

## 前 言

本标准是对 GB 9554—88《250 g/L 甲哌磷水剂》的修订。

修订后的行业标准,在内容和形式上作了如下改动:

- 1 增加了“前言”;
- 2 在产品指标控制项目表中,含量指标增加温度规定;
- 3 取消了检验规则一章,将其主要内容“抽样”和“验收规则”作为两条,分别放入试验方法一章的开头和结尾;
- 4 明确了极限数值的处理,采用修约值比较法;
- 5 关于标题的改变,“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”;
- 6 在最后一章,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 9554—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:青岛农药厂。

本标准主要起草人:吴新敏、张志均、邓峻、林晖。

# 中华人民共和国化工行业标准

HG 2857—1997

## 250 g/L 甲哌鎓水剂

代替 GB 9554—88

250 g/L Mepiquat chloride aqueous solution

该产品有效成分甲哌鎓的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

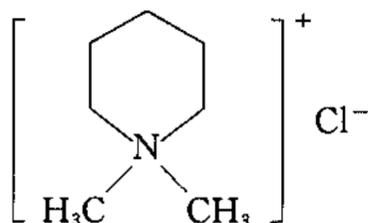
ISO 通用名称：Mepiquat chloride

商品名称：助壮素、甲哌鎓缩节胺、调节啉、壮棉素等

CIPAC 数字代号：440

化学名称：*N,N*-二甲基哌啶鎓氯化物

结构式：



实验式： $C_7H_{16}NCl$

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/100 g, 20°C)：水  $>100$ ，乙醚  $<0.1$ ，丙酮  $<0.1$ ，乙醇 16.2，氯仿 1.1，乙酸乙酯  $<0.1$ ，环己烷  $<0.1$ ，橄榄油  $<0.1$ ；

稳定性：本产品的稳定性很好，常温下放置 2 年，有效成分含量基本不变。

### 1 范围

本标准规定了 250 g/L 甲哌鎓水剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于六氢吡啶与氯甲烷在缚酸剂存在下，一步合成 *N,N*-二甲基哌啶鎓氯化物后而配制成的水剂。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方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 1601—93 农药 pH 值的测定方法

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 3050—82(88) 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法电位滴定法

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:浅黄或黄色液体。

3.2 250 g/L 甲哌磷水剂应符合表 1 要求。

表 1 甲哌磷水剂控制项目指标

项 目	指 标
甲哌磷含量, g/L(20℃) $\geq$	250
氯化钠含量, g/L(20℃) $\leq$	110
有机氯化物含量(以 <i>N</i> -甲基哌啶盐酸盐计), g/L(20℃) $\leq$	6.0
pH 值范围	6.5~7.5

### 4 试验方法

#### 4.1 抽样

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

#### 4.2 鉴别试验

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑时,至少要用另外一种方法进行鉴别。

纸层析法:本鉴别试验可与甲哌磷含量的测定同时进行。试样溶液经展开得到的斑点与同时展开的标准溶液的斑点,其  $R_f$  值应一致。

#### 4.3 甲哌磷含量的测定

##### 4.3.1 方法提要

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分的含量。

##### 4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

甲醇;

氨水;

水:不含氯离子;

硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3)=3 \text{ mol/L}$ ;

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ,  $c(\text{AgNO}_3)=0.015 \text{ mol/L}$ ,按 GB/T 601 中规定方法配制。

##### 4.3.3 仪器:

酸度计;

银电极:216 型(接负极);

甘汞电极:217 型(接正极);

磁力搅拌器;

玻璃层析缸:205 mm×230 mm×75 mm;

红外灯:250 W;

快速层析滤纸:新华 3 号(或相当性能型号);

微量进样器:100  $\mu\text{L}$ ;

烧杯:150 mL;

棕色酸式滴定管:25 mL;

移液管:10 mL;  
容量瓶:250 mL;  
医用剪刀、镊子;  
中楷毛笔;  
恒温水浴。

#### 4.3.4 测定步骤

##### 4.3.4.1 层析纸的制备

将层析纸按直纹方向剪裁成长 18 cm、宽 15 cm 大小,用铅笔在离下沿 2.0 cm、两边各 3.0 cm 处轻轻划一条长 9 cm 的点样线,并在距下沿 2.0 cm、两边各 0.5 cm 处各画一点作为定性用点样的位置。

##### 4.3.4.2 磁性展开剂的配制

三氯甲烷+甲醇+氨水=6+4+1(V/V)用前现配制。

##### 4.3.4.3 总氯含量的测定

在 20℃±2℃ 温度下,用移液管准确吸取 10 mL 甲哌镭试样,置于 250 mL 容量瓶中,加水稀释到刻度,摇匀。用另一支移液管,准确吸取 10 mL 甲哌镭溶液,置于 150 mL 烧杯中,加水 50 mL、4 滴 3 mol/L 硝酸,在电磁搅拌器上搅拌,插入银-甘汞电极,用 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,记录每次所加的毫升数和酸度计所示的毫伏变化数,求得  $\Delta mV/\Delta mL$  最大值,即为滴定终点。同时作一空白测定。

##### 4.3.4.4 测定

用微量进样器吸取 100  $\mu$ L 甲哌镭试样,点在已准备好的层析纸的点样线上,在红外灯下,边点样边烘干,分数次点完。为了确定展开后组份的位置,另取 5  $\mu$ L 甲哌镭试样在两边小点处各点样 4~5 滴。同法再点样一张。待干后,将两张滤纸平行放入盛有碱性展开剂的层析缸中,缸内展开剂的量以能浸到滤纸下方 1.0 cm 为宜,上行展开到 14 cm 处,将滤纸取出,用夹子夹住滤纸上端,挂起凉干(约需 5 min),取下滤纸,用毛笔蘸 0.015 mol/L 硝酸银标准溶液在滤纸两边自上而下抹一条 0.8 cm 宽的显色带,再用一张滤纸蔽光,在红外灯下将显色带烘干,此时层析滤纸两边应呈现二组对称的灰白色斑点(见图 1),将上下两斑点之间的空白处两等分,沿着两边斑点的内侧与等分线将定量部分滤纸剪成两半(如图 1 虚线框所示),上部滤纸含甲哌镭,下部含氯化钠与有机氯化物杂质(见图 2)。将上、下部滤纸分别剪成大约 (0.5×0.5) cm<sup>2</sup> 的碎片分别置于 150 mL 烧杯中,各加 50 mL 水、4 滴 3 mol/L 硝酸,置于电磁搅拌器上充分搅拌 1 min,插入银-甘汞电极,用 0.015 mol/L 硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,记录每次所加的毫升数和酸度计所示的毫伏变化数,求得  $-\Delta mV/\Delta mL$  最大值,即为滴定终点。同时剪一张同样大小的滤纸作一空白测定。

#### 4.3.5 计算

总氯含量  $X$ (g/L)按式(1)计算:

$$X = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 0.03545}{10 \times \frac{10}{250}} \times 1000 = c(V_1 - V_0) \times 88.63 \quad \dots\dots\dots(1)$$

甲哌镭含量  $X_1$ (g/L)按式(2)计算:

$$X_1 = X \frac{A_1}{A_1 + A_2} \times \frac{149.66}{35.45} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——滴定试样溶液,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白溶液,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$A_1$ ——碱性展开剂展开时,滴定上部滤纸溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积(已扣除空白测定所耗), mL;

$A_2$ ——碱性展开剂展开时, 滴定下部滤纸溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积(已扣除空白测定所耗), mL;

0.035 45——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液( $c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$ )相当的以克表示的氯的质量。

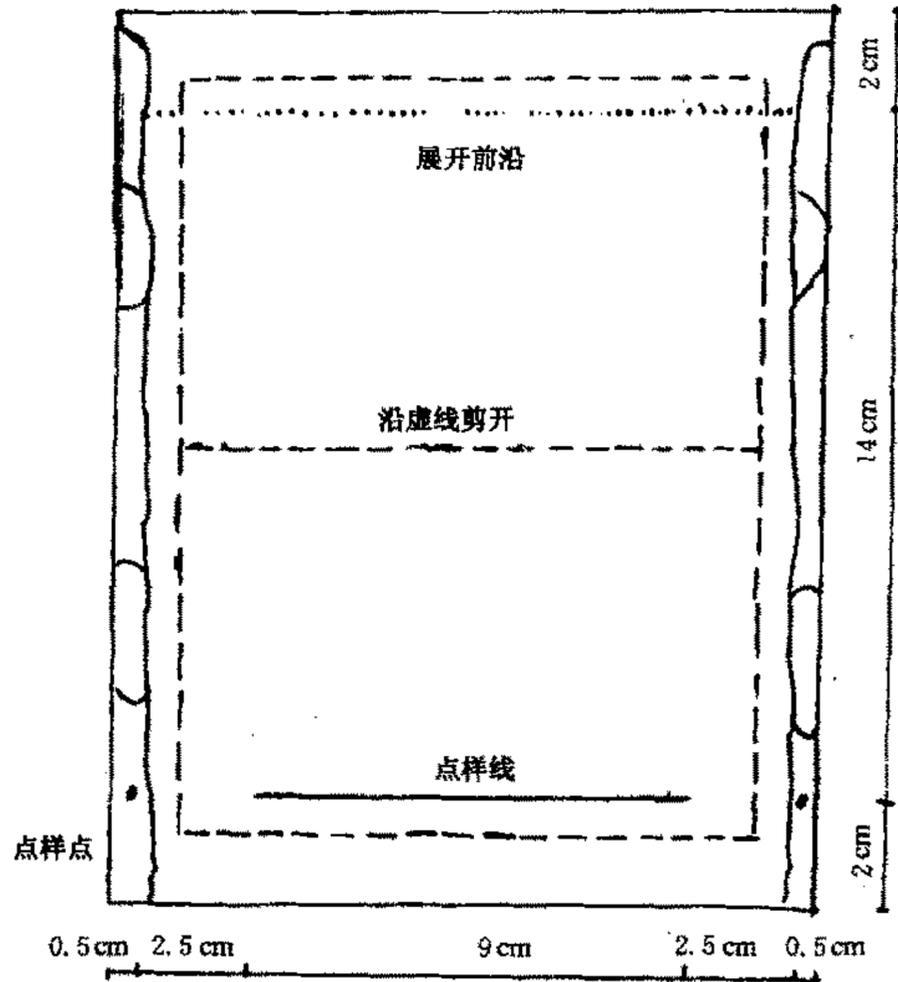


图 1

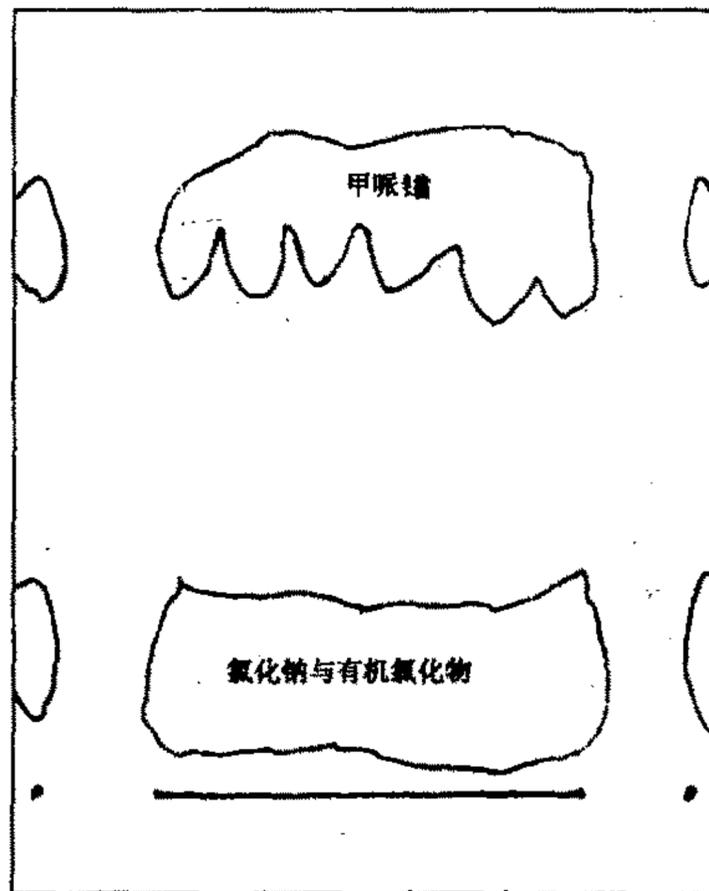


图 2 碱性展开样板图

#### 4.3.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差值应在 3 g/L 以内。

## 4.4 氯化钠及有机氯化物含量的测定

试剂、溶液、仪器及层析纸的制备同 4.3。

## 4.4.1 中性展开剂的配制

三氯甲烷+甲醇+水=6+4+1(V/V)用前现配制。

## 4.4.2 测定

测定步骤同 4.3.4.4。在中性展开剂中展开后,上半部滤纸含甲哌鎗及有机氯化物,下半部滤纸含氯化钠。

## 4.4.3 计算

氯化钠含量  $X_2$ (g/L)按式(3)计算:

$$X_2 = X \frac{B_2}{B_1 + B_2} \times \frac{58.4}{35.45} (\text{g/L}) \quad \dots\dots\dots(3)$$

有机氯化物含量  $X_3$ (g/L)按式(4)计算:

$$X_3 = X \left( \frac{B_1}{B_1 + B_2} - \frac{A_1}{A_1 + A_2} \right) \times \frac{135.66}{35.45} (\text{g/L}) \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $B_1$ ——中性展开剂展开时,滴定上半部滤纸溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积(已扣除空白测定所耗),mL;

$B_2$ ——中性展开剂展开时,滴定下半部滤纸溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积(已扣除空白测定所耗),mL;

135.66——N-甲基哌啶盐酸盐相对分子质量;

58.4——氯化钠的相对分子质量;

35.45——氯的相对原子质量。

## 4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 4.6 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 有关规定,极限数值处理采用修约值比较法。

## 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 250 g/L 甲哌鎗水剂的标志、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。

5.2 250 g/L 甲哌鎗水剂内包装采用聚乙烯塑料瓶或玻璃瓶,外包装采用纸箱或钙塑箱。

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 包装件应存放在通风、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:250 g/L 甲哌鎗水剂是一种植物生长调节剂,低毒、不燃、无腐蚀。使用时应避免吸入药雾和长时间同皮肤接触,避免和眼睛接触。万一发生误食,应请医生对症处理。按规定量使用,对蜜蜂无药害。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,250 g/L 甲哌鎗水剂的保证期从生产日期算起为 2 年。