 感量 0.1g。

2 测定步骤

将抽样时一个完整内包装的粉末和碎片收集起来，置于天平上称量，记录其质量。粉末和碎片质量分数 X (%)，按下式计算：

$$X = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中 m ——粉末和碎片质量，g；

m_1 ——取样总质量，g。

(二十七) 溶解程度和溶液稳定性

1 方法提要

将可溶性粉剂溶于 25℃ 的标准水中，颠倒 15 次，静置 5min，用 75μm 试验筛过滤，定量测定筛上残余物。溶液稳定性的测定是将该溶液静置 18h 后，再用 75μm 试验筛过滤。

2 仪器

标准筛：孔径 75μm，直径 76mm；

刻度量筒：玻璃，具塞，0~250mL 刻度之间距离 20~21.5 cm，250mL 刻度线与塞子底部距离为 4~6cm。

3 试样溶液的制备

在 250mL 量筒中加入 2/3 的标准水，将其温热至 25℃，加入一定量的试样（试样的数量应与推荐的最高使用浓度一致，最少不少于 3g），加标准水至刻度。盖上塞子。静置 30s，用手颠倒量筒 15 次（180°），复位，颠倒、复位一次所用时间应不超过 2s。

4 5min 后试验

将量筒中的试样溶液静置 5min±30s 后，倒入已恒重的 75μm 试验筛上，将滤液收集到 500mL 烧杯中，留做下一步试验。用 20mL 蒸馏水洗涤量筒 5 次，将所有不溶物定量转移到筛上，弃去洗涤液，检查筛上的残余物。如果筛上有残余物，将筛于 60℃ 下干燥至恒重，称量。

18h 后试验

在静置 18h 后，仔细观察烧杯中滤液是否有沉淀。如果有不溶物，再将该溶液用 75μm 试验筛过滤，用 100mL 蒸馏水洗涤试验筛。如果有固体或结晶存在，将筛于 60℃ 下干燥至恒重，称量。

5 计算

5min 残余物质量分数 X_1 (%) 和 18h 后残余物质量分数 X_2 (%), 分别按式 (1) 和式 (2) 计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

$$X_2 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中 m_1, m_3 ——筛子恒重后的质量, g;
 m_2, m_4 ——筛子和残余物的质量, g;
 m ——试样的质量, g。

(二十八) 干燥减量

1 仪器

称量瓶: 高 30mm, 直径 50mm;

烘箱: $\dots^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;

干燥器。

2 操作步骤

称取试样 $\dots\text{g}$ (精确至 0.001g), 置于已烘至恒重的称量瓶中, 铺平。将称量瓶和瓶盖分开置于烘箱中, 烘 2h 后, 盖上盖, 取出放入干燥器中, 冷却至室温后称量。

3 计算

以质量分数表示的加热减量 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100$$

式中 m_1 ——烘干前试样和称量瓶的质量, g;
 m_2 ——烘干后试样和称量瓶的质量, g;
 m_3 ——称取试样的质量, g。

(二十九)、(三十) 点燃试验、燃烧发烟时间

称取试样 50.0g, 装入大小适合的正方形镜头纸袋中包好, 置于避风处点燃, 燃烧过程中无火焰、不熄灭, 均匀燃烧, 燃烧后不

留余烬为点燃试验合格。用秒表测出试样从被点燃发烟时起至不发烟为止的时间为燃烧发烟时间。

(三十一) 自燃温度

1 方法提要

试样置于烧杯中悬置的石棉网(试验台)上,从烧杯盖插孔处插入温度计至石棉网上,烧杯下部为电炉,在电炉不断加热下测定试样自燃温度。

2 仪器和设备

继电器;

触点温度计: $0\sim 300^{\circ}\text{C}$;

水银温度计: $0\sim 300^{\circ}\text{C}$;

烧杯: 600mL (直径约 10cm, 高约 12cm);

烧杯盖及试验台: 采用 0.5cm 厚的电木板作烧杯盖。用 3 根 2mm (id) $\times 9\text{cm}$ 的铁丝与一直径为 7cm 的铁丝圈等边连接,铁丝圈上放置一直径为 7cm 的石棉网,即为试验台。烧杯盖上设置两孔,两孔中心相距 4cm,分别插入触点温度计和水银温度计。装置连接见图 2-10 所示:

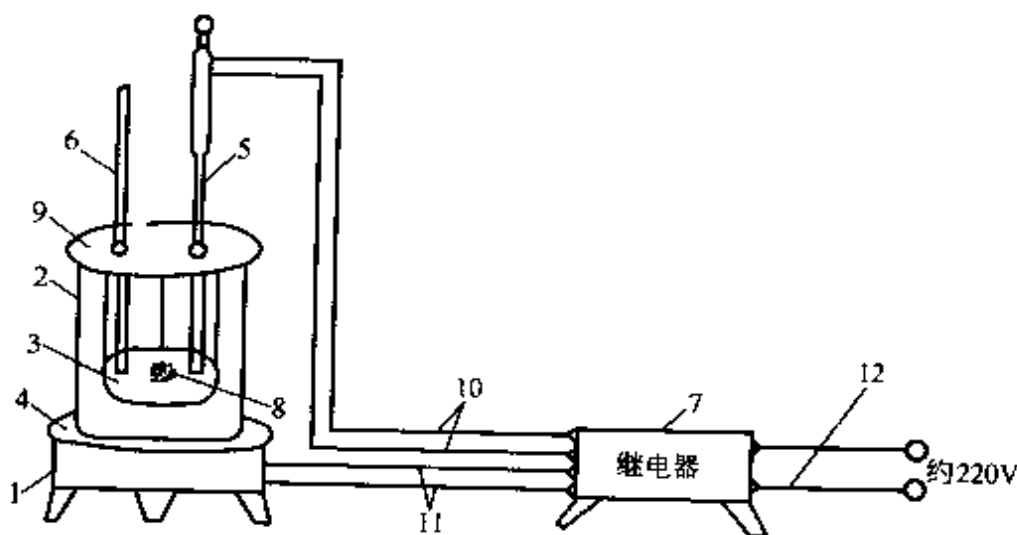


图 2-10 自燃温度测定仪

1—电炉; 2—烧杯; 3—石棉网试验台; 4—石棉网;

5—触点温度计; 6—水银温度计; 7—继电器;

8—样品; 9—烧杯盖; 10, 11, 12—电线

3 测定

称取 1.0g 试样，置于石棉网中心部位，然后将触点温度计和汞温度计从烧杯盖两孔插入烧杯，接触石棉网，两支温度计水银球距石棉网边沿约 0.5cm。调节触点温度计旋钮至 $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，待温度稳定后，以每分钟上升 $5 \sim 10^\circ\text{C}$ 的速度调节触点温度计旋钮，接近发烟时以每分钟 $1 \sim 2^\circ\text{C}$ 的上升温度调节触点温度计旋钮，同时观察试样和水银温度计，试样发烟的瞬间，水银温度计所指示的温度即为自燃温度。

4 允许偏差

两次平行测定结果之差不大于 5°C ，取其算术平均值作为测定结果。

(三十二) 成烟率

1 方法提要

称取一定量已烘干的试样，经烘箱再次干燥后，置于燃烧瓶中，点燃试样。用吸收液吸收烟中有效成分。蒸发多余溶剂，加入内标液，取出部分溶液用气相色谱法测定有效成分含量。

2 试剂和溶液

按实际所用试剂编写。

3 仪器

燃烧瓶：2000mL（燃火口直径约 6cm，燃火口塞带通气阀，瓶底直径 13cm，瓶高 20cm，通气孔径 1cm）；

燃烧台：用 1mm 粗的铁丝做成高 3cm 直径 2cm 的三脚架，三脚架上放置铁丝网；

吸收管：100mL 4 个（内径约 2.5cm）；200mL 1 个（内径约 3.5cm）；500mL 1 个（内径约 5cm），作缓冲器；

恒温水浴；

抽气泵；

蒸发仪：采用触点温度计与继电器控制水浴温度 $(95 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，水浴中的 500mL 磨口烧瓶，通过 30cm 球形冷凝管与 500mL 接收瓶连接。成烟及收集装置如图 2-11 所示。

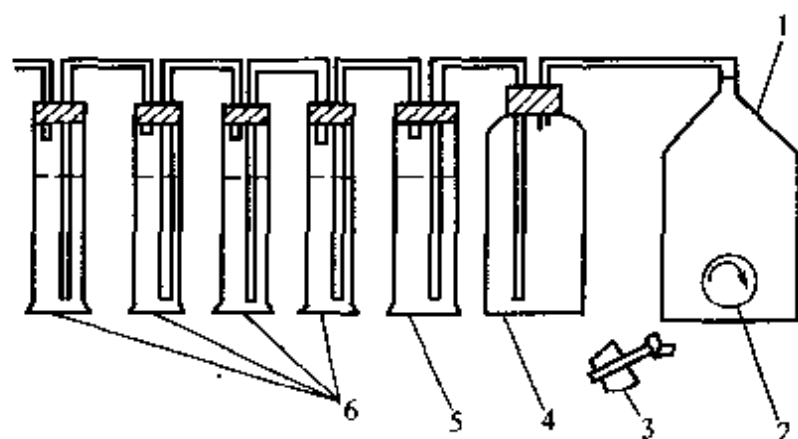


图 2-11 成烟及收集装置

1—燃烧瓶；2—燃烧台；3—燃烧瓶塞
(带有通气阀或负压通气阀)；4—缓冲瓶；
5—第一级吸收管 (200mL)；6—二级、三级、
四级、五级吸收管 (均为 100mL)

4 烟中有效成分的收集和测定

用准备好的 $2\text{cm} \times 3\text{cm}$ 的镜头纸袋，称取约含……（有效成分） 0.30g （精确至 0.2mg ）的一块试样，将袋中试样适当压紧，包好后置于 $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中烘 1h 后置于干燥器中。

将上述烘干的试样置于燃烧瓶中的燃烧台上。一级吸收管加入 100mL 吸收液，二级、三级、四级、五级吸收管各加入 50mL 吸收液。开启空气泵，以维持一级吸收管每秒出 $2 \sim 3$ 个泡为宜。用火柴点燃试样后，立即用点燃口塞塞好，当确认试样燃烧完毕并且燃烧瓶中为负压时，打开通气阀将燃烧瓶和缓冲瓶中烟雾抽至吸收管中吸收（当试样燃烧激烈，导致吸收液回流时，燃烧瓶塞的通气阀采用负压通气阀），至无可见烟雾后，再抽气 5min 。关闭抽气泵，取出燃烧试样残余物，将各吸收管吸收液转移至 500mL 烧瓶中，然后用…… mL ……（溶剂）分 3 次洗净成烟装置内路，洗液并入同一 500mL 烧瓶中。将烧瓶置于蒸发仪上。蒸至溶液约 40mL 为止，取下烧瓶使其恢复室温，按有效成分分析方法，对收集液进行测定。

5 计算

收集的烟中有效成分占原试样中质量分数 X_2 （%），按式（1）计算：

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2} \quad (1)$$

以质量分数表示的有效成分成烟率 X_3 (%), 按式(2)计算:

$$X_3 = \frac{X_2}{X_1} \times 100 \quad (2)$$

式中 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 r_1 ——标样溶液中有效成分与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中有效成分与内标物峰面积比的平均值;
 p ——标样中有效成分的质量分数, %;
 X_1 ——试样中有效成分的质量分数, %。

(三十三) 跌落破碎率

1 操作方法

称取一片试样 (精确至 0.1g), 置于离光滑的水泥地面 0.5m 高处, 平面朝地自由下落至地面, 取试样主体 (最大的一块) 称量。连续试验 10 次取其平均值为测定结果。

2 计算

片剂跌落破碎率 X (%), 按式 (1)、式 (2) 计算:

$$X_i = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad (1)$$

$$X = \frac{\sum X_i}{10} \quad (2)$$

式中 m_1 ——标样的质量, g;
 m_2 ——试验后试样主体质量, g;
 X_i ——试样一次测得的片剂跌落破碎率, %;
 X ——试样 10 次测得的平均片剂跌落破碎率, %。

(三十四) 悬浮种衣剂的悬浮率

1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制成适当浓度的悬浮液。在规定的条

件下,于恒温水浴中将量筒静置 30min,测定底部 1/10 悬浮液中种衣剂质量,计算悬浮率。

2 试剂和溶液

95%乙醇;

无水氯化钙;

氯化镁;

标准硬水的配制:称取无水氯化钙 0.304g 和氯化镁 0.13g,用蒸馏水稀释至 1L。

3 仪器

烧杯;

具磨口玻璃塞量筒 250mL,内径 38.5~40mm;0~250mL 刻度间距 20.0~21.5cm;250mL 刻度线与瓶塞底部间距为4~6cm;

玻璃吸管:玻璃管另一端与相应抽气装置相连;

恒温水浴: $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$;

恒温水浴: $80 \sim 90^\circ\text{C}$ 。

4 测定步骤

称取 A、B 两份试样各 5.0g (精确至 0.02g,相差小于 0.1g)于两个 200mL 烧杯中,各加入 50mL $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 标准硬水,用手以 120r/min 的速度做圆周运动,约进行 2min,将该悬浮液移至 250mL 量筒中,并用 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 标准硬水 100mL,分 3 次将烧杯中残余物全部洗入量筒中,并用 $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ 标准硬水稀释至刻度,盖上塞子,以量筒底部为轴心,将量筒在 1min 内上下颠倒 30 次(将量筒倒置并恢复原位为一次,每次约 2s)。将 A 试样,立即用吸管在 10~15s 内将内容物的 9/10 (即 225mL) 悬浮液移出,确保吸管的开口始终在液面下几毫米处。将其剩余 25mL 残余物转移至 100mL 已干燥至恒重的烧杯中,在 $80 \sim 90^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中除水至约 2mL 时,加入 1mL 乙醇,继续在水浴中除水,直至恒重,称重(精确至 0.002g),得残余物质量 m_a 。

将 B 量筒打开玻璃塞,垂直放入无振动的恒温水浴中,放置 30min 后,用吸管在 10~15s 内将内容物的 9/10 (即 225mL) 悬浮液移出,不要搅动或搅起量筒内的沉降物,确保吸管的开口始终在液面下几毫米处。剩余 25mL 残余物处理同 A 试样,得残余物质量 m_b 。

5 计算

试样的悬浮率 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{(10m_a - m_b) \times 10}{10m_a \times 9} \times 100 = \frac{10m_a - m_b}{10m_a} \times 111$$

式中 m_a ——留在 A 量筒底部 25mL 悬浮液蒸发至恒重的质量, g;
 m_b ——留在 B 量筒底部 25mL 悬浮液蒸发至恒重的质量, g。

(三十五) 悬浮种衣剂的包衣均匀度

1 方法提要

分别将一定粒数的包衣种子, 用一定量的乙醇萃取, 测定萃取液的吸光度, 计算出试样包衣均匀度。

2 试剂和仪器

95%乙醇;
移液管: 2mL 或 5mL;
带盖离心管: 10mL;
分光光度计;
比色皿厚: 1cm。

3 测定步骤

随机取测定成膜性的包衣种子 20 粒, 分别置于两个 10mL 带盖离心管中, 在每个离心管中, 用移液管准确加入 2mL (或 5mL) 乙醇, 加盖, 振摇萃取 15min 后, 静置并离心得到澄清的红色液体, 以乙醇作参比, 在 550nm 波长下, 测定其吸光度 A (550nm 是以罗丹明 B 为染色剂时的检测波长, 如以其他成分为染料, 可根据其成分作选择)。

4 结果计算

将测得的 20 个吸光度数据从小到大进行排列, 并计算出平均吸光度值为 A_a 。试样包衣均匀度 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{n}{20} \times 100 = 5n$$

式中 n ——测得吸光度 A 在 $0.7 \sim 1.3A_a$ 范围内包衣种子数;
20——测试包衣种子数。

(三十六) 悬浮种衣剂的成膜性

1 方法提要

取一定量的试样和种子于培养皿中，摇动培养皿使样品与种子充分混合，取出成膜，在规定时间内观察成膜情况。

2 试剂与材料

秒表；

培养皿：直径约 250mm、深 60mm；

注射器：5mL；

玉米种子：经精选千粒重为 (280 ± 20) g，含水量在 12%~14%；

实验室环境条件：温度：20 ~ 30℃，空气相对湿度：40%~60%。

3 实验步骤

称取玉米种子 50g（精确至 1g）于培养皿中，用注射器吸取试样 1g，注入到培养皿中，再加盖振摇 5min 后，将包衣种子平展开，使其成膜，放置 $\times$ min，用玻璃棒搅拌种子，观察种子表面。若所有种子表面的种衣剂已固化成膜，则成膜性为合格。

(三十七) 悬浮种衣剂的包衣脱落率

1 方法提要

称取一定量的包衣种子，置于振荡仪上振荡一定时间，用乙醇萃取，测定吸光度，计算其脱落率。

2 仪器与试剂

具塞三角瓶：250mL；

分光光度计；

比色皿：1cm；

振荡仪： (500 ± 50) r/min；

95%乙醇。

3 实验步骤

称取 10g（精确至 0.002g）测定成膜性的包衣种子两份，分别置于三角瓶中。一份准确加入 100mL 乙醇，加塞置于超声波

清洗器中振荡 10min, 使种子外表的种衣剂充分溶解, 取出静置 10min, 取上清液 10.0mL 于 50mL 容量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 为溶液 A。将另一份置于振荡器上, 振荡 10min 后, 小心将种子取至另一个三角瓶中, 按溶液 A 的处理方法, 得溶液 B。

以乙醇作参比, 在 550nm 波长下, 测定其吸光度 (550nm 是以罗丹明 B 为染色剂时的检测波长, 如以其他成分为染料, 可根据其成分作选择)。

4 计算

包衣后脱落率 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{A_0 m_1 - A_1 m_0}{A_0 m_1} \times 100$$

式中 m_0 —— 配制溶液 A 所称取包衣后种子的质量;

m_1 —— 制备溶液 B 所称取包衣后种子的质量;

A_0 —— 溶液 A 的吸光度;

A_1 —— 溶液 B 的吸光度。

(三十八) 悬浮种衣剂的黏度

1 方法提要

使用数字式旋转黏度计, 选择适宜的转子, 在 30r/min 转速下, 对试样的黏度进行测定。

2 仪器

数字式旋转黏度计;

转子号: 2 号;

恒温水浴: $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$;

烧杯: 500mL。

3 测定步骤

将试样充分摇匀后, 置于恒温水浴中, 待试样温度在 25°C 后, 取约 400mL 试样于烧杯中, 置于 25°C 恒温水浴中静置 1h。将黏度计调试正常, 安装好转子, 转子转速调至 (3 ± 1) r/min 后, 将转子缓慢插入试样中, 使液面刚好浸没转子上的凹槽, 启动发动机, 1min 后立即读取黏度值 ($\text{mPa} \cdot \text{s}$)。

(三十九) 连续点燃时间

1 测试条件

室温: $(26 \pm 5)^{\circ}\text{C}$;

相对湿度: $(65 \pm 10)\%$ 。

2 测试方法

在抽取的产品中取 10 个单圈, 放在处于无外界气流影响的室内或测试角内点燃, 记录点燃到熄灭的连续时间, 取其平均值。

(四十) 盘式蚊香的抗折力

1 测试条件

室温: $(26 \pm 5)^{\circ}\text{C}$;

相对湿度: $(65 \pm 10)\%$;

打开包装 2h 内测试。

2 测试方法

采用单圈外围荷重法, 将测试样品的最内圈拴于支架上, 最外圈取等距三点分别系上 250mm 的细绳, 三绳下端一结, 并悬挂 98g 重的砝码, 静置 15s, 香圈不应断裂。

(四十一) 气雾剂的雾化率

1 测定方法

先将气雾铁罐称重, 然后按罐上标明的使用方法, 将药液喷出后再称铁罐及余液的质量, 最后开孔倒出余液, 再称空罐的质量。

2 计算

雾化率 $X(\%)$, 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

式中 m_1 ——喷雾前罐与药液的质量, g;
 m_2 ——喷雾后罐与残留余液的质量, g;
 m_3 ——空罐的质量, g。

(四十二) 气雾罐的净容量

按雾化率的测试方法进行。净容量 (m') 计算式如下:

$$m' = m_1 - m_3$$

式中 m_1 ——喷雾前罐与药液的质量, g;

m_3 ——空罐的质量, g。

(四十三) 气雾剂的内压力

1 仪器

压力表。

2 测试方法

取两罐试样, 摇动数次后, 置于通风橱内, 去外盖, 轻轻拧断保险盖, 并拔除喷头, 将压力表的进口对准阀芯, 用力压紧, 分别读取两罐所示的压力, 取其平均值。

3 计算

内压力 P 按下式计算:

$$P = p' + (55 - t) \times 0.011$$

式中 p' ——指示压力的平均值, MPa;

55——标准规定温度, °C;

t ——测定压力时的温度, °C;

0.011——压力校正系数, MPa。

(四十四) 电热蚊香片的挥发速率

用测定有效成分含量的同批产品进行测定。将恒温电加热器通电预热 10min, 将蚊香放入加热 4h, 测定其有效成分含量, 若有效成分含量不低于试样有效成分含量的 40% 为合格。

附录 1 英汉农药通用名称索引

abamectin	阿维菌素
acephate	乙酰甲胺磷
acetamiprid	啉虫脒
acetochlor	乙草胺
acifluorfen	三氟羧草醚
alachlor	甲草胺
aldicarb	涕灭威
allethrin	烯丙菊酯
amicarthiazol	拌种灵
amitraz	双甲脒
anilofos	莎稗磷
atrazine	莠去津
azocyclotin	三唑锡
benazolin	草除灵
bendiocarb	噁虫威
benfuracarb	丙硫克百威
benomyl	苯菌灵
bensulfuron-methyl	苄嘧磺隆
bentazone	灭草松
bifenthrin	联苯菊酯
bioallethrin	生物烯丙菊酯
<i>Es</i> -bioallethrin	<i>Es</i> -生物烯丙菊酯
<i>S</i> -bioallethrin	<i>S</i> -生物烯丙菊酯
bismerthiazol	叶枯唑
bisultap	杀虫双
brodifacoum	溴鼠灵
brofenvalerate	溴灭菊酯
bromadiolone	溴敌隆
bromopropylate	溴螨酯
butachlor	丁草胺
butralin	仲丁灵

cadusafos	硫线磷
captan	克菌丹
carbaryl	甲萘威
carbosulfan	丁硫克百威
chloramphenicol	氯霉素
chlorbenzuron	灭幼脲
chlordimeform	杀虫脒
chlorfluazuron	定虫隆
chlorimuron-ethyl	氯嘧磺隆
chlorotoluron	绿麦隆
chlorothalonil	百菌清
chlorpyrifos	毒死蜱
chlorpyrifos-methyl	甲基毒死蜱
chlorsulfuron	氯磺隆
cinmethylin	环庚草醚
clethodim	烯草酮
clomazone	异噁草松
copper sulfate	硫酸铜
coumaphos	蝇毒磷
cyanazine	氰草津
cyfluthrin	氟氯氰菊酯
<i>alpha</i> -cypermethrin	顺式氯氰菊酯
<i>beta</i> -cyfluthrin	高效氟氯氰菊酯
cymoxanil	霜脍氰
cypermethrin	氯氰菊酯
<i>beta</i> -cypermethrin	高效氯氰菊酯
<i>zeta</i> -cypermerthrin	<i>zeta</i> -氯氰菊酯
2, 4-D	2,4-滴
2, 4-D butylate	2,4-滴丁酯
dazomet	棉隆
DDT	滴滴涕
deltamethrin	溴氰菊酯
diafenthiuron	丁脲醚
dicamba	麦草畏
<i>p</i> -dichlorobenzene	对二氯苯
dichlorvos	敌敌畏

dicofol
diethofencarb
difenzoquat
dimepiperate
dimethoate
dimethomorph
dimethametryn
diniconazole
diuron
EBP
endosulfan
epoxiconazole
ethametsulfuron
ethephon
ethion
ethofenprox
ethoprophos
fenaminosulf
fenitrothion
fenobucarb
fenoxaprop-ethyl
fenoxaprop-P-ethyl
fenpropathrin
fenpyroximate
fenthion
fenvalerate
fipronil
fluazifop butyl
fluazifop-P-butyl
flufenoxuron
fluroxypyr
flutolanil
fluvalinate
folpet
fomesafen
fonofos

三氯杀螨醇
乙霉威
野燕枯
嘧草丹
乐果
烯酰吗啉
异戊净
烯唑醇
敌草隆
稻瘟净
硫丹
氟环唑
胺苯磺隆
乙烯利
乙硫磷
醚菊酯
灭线磷
敌磺钠
杀螟硫磷
仲丁威
噁唑禾草灵
精噁唑禾草灵
甲氰菊酯
唑螨酯
倍硫磷
氰戊菊酯
氟虫腈
吡氟禾草灵
精吡氟禾草灵
氟虫脲
氟草烟
氟酰胺
氟胺氰菊酯
灭菌丹
氟磺胺草醚
地虫硫磷

fosetyl-aluminium	三乙膦酸铝
glyphosate	草甘膦
HCH	六六六
hexazinone	环嗪酮
hexythiazox	噻螨酮
hymexazol	噁霉灵
imazamox	甲氧咪草烟
imazethapyr	咪唑乙烟酸
imidacloprid	吡虫啉
imiprothrin	炔咪菊酯
iprobenfos	异稻瘟净
iprodione	异菌脲
isofenphos	异柳磷
isofenphos-methyl	甲基异柳磷
isoprocarb	异丙威
isoproturon	异丙隆
jinggangmycin	井冈霉素
lactofen	乳氟禾草灵
lindane	林丹
linuron	利谷隆
malathion	马拉硫磷
mancozeb	代森锰锌
MCPA	2 甲 4 氯
MCPA-thioethyl	2 甲 4 氯乙硫酯
mepiquat chloride	甲哌鎓
metalaxyl	甲霜灵
methamidophos	甲胺磷
methomyl	灭多威
metolachlor	异丙甲草胺
metolcarb	速灭威
metribuzin	噻草酮
metsulfuron-methyl	甲磺隆
mevinphos	速灭磷
molinate	禾草敌
monocrotophos	久效磷
monosultap	杀虫单

napropamide	敌草胺
niclosamide	杀螺胺
nicosulfuron	烟嘧磺隆
nitrofen	除草醚
omethoate	氧乐果
oxadiazon	噁草酮
oxadixyl	噁霜灵
oxyfluorfen	乙氧氟草醚
paclobutrazol	多效唑
paraquat	百草枯
parathion	对硫磷
pendimethalin	二甲戊灵
permethrin	氯菊酯
phenothrin	苯醚菊酯
phenthoate	稻丰散
phorate	甲拌磷
phosfolan	硫环磷
phoxim	辛硫磷
phthalide	四氯苯酞
piperonyl butoxide	增效醚
piperophos	哌草磷
pirimicarb	抗蚜威
pirimiphos-ethyl	啉啉磷
pirimiphos-methyl	甲基啉啉磷
plifenate	三氯杀虫酯
<i>d</i> -prallethrin	右旋炔丙菊酯
pretilachlor	丙草胺
prochloraz	咪鲜胺
prochloraz manganese chloride complex	咪鲜胺氯化锰络合物
profenofos	丙溴磷
prometryn	扑草净
propanil	敌稗
propargite	炔螨特
propiconazole	丙环唑
propoxur	残杀威
pyrazosulfuron-ethyl	吡嘧磺隆

pyridaben
pyridaphenthion
quinalphos
quinclorac
quintozene
quizalofop
quizalofop-P-ethyl
RH 5849
rimsulfuron
rotenone
semiamitraz
sethoxydim
simazine
simectryn
sulfometuron-methyl
sulfur
sulprofos
tebuconazole
tetramethrin
thiabendazole
thifensulfuron-methyl
thiobencarb
thiodicarb
thiophanate
thiophanate-methyl
thiram
tolclofos-methyl
transfluthrin
triacontanol
triadimefon
triadimenol
tri-allate
triazophos
tribenuron-methyl
trichlorfon
tricyclazole

吡蚜灵
吡啶硫磷
喹硫磷
二氯喹啉酸
五氯硝基苯
喹禾灵
精喹禾灵
抑食肼
砒啶磺隆
鱼藤酮
单甲脒
烯禾啉
西玛津
西草净
甲啉磺隆
硫磺
硫丙磷
戊唑醇
胺菊酯
噻菌灵
噻吩磺隆
禾草丹
硫双威
硫菌灵
甲基硫菌灵
福美双
甲基立枯磷
四氯苯菊酯
三十烷醇
三唑酮
三唑醇
野麦畏
三唑磷
苯磺隆
敌百虫
三环唑

triflumizole
trifluralin
valerate
vinclozolin
zineb
zinc phosphide
ziram

氟菌唑
氟乐灵
戊菊酯
乙烯菌核利
代森锌
磷化锌
褐美锌

**附录2 部分元素国际相对
原子质量表 (1999 年)***

符号	中文名	相对原子质量	符号	中文名	相对原子质量
Ag	银	107.868 2 (2)	Li	锂	6.941(2)
Al	铝	26.981 538(2)	Mg	镁	24.305 0 (6)
As	砷	74.921 60 (2)	Mn	锰	54.938 049 (9)
B	硼	10.811 (7)	Mo	钼	95.94 (1)
Ba	钡	137.327 (7)	N	氮	14.066 7 (2)
Br	溴	79.904 (1)	Na	钠	22.989 770 (2)
C	碳	12.010 7 (8)	Ni	镍	58.693 4 (2)
Ca	钙	40.078 (4)	O	氧	15.999 4 (3)
Cl	氯	35.453 (2)	P	磷	30.793 761 (2)
Co	钴	58.933 200 (9)	Pb	铅	207.2 (1)
Cr	铬	51.996 1 (6)	S	硫	32.065 (5)
Cu	铜	63.546 (3)	Se	硒	78.96 (3)
F	氟	18.998 403 2 (5)	Si	硅	28.085 5 (3)
Fe	铁	55.845 (2)	Sn	锡	118.710 (7)
H	氢	1.007 94 (7)	Ti	钛	47.867 (1)
Hg	汞	200.59 (2)	Tl	铊	204.383 3 (2)
I	碘	126.904 47 (3)	V	钒	50.941 5 (1)
K	钾	39.098 3 (1)	Zn	锌	65.39 (2)

* 相对原子质量 ($^{12}\text{C}=12$) 末位数的准确度加注在其后括弧内。

附录3 农药剂型名称及代码 (国家标准)

代码	剂型英文名称	剂型中文名称
ABA	alcohol-based aerosol	醇基气雾剂
AE	aerosol	气雾剂
AS	aqueous solution	水剂
AW	attract wick	诱芯
BA	bag	药袋
BB	block bait	饵块
BF	block formulation	块剂
BG	bait gel	胶饵
BP	powder bait	饵粉
BR	briquette	缓释剂
BRB	briquette block	缓释块
BRG	briquette granule	缓释粒
BRT	briquette tube	缓释管
CA	chalk	笔剂
CB	bait concentrate	浓饵剂
CC	cockroach coil	蟑香
CF	capsule suspension for seed treatment	种子处理微囊悬浮剂
CG	encapsulated granule	微囊粒剂
CP	contact powder	触杀粉
CS	aqueous capsule suspension	微囊悬浮剂
DC	dispersible concentrate	可分散液剂
DP	dustable powder	粉剂
DS	powder for dry seed treatment	种子处理干粉剂
DT/TB	tablet for direct application/tablet	片剂
EA	effervescent granule	泡腾粒剂
EB	effervescent tablet	泡腾片剂

代码	剂型英文名称	剂型中文名称
EC	emulsifiable concentrate	乳油
ED	electrochargeable liquid	静电喷雾液剂
EG	emulsifiable granule	乳粒剂
EO	emulsion, water in oil	油乳剂
ES	emulsion for seed treatment	种子处理乳剂
EW	emulsion, oil in water	水乳剂
FD	smoke tin	烟罐
FG	fine granule	细粒剂
FK	smoke candle	烟烛
FP	smoke cartridge	烟弹
FS	flowable concentrate for seed treatment	种子处理悬浮剂
FSC	flowable concentrate for seed coating	悬浮种衣剂
FW	smoke pellet	烟球
FR	smoke rodlet	烟棒
FO	smoke fog	烟雾剂
FT	smoke tablet	烟片
FU	smoke generator	烟剂
GA	gas	气体制剂
GB	granular bait	饵粒
GE	gas generating product	发气剂
GG	macro granule	大粒剂
GL	emulsifiable gel	乳胶
GP	flo-dust	漂浮粉剂
GR	granule	颗粒剂
GS	grease	脂膏
GW	water soluble gel	可溶胶剂
HN	hot fogging concentrate	热雾剂
KK	combi-pact solid/liquid	液固桶混剂
KL	combi-pact liquid/liquid	液液桶混剂
KN	cold fogging concentrate	冷雾剂
KP	combi-pact solid/solid	固固桶混剂

代码	剂型英文名称	剂型中文名称
LA	lacquer	涂膜剂
LS	solution for seed treatment	种子处理液剂
LTN	long-lasting insecticide treated mosquito net	驱蚊帐
LV	liquid vaporizer	电热蚊香液
MC	mosquito coil	蚊香
ME	micro-emulsion	微乳剂
MF	mulching film	药膜
MG	micro granule	微粒剂
MP	moth-proofer	防蛀剂
MPL	moth-proofer liquid	防蛀液剂
MPP	moth-proofer pellet	防蛀球剂
MPT	moth-proofer tablet	防蛀片剂
MV	vaporizing mat	电热蚊香片
OBA	oil-based aerosol	油基气雾剂
OF	oil miscible flowable concentrate	油悬浮剂
OL	oil miscible liquid	油剂
OP	oil dispersible powder	油分散粉剂
PA	paste	糊剂
PB	plate bait	饵片
PC	gel or paste concentrate	浓胶(膏)剂
PN	paint	涂抹剂
PR	plant rodlet	棒剂
PS	paste bait	饵膏
PT	pellet	球剂
PW	paint for window screen	纱窗涂剂
RA	repellent paste	驱虫膏
RB	bait	饵剂
RC	repellent cream	驱蚊霜
RE	repellent	驱避剂
RK	repellent milk	驱蚊乳
RL	repellent belt	驱虫环
RM	repellent mat	驱虫片

代码	剂型英文名称	剂型中文名称
RO	repellent lotion	驱蚊露
RP	repellent paper	驱虫纸
RQ	repellent liquid	驱蚊液
RT	repellent tape	驱虫带
RW	repellent floral water	驱蚊花露水
SB	stick bait	饵棒
SC	aqueous suspension concentrate	悬浮剂
SE	aqueous suspo-emulsion	悬乳剂
SF	spray fluid	喷射剂
SG	water soluble granule	可溶粒剂
SL	soluble concentrate	可溶液剂
SO	spreading oil	展膜油剂
SP	water soluble powder	可溶粉剂
SS	water soluble powder for seed treatment	种子处理可溶粉剂
ST	water soluble tablet	可溶片剂
SU	ultra low volume aqueous capsule suspension	超低容量微囊悬浮剂
SV	solid-liquid vaporizer	固液蚊香
TB/DT	tablet for direct application/tablet	片剂
TC	technical material	原药
TK	technical concentrate	母药
TKD	drop concentrate	滴加液
TM	tank mixture	桶混剂
TN	treatment of mosquito net	蚊帐处理剂

附录 4 常用农药分析术语缩写

缩略术语	英文释义	中文释义
A	Absorbance	吸光度
A. R.	Analytical Reagent	分析纯
AAD	Atomic Absorption Detector	原子吸收检测器
AAS	Atomic Absorption Spectrometry	原子吸收光谱
Ac	Acetate	乙酸乙酯
AC	Alternating Current	交流电
AChE	Acetylcholinesterase	乙酰胆碱酯酶
ACN	acetonitrile	乙腈
ADP	Automatic Data Processing	数据自动采集程序
AED	Atomic Emission Detector	原子发射检测器
AES	Atomic Emission Spectrometry	原子发射光谱
AFS	Atomic Fluorescence Spectrometry	原子荧光光谱
AI	Active Ingredient	有效成分
amu	Atomic Mass Unit	原子质量单位
AOAC	Association of Official Analytical Chemists	美国公职分析化学家学会
APCI	Atmospheric Pressure Chemical Ionization	大气压化学电离
API	Atmospheric Pressure Ionization	大气压电离
AUFS	Absorbance Unit Full Scale	吸收满刻度
Ave.	Average	平均值
b. p.	boil point	沸点
CAD	Computer Assistant Design	计算机辅助设计
CE	Capillary Electrophoresis	毛细管电泳
CI	Chemical Ionization	化学电离
CIPAC	Collaborative International Pesticides Analytical Council	国际农药分析协作委员会
CRM	Certified Reference Material	认证标准物质
CSP	Chiral Stationary Phase	手性固定相
D	Detective Level	检出限
DAD	Diode Array Detector	二极管阵列检测器
DC	Direct Current	直流电
dil	Dilute	稀释的

续表

缩略术语	英文释义	中文释义
DMSO	Dimethyl Sulfoxide	二甲亚砜
DP	Direct Probe	直接进样
EDTA	Ethylenediaminetetraacetic acid	乙二胺四乙酸
EI	Electron Ionization	电子轰击电离
ESI	Electron Spray Ionization	电喷雾电离
f. p.	flash point	闪点
FAB	Fast atom bombardment	快原子轰击
FAO	Food Agriculture Organization	联合国粮农组织
FI	Field Ionization	场电离
FID	Flame Ionization Detector	火焰离子化检测器
FPD	Flame Photometric Detector	火焰离子化检测器
FS	Fluorescence Spectrometry	荧光光谱法
GC/IR	Gas Chromatography/Infra-Red	气谱-红外联用仪
GC ITD	Gas Chromatography-Ion Trap Detector	气谱-离子阱质谱联用
GC-MS	Gas Chromatography-Mass Spectrometry	气质联用仪
GLC	Gas Liquid Chromatography	气液色谱
GPC	Gel Permeation Chromatography	凝胶渗透色谱
HPLC	High Pressure Liquid Chromatography	高压液相色谱
HPLC-MS	High Pressure Liquid Chromatography-Mass Spectrometry	液谱-质谱联用
IAEA	International Atomic Energy Association	国际原子能机构
IC	Ion Chromatography	离子色谱
ID	Inner Diameters	内径
IR	Infra-Red	红外
IS	Internal Standard	内标
ISO	International Standard Organization	国际标准化组织
ITD	Ion Trap Detector	离子阱
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry	国际纯粹化学和应用化学联合会
m. p.	Melt Point	熔点
m/z	Mass Charge Ratio	质荷比
MeOH	methanol	甲醇
MS/MS	Mass Spectrometry, Mass Spectrometry	二级串联质谱
MSD	Mass Selective Detector	质谱检测器
MS ⁿ	MS/MS/MS	多级串联质谱
N	Noise	噪声

续表

缩略术语	英文释义	中文释义
NHE	Normal Hydrogen Electrode	标准氢电极
NMR	Nuclear Magnetic Resonance	核磁共振
NPD	Nitrogen Phosphorus Detector	氮磷检测器
OD	Outer Diameter	外径
PFPD	Pulse Flame Photometric Detector	脉冲火焰分光光度计
pH	pH value	pH 值
PID	Photoionization Detector	光离子化检测器
ppb	Parts Per Billion	十亿分之一
ppm	Parts Per Million	百万分之一
ppt	Parts Per Tera	万亿分之一
QA	Quality Assurance	质量保证
QC	Quality Control	质量控制
QMS	Quadrupole Mass Spectrometry	四极杆质谱仪
r	Repeatability	重复性
R	Reproducibility	再现性
R_f		比移值
RF	Radio Frequency	射频
RI	Refractive Index	折光系数
S	Sensitivity	灵敏度
S/N	Signal-noise Ratio	信噪比
SDS	Sodium Dodecyl Sulfate	十二硫酸钠
SOP	Standard Operation Process	标准操作程序
SPE	Solid Phase Extractor	固相萃取
ST	Standard Sample	标样
TCD	Thermal Conductivity Detector	热导检测器
THF	tetrahydrofuran	四氢呋喃
TIC	Total Ion Chromatogram	总离子流程图
TLC	Thin Layer Chromatography	薄层色谱
TOF	Time of Flight	时间飞行
t_R	Retention Time	保留时间
UV	Ultra Violet	紫外
v. p.	vapor pressure	蒸气压
vis	Visible	可见光
WHO	World Health Organization	世界卫生组织