前　　言

本标准是对 GB 9560—88《异丙威原药》的修订。

修订后的行业标准，在内容上和形式上作如下改动：

1　增加了“前言”和“引用标准”一章；

2　在“试验方法”一章，明确了极限数值的处理采用修约值比较法，气相色谱法改为仲裁法，薄层定胺法改为常规分析法。气相色谱法部分作如下修改：固定液 OV-101 涂渍浓度由 10%改为 5%，柱长由 0.5 m 改为 1 m，载气由 H_2 改为 N_2，省去尾吹，定量方法由峰高法改为峰面积法；

3　取消“检验规则”一章，将其主要内容“抽样”和“检验规则”作为两条，分别放入“试验方法”一章的开头和结尾；

4　标题的改变：“主题内容与适用范围”改为“范围”，“技术要求”改为“要求”，“检验方法”改为“试验方法”，“包装、标志、贮存、运输”改为“标志、标签、包装、贮运”；

5　在最后一章，补充了有关“安全”和“保证期”的内容。

修订后的行业标准水平评价：

异丙威原药优等品主要技术指标达到国际先进水平。

本标准自实施之日起，代替 GB 9560—88。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准起草单位：湖南化工研究院。

本标准主要起草人：杨方斌。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2853—1997

代替 GB 9560—88

异丙威原药

Isoprocarb technical

异丙威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

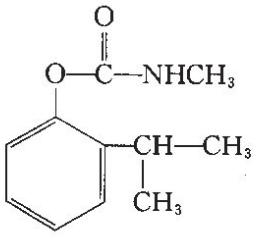
ISO 通用名称：Isoprocarb

商品名称：灭扑散、叶蝉散

CIPAC 数字代号：396

化学名称：2-异丙基苯基-*N*-甲基氨基甲酸酯

结构式：



实验式：$C_{11}H_{15}O_2N$

相对分子质量：193.2(按 1993 年国际相对原子质量计)；

生物活性：具有杀虫性能；

熔点(℃)：96～97；

沸点(℃)：128～129(2.67 kPa)；

蒸气压(25℃)：0.133 Pa；

溶解度(g/L，25℃)：丙酮 400，甲醇 125，二甲苯＜50，水中 365 mg/kg；

稳定性：在碱性和强酸中易分解，在弱酸中稳定，对光和热稳定。

1 范围

本标准规定了异丙威原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于异丙威及其生产中产生的杂质组成的异丙威原药。

2 引用标准

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

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1600—79(89) 农药水分测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—79(89) 商品农药采样方法

GB 3796—83 农药包装通则

中华人民共和国化学工业部 1997-03-11 批准

1998-01-01 实施

3 要求

3.1 外观：白色或微红色固体。

3.2 异丙威原药应符合表1要求。

表1 异丙威原药控制项目指标 %

项目		指标		
		优等品	一等品	合格品
异丙威含量	≥	98.0	95.0	90.0
游离酚(以邻异丙基酚计)含量	≤	0.1	0.5	1.0
水分	≤	0.5		1.0

4 试验方法

4.1 抽样

按照GB/T 1605中“原药采样”方法进行。用随机数表示法确定取样的包装件；最终抽样量应不少于250 g。

4.2 鉴别试验

4.2.1 薄层色谱法：试样溶液经展开得到的主斑点与同时展开的标样溶液的斑点，其R_f值应一致。展开条件为：流动相，石油醚＋乙酸乙酯＋乙醇＝80＋20＋2(V/V)；固定相，硅胶G。

4.2.2 气相色谱法：本鉴别试验可与异丙威含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液异丙威色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3 异丙威含量的测定

4.3.1 薄层定胺法

4.3.1.1 方法提要

试样经薄层层析，将异丙威与杂质分离，刮下含有异丙威的谱带，加碱蒸馏，释放出的甲胺用硼酸溶液吸收，以盐酸标准溶液进行滴定。

4.3.1.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

石油醚：沸程60～90℃；

无水乙醇；

展开剂：石油醚＋乙酸乙酯＋乙醇＝80＋20＋2(V/V)；

硅胶G：颗粒度10～40 μm；

硼酸溶液：20 g/L，每升硼酸溶液中加入1 g/L溴甲酚绿指示液10 mL，用c(HCl)＝0.05 mol/L盐酸标准滴定溶液中和到黄绿色；

氢氧化钠溶液：c(NaOH)＝1 mol/L；

盐酸标准滴定溶液，c(HCl)＝0.05 mol/L；

溴甲酚绿乙醇溶液：1 g/L。

4.3.1.3 仪器

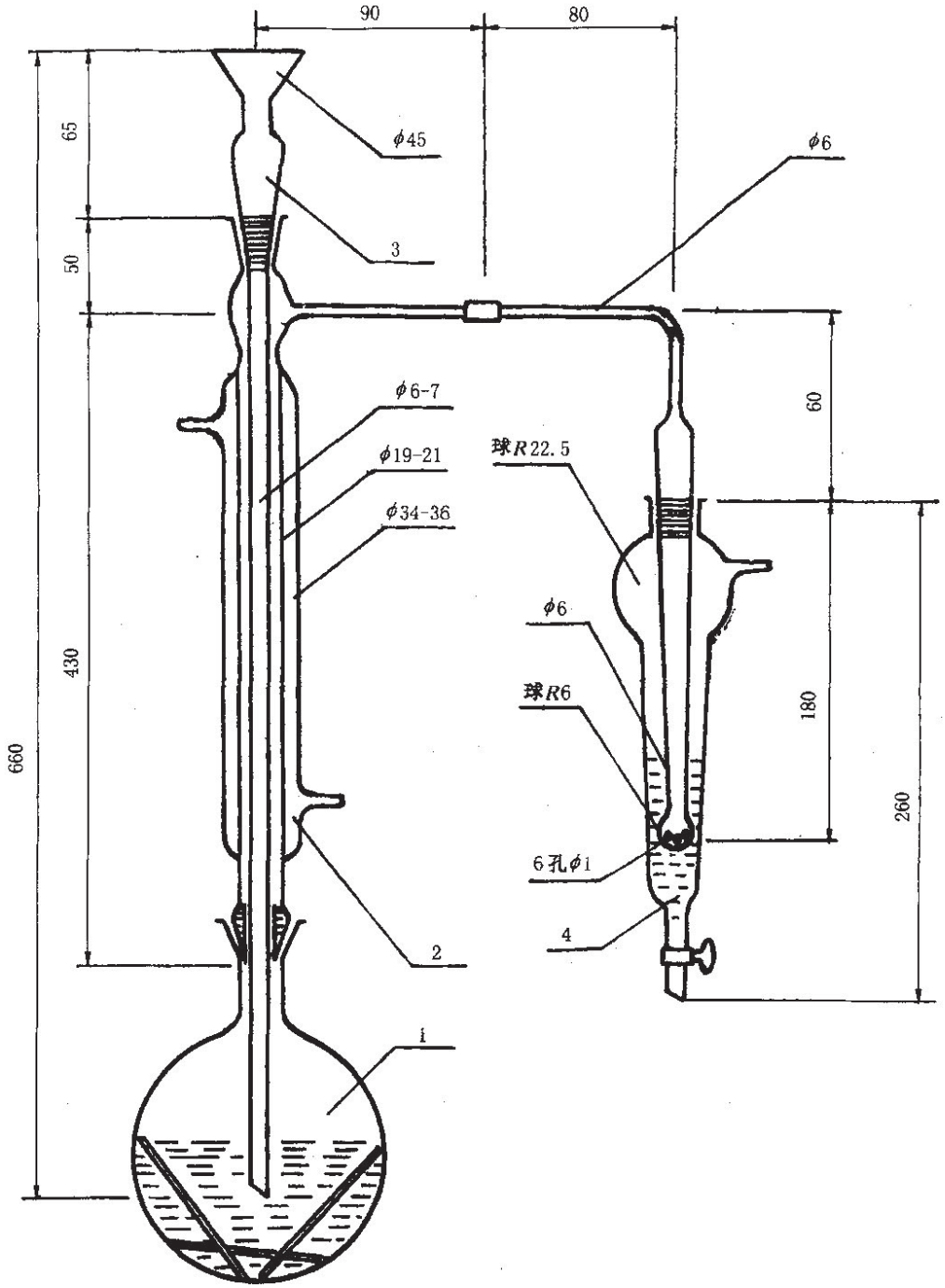
定胺蒸馏装置：如图1所示；

微量滴定管：5 mL，精度0.05 mL；

电炉：1 000 W；

层析板：20 cm×10 cm×0.3 cm平滑玻璃板；

层析缸。



1—250 mL 反应瓶；2—带支管冷凝器；3—有磨口长颈漏斗；4—吸收管

图 1　定胺蒸馏装置

4.3.1.4　测定步骤

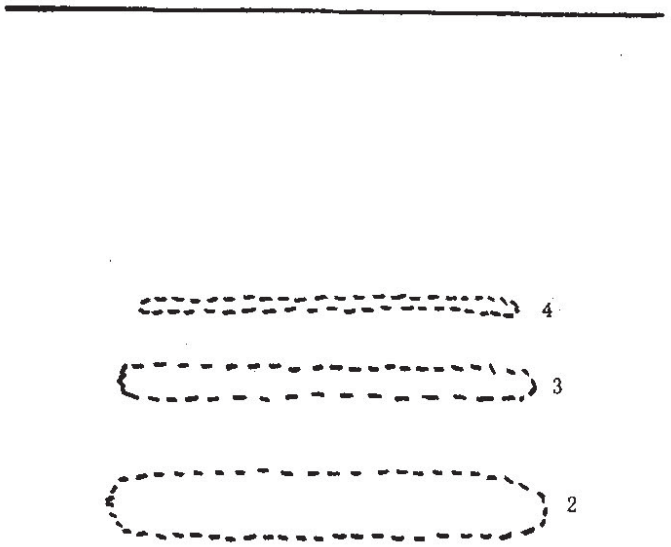
a）层析板的制备

称取 8 g 硅胶 G 置于玻璃研钵中，加 20 mL 水（按每批硅胶 G 质量适当增减）仔细研磨至均匀糊状，立即倒在洁净的层析板上，轻轻振动层析板，使硅胶在板上分布均匀且无气泡，置于水平处固化。在室温下风干后，于 100～120℃活化 1～1.5 h，停止加热稍冷后，取出并贮存于干燥器中备用。

b）薄层分离

称取异丙威原药约 0.04 g（精确至 0.000 2 g），置于小玻璃瓶中，加入约 0.5 mL 无水乙醇，轻摇使之溶解。取一块活化好的层析板，在距底边 2.5 cm，两侧各 1.5 cm 处，用毛细管将此样呈直线状全部点

于层析板上，再用约 0.2 mL 乙醇洗涤毛细管及瓶壁，将洗涤液全部点于板的同一位置上，此操作重复五次，最后一次点于原点样带下方，谱带宽约 1.5 cm。待溶剂挥发至近干，将层析板两边刮去 5 mm 宽的硅胶，然后将板直立于充满展开剂饱和蒸汽的层析缸中，层析板浸入展开剂的深度控制在 0.5～1.0 cm。当展开剂上升到约 16 cm，将层析板取出，放在通风柜内，待溶剂挥发近干，将板置于碘缸中显色，刮取异丙威谱带（典型层析图见图 2）置于圆底烧瓶中，用少量脱脂棉沾无水乙醇擦洗谱带部分的玻璃，将此棉花并入圆底烧瓶中。



1—原点；2—异丙威 R_f=0.42；3—游离酚 R_f=0.63；4—杂质；5—前沿

图 2　异丙威原药的典型层析图

c）测定

在上述圆底烧瓶中，再加毛细管和 15 mL 丙酮，摇匀后与回流冷凝管及预先加有硼酸吸收液（约 40 mL）的吸收瓶相连接，打开冷却水和水抽，调节好抽气速度（约每秒 3 个泡），从漏斗中加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液 20 mL，再加水 40 mL，加热蒸馏 50 min 后停止加热，待稍冷，打开吸收瓶的活塞，把吸收液倒入 250 mL 三角瓶中，用水洗涤吸收瓶，洗涤液也合并入三角瓶中，总体积约 100 mL。用 0.05 mol/L盐酸标准滴定溶液滴定到黄绿色即为终点。

同时做一个空白测定。

4.3.1.5　计算

用质量百分数表示的异丙威的含量 X_1 按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 0.193\,2}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1——滴定试样溶液，消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_0——滴定空白溶液，消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.193 2——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔c(HCl)=1.000 mol/L〕相当的以克表示的异丙威的质量。

4.3.1.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.7%。

4.3.2 气相色谱法(仲裁法)

4.3.2.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二甲酯为内标物，使用 5% OV-101/chromosorb G AW-DMCS 为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的异丙威进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

丙酮；

异丙威标样：已知含量，≥99.0%；

内标物：邻苯二甲酸二甲酯，应不含有干扰分析的杂质；

固定液：OV-101；

载体：chromosorb G AW-DMCS(180～250 μm)(或性能相当的其他载体)；

内标溶液：称取 2.0 g 邻苯二甲酸二甲酯于 200 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器和气化室、色谱柱全玻璃系统；

色谱数据处理机(或记录仪，满标量程 5 mV)；

色谱柱：1 m×3 mm(id)玻璃柱；

柱填充物：OV-101 涂渍在 chromosorb GAW-DMCS(180～250 μm)上，固定液：(固定液＋载体)＝5∶10(m/m)。

4.3.2.4 色谱柱的制备

a) 固定液的涂渍

准确称取 OV-101 固定液 1.0 g 于 250 mL 烧杯中，加入适量(略大于载体体积)三氯甲烷使其完全溶解，慢慢倒入 20 g 载体，轻轻振荡，使之混合均匀并使溶液挥发近干。再将烧杯于 110℃的烘箱中放置 1 h，取出放在干燥器中冷却至室温。

b) 色谱柱的填充

将一漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口，分次把制备好的填充物填入柱内，同时不断轻敲柱壁，直至填到离柱出口 1.5 cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的入口，在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉，通过橡皮管接到真空泵上，开启真空泵，继续缓缓加入填充物，并不断轻敲柱壁，使其填充得均匀紧密。填充完毕，在入口端也塞一小团玻璃棉，并适当压紧，以保持柱填充物不被移动。

c) 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连，出口端暂不接检测器，以 20 mL/min 的流量通入载气(N_2)，分阶段升温至 180℃，并在此温度下，至少老化 48 h。

4.3.2.5 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱室 150，气化室 160，检测室 160；

气体流量(mL/min)：载气(N_2)80，氢气 80，空气 1 000。

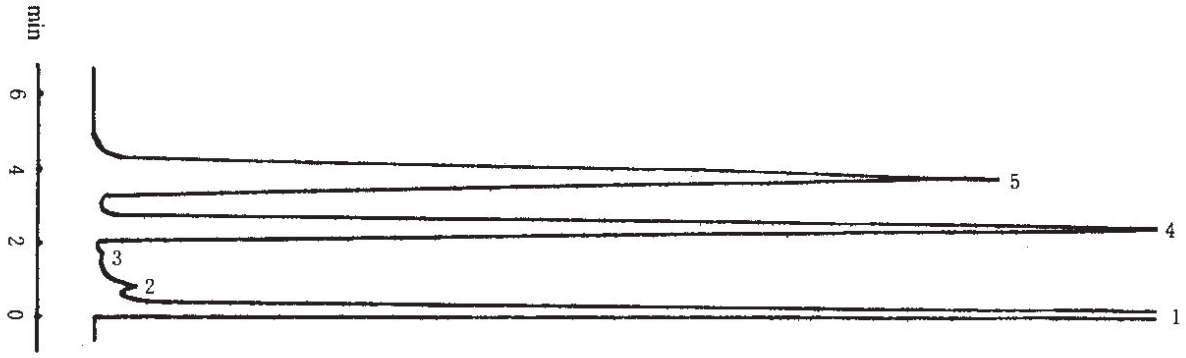
保留时间(min)：邻异丙基酚 0.8，内标物邻苯二甲酸二甲酯 2.6，异丙威 3.9(典型色谱图见图 3)。

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

4.3.2.6 测定步骤

a) 标样溶液的配制

称取异丙威标样 0.06 g(精确至 0.000 2 g)，置于 10 mL 容量瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。



1—溶剂；2—邻异丙基酚；3—杂质；4—邻苯二甲酸二甲酯；5—异丙威

图 3　异丙威原药的典型色谱图

b）试样溶液的配制

称取约含 0.06 g 异丙威的试样（精确至 0.000 2 g），置于 10 mL 容量瓶中，用配制标样溶液的同一支移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

c）测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.0%，按照标样溶液，试样溶液，试样溶液，标样溶液的顺序进行气相色谱分析。

4.3.2.7　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中异丙威与内标物峰面积之比，分别进行平均。用质量百分数表示的异丙威的含量 X_1 按式(2)计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot P}{r_1 \cdot m_2} \qquad \cdots\cdots(2)$$

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——异丙威标样的质量，g；

m_2——试样的质量，g；

P——标样中异丙威含量的质量百分数。

4.3.2.8　允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 1.6%。

4.4　游离酚含量的测定

4.4.1　方法提要

邻异丙基酚在酸性条件下与亚硝酸钠进行反应，生成亚硝基邻异丙基酚，加入甲胺乙醇溶液后形成黄色的醌型结构化合物，在波长 410 nm 处进行比色测定。

异丙威在本实验条件下不干扰测定。

4.4.2　试剂和溶液

95%乙醇；

30%甲胺水溶液或甲胺醇溶液；

亚硝酸钠溶液：1 mol/L，称取 6.9 g 置于 100 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度（限当天配制使用）；

盐酸溶液：c(HCl)=0.1 mol/L；

邻异丙基酚（已知含量，≥99.0%）标样溶液：用乙醇配制成 0.1 mg/mL 溶液。

4.4.3　仪器

分光光度计：比色皿，1 cm 厚度；

水浴锅；

25 mL 具塞比色管。

4.4.4 测定步骤

称取相当含游离酚 0.5 mg 的异丙威原药试样（精确至 0.000 2 g），置于 25 mL 容量瓶中，用 95% 乙醇溶解并稀释至刻度，吸取 1.0 mL 试液于 25 mL 比色管中（如浑浊，则加 95%乙醇 0.5 mL），加 0.1 mol/L盐酸 1.5 mL，沿壁加入亚硝酸钠溶液 2 毫升，摇动 1 min，在 22～30℃水浴锅中放置 45 min，然后加 30%甲胺溶液 0.25 mL，用水稀释至 10 mL。在波长 410 nm 处以水为参照溶液，进行吸光度测定。另取标准酚（邻异丙基酚）0.2 mL，置于 25 mL 比色管中，补加 95%乙醇 0.8 mL，以下操作与试样测定同。

同时做一个空白试验。

4.4.5 计算

用质量百分数表示的试样中游离酚的含量 X_2 按式(3)计算：

$$X_2 = \frac{25c_s \cdot V_s \cdot (A_i - A_0)}{m \cdot (A_s - A_0)} \times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：c_s——配制的酚标准溶液的浓度，mg/mL；

V_s——所取酚标准溶液的体积，mL；

m——试样的质量，mg；

A_i——试样溶液的吸光度；

A_s——标准酚溶液的吸光度；

A_0——空白溶液的吸光度。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中卡尔·费休法进行，允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.6 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 有关规定，极限数值处理采用 GB/T 1250 中修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 异丙威原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796，并应有生产许可证号和商标。

5.2 异丙威原药用衬塑料袋和塑料编织袋包装，每袋净重 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可以采用有关形式的包装，但要符合 GB 3796 的有关规定。

5.4 异丙威原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时，严防潮湿和日晒，不得与碱性物质、食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.6 安全：异丙威是一种氨基甲酸酯类杀虫剂，中等毒性。吞噬或吸入均有毒。使用本品应带防护手套、防毒面具、穿干净防护服。施药后，应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象，阿托品可以解毒，或按医嘱进行治疗。

5.7 保证期：在规定的贮运条件下，异丙威原药保证期，从生产日期算起，至少为 2 年。在保证期内，异丙威的分解率应不大于 5%。