

前 言

本标准是对 GB/T 9555—88《甲哌镱原药》的修订。

本标准修订要点如下：

- 1 本标准的修订主要是格式和文字上的改写，技术指标和分析方法基本与 GB/T 9555—88 相同。
- 2 增加了前言。
- 3 规定了极限数值的处理采用修约值比较法。
- 4 取消了检验规则一章，将其主要内容“抽样”和“检验规则”作为两条，分别放在试验方法一章的开头和结尾；
- 5 部分标题做了改变：“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、运输、贮存”改为“标志、标签、包装、贮运”。在最后一章中补充了有关“安全”和“保证期”的内容。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 9555—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：化学工业部沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：楼少巍、张丕龙。

甲哌镪原药

代替 GB/T 9555—88

Mepiquat chloride technical

甲哌镪的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

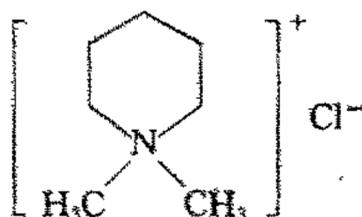
ISO 通用名称：Mepiquat chloride

商品名称：缩节安、助壮素、调节啉、壮棉素等

CIPAC 数字代号：440

化学名称：*N,N*-二甲基哌啶镪氯化物

结构式：



实验式： $C_7H_{15}NCl$

相对分子质量：149.66(按 1993 国际相对原子质量计)；

生物活性：具有植物生长调节作用；

熔点(°C)：285(分解)；

蒸气压(20°C)： $<1 \times 10^{-5}$ Pa；

溶解度(g/L, 20°C)：水 $>1\ 000$ ，乙醇 162，三氯甲烷 11，丙酮 <1 ，乙醚 <1 ，环己烷 <1 ，乙酸乙酯 <1 ，橄榄油 <1 ；

稳定性：甲哌镪的稳定性很好，常温下放置两年，有效成分含量基本不变。

1 范围

本标准规定了甲哌镪原药的要求、试验方法以及标志、标志、包装、贮运。

本标准适用于由甲哌镪及其生产中产生的杂质组成的甲哌镪原药。

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 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

3 要求

3.1 外观：白色或微黄色晶体。

3.2 甲哌酮原药应符合表 1 要求。

表 1 甲哌酮原药控制项目指标

%

项 目	指 标	
	一等品	合格品
甲哌酮含量 \geq	98.0	96.0
N-甲基哌啶盐酸盐含量 \leq	0.5	1.5

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中“固体状态的采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件数；最终抽样量应不少于 250 g。

4.2 鉴别试验

试样的鉴别可用纸层色谱法进行：用 18 cm×15 cm 快速层析滤纸新华 3 号（或性能相当的滤纸），以三氯甲烷+甲醇+氨水=6+4+1(V/V)作展开剂，点试样溶液，同时用甲哌酮标样作参比，经展开得到的某一斑点与对照的标样溶液同时展开的斑点，其 R_f 值应一致。

4.3 甲哌酮及 N-甲基哌啶盐酸盐含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用水溶解，甲哌酮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，测定甲基哌啶盐酸盐的含量，计算甲哌酮的含量。

4.3.2 试剂和溶液

- 硝酸；
- 甲苯；
- 无水甲醇；
- 丙酮；
- 氧化银；
- 苯甲酸；
- 异丙醇；
- N,N-二甲基甲酰胺；
- 四丁基碘化铵；
- 结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$): 200 g/L；
- 四苯硼钠: 20 g/L, 新配制, 经过滤；
- 百里酚蓝指示液: 3 g/L 甲醇溶液；
- 硝酸银溶液: 17 g/L；

四丁基氢氧化铵标准滴定溶液: $c[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}] = 0.1 \text{ mol/L}$ ；配制和标定方法如下：

称取四丁基碘化铵 40 g（精确至 0.000 2 g），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 无水甲醇，振摇使试样溶解，加入 20 g 氧化银，盖上塞子，振摇 1 h，离心，取 2 滴清液置于点滴板，加 2 滴 17 g/L 的硝酸银溶液，如生成黄色沉淀，加 2 滴浓硝酸，沉淀溶解，说明有碘离子；应再加入 2 g 氧化银，盖上塞子，振摇 30 min，重复上述检查，直至上层清液不再生成沉淀。吸取上层清液置于 1 000 mL 容量瓶中，将原容器和沉淀物用甲苯洗涤 3 次，每次 50 mL，洗液经离心后上层清液并入容量瓶中，用甲苯定容，充氮气，密塞保存。如析出碘化银或氧化银沉淀，应立即分离出上层清液。

标定：称取 0.3 g 苯甲酸基准物（精确至 0.000 2 g），置于一个 50 mL 容量瓶中，用二甲基甲酰胺溶

解并稀释至刻度, 密塞摇匀。用移液管吸取 10 mL 苯甲酸溶液, 置于一个 150 mL 碘量瓶中, 滴加 3 滴百里酚蓝指示液, 振摇, 用新配制的四丁基氢氧化铵标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。同时作空白测定。

四丁基氢氧化铵标准滴定溶液浓度 $c[(C_4H_9)_4NOH]$, 以 mol/L 表示按式(1)计算

$$c = \frac{m \times \frac{1}{5}}{(V_1 - V_0) \times \frac{122.1}{1000}} = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.6105} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定苯甲酸溶液, 消耗四丁基氢氧化铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液, 消耗四丁基氢氧化铵标准滴定溶液的体积, mL;

m ——苯甲酸的质量, g;

122.1——苯甲酸的相对分子质量。

四丁基氢氧化铵标准滴定溶液, $c[(C_4H_9)_4NOH]=0.02$ mol/L; 配制方法如下:

吸取上述标定过的 0.1 mol/L 四丁基氢氧化铵标准滴定溶液 20 mL, 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 甲醇, 再用甲苯稀释至刻度, 摇匀, 该溶液应每周更换一次。

4.3.3 仪器

抽滤装置一套;

微量滴定管: 容量 10 mL, 最小分度 0.05 mL, 附 250 mL 贮液瓶;

玻璃砂芯漏斗: G4, 40 mL。

4.3.4 测定步骤

称取甲哌喹原药 1.5~2 g (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。用移液管吸取 10 mL 试样溶液, 置于 150 mL 烧杯中, 加 40 mL 水和 1 滴结晶氯化铝溶液, 摇匀, 加入 50 mL 四苯硼钠溶液, 搅拌均匀, 静置 30 min, 使其沉淀完全。用已恒重的玻璃砂芯漏斗进行减压过滤, 用 40~50 mL 水洗涤沉淀, 在 105℃ 烘箱中烘干至恒重, 称量。

将玻璃砂芯漏斗中的沉淀, 用 10 mL 二甲基甲酰胺小心溶解并转移至 150 mL 锥形瓶中, 用 30 mL 丙酮洗涤, 加 20 mL 异丙醇, 3 滴百里酚蓝指示液, 用 0.02 mol/L 四丁基氢氧化铵标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。同时作空白测定。

4.3.5 计算

以质量百分数表示的甲哌喹含量 X_1 , 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 149.66}{m \times 433.5 \times \frac{1}{10}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 345.2}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

以质量百分数表示的 *N*-甲基哌啶盐酸盐含量 X_2 , 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 135.66}{m \times 1000 \times \frac{1}{10}} \times 100 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 135.66}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——四丁基氢氧化铵标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样溶液, 消耗四丁基氢氧化铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液, 消耗四丁基氢氧化铵标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——甲哌喹和 *N*-甲基哌啶盐酸盐的四苯硼络合物的质量, g;

m_2 ——*N*-甲基哌啶盐酸盐的四苯硼络合物的质量, g; 可按式(4)计算:

$$m_2 = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 419.5}{1000} \quad \dots\dots\dots(4)$$

m ——试样的质量, g;

433.5——甲哌喹的四苯硼络合物相对分子质量;

419.5——*N*-甲基哌啶盐酸盐的四苯硼络合物相对分子质量。

4.3.6 允许差

甲哌镭含量的两次平行测定结果之差,应不大于1.0%。

4.4 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604有关规定,极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 甲哌镭原药的标志、标签和包装,应符合GB 3796的有关规定,并应有生产许可证号和商标。

5.2 甲哌镭原药可采用玻璃瓶或塑料瓶包装,每瓶5g或10g,要求密封防潮。外包装采用钙塑箱或硬纸箱,每箱净重不超过15kg。

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

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

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

5.6 安全:甲哌镭为低毒、不燃、无腐蚀,属低毒类农药。甲哌镭对呼吸道、皮肤、眼睛无刺激,对鱼、鸟和蜜蜂无毒。如发生中毒,应作胃肠清洗。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,甲哌镭原药的保证期,从生产日期算起,为2年。
