

ICS 65.100
G 25
备案号:10937—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3283—2002
代替 HG 3283—1975(1983)

矮壮素水剂

Chlormequat-chloride Aqueous Solution

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准代替强制性化工行业标准 HG 3283—1975(1983)《矮壮素水剂》。

本标准与 HG 3283—1975(1983)的主要差异如下:

——增加了“引用标准”。

——增加了“1,2-二氯乙烷质量分数”、“水不溶物质量分数”、“稀释稳定性”、“低温稳定性”、“热贮稳定性”指标的控制,取消了“比重”指标。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:河南省安阳市全丰农药厂、河北省黄骅市鸿承企业有限公司。

本标准主要起草人:许来威、张雪冰、徐雪松、张明月、孙云增。

本标准于1975年10月1日首次发布,1983年确认。

本标准为第1次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

矮壮素水剂

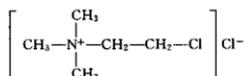
该产品有效成分矮壮素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Chlormequat-chloride

CIPAC 数字代号：143

化学名称：2-氯乙基三甲基氯化铵

结构式：



实验式： $\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$

相对分子质量：158.1(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性：调节植物生长

蒸气压(20℃)：小于 10 μPa

熔点：245℃(同时分解)

沸点：125℃(66.66mPa)

溶解度(g/kg, 20℃)：水中大于 1000、乙醇中 320、甲醇中 50、丙酮中 0.2、三氯甲烷中 0.3、乙酸乙酯中 < 0.01, 不溶于醚和烃类

稳定性：极易吸水，水溶液在 50℃ 的稳定性大于二年，在土壤中能 被酶快速降解。对未做保护的金属有腐蚀性

1 范围

本标准规定了矮壮素水剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的矮壮素原药与适当的助剂、水制得的矮壮素水剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 外观：浅黄色至黄棕色均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 矮壮素水剂控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 矮壮素水剂控制项目指标

项 目	指 标
矮壮素的质量分数, %	50.0 \pm 1.0
pH 值范围	3.5~7.5
1,2-二氯乙烷的质量分数, %	\leq 0.5
水不溶物的质量分数, %	\leq 0.2
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格
低温稳定性*	合格
热贮稳定性*	合格
* 正常生产时,低温稳定性、热贮稳定性,每三个月至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605 中“液体制剂采样”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 200 mL。

4.2 鉴别试验

薄层色谱法:在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一斑点的 R_f 值与标样溶液主斑点的 R_f 值,其相对差值应在 1.5% 以内。[固定相:硅胶 G;流动相:0.1 mol/L 碘化钠乙腈溶液;溶样溶剂:甲醇;显色剂:德拉根夫试剂,即(1.7 g 碱式硝酸铋+40 g 碘化钾+220 mL 冰醋酸)/L 水溶液]。

4.3 矮壮素质量分数的测定

4.3.1 方法原理

试样经乙酸乙酯萃取出 1,2-二氯乙烷后,矮壮素质量分数用测定有机氯的量计算。有机氯的量等于水解后测得的总氯的量与水解前测得的游离氯的量之差。滴定溶液为硝酸银标准滴定溶液。

4.3.2 试剂和溶液

乙醇。

乙酸乙酯。

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

氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/L}$ 。

氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

硝酸水溶液:1+3。

二氯荧光黄指示剂:2 g/L 乙醇溶液。

酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

淀粉指示剂:10 g/L 水溶液。

4.3.3 测定步骤

4.3.3.1 试样溶液的制备

准确称取试样 1.6 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 试管中,加入 5 mL 乙酸乙酯振荡萃取 5 min,静置分层后,用吸管尽量吸出有机相(弃去);再按上述方法重复萃取一次。用 40 mL 水分三次将试样全部转移至 100 mL 容量瓶中,定容、摇匀。

4.3.3.2 游离氯的测定

准确吸取 25 mL 试样溶液于 250 mL 三角瓶中,加入 15 mL 水、3 滴二氯荧光黄指示剂和 10 mL 淀粉指示剂,立即用硝酸银标准滴定溶液滴定至刚刚出现粉红色即为终点。

4.3.3.3 总氮的测定

准确吸取 25 mL 试样溶液于 250 mL 磨口三角瓶中,加入 15 mL 的 2 mol/L 氢氧化钠溶液,装上回流冷凝器,在电热套上加热回流。15 min(从沸腾开始计)后,用水冲洗冷凝器及三角瓶内壁,冷却至室温,加入 1 滴酚酞指示剂,用硝酸溶液和 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调至中性或偏酸性,加入 3 滴二氯荧光黄指示剂和 10 mL 淀粉指示剂,立即用硝酸银标准滴定溶液滴定至刚刚出现粉红色即为终点。

4.3.4 计算

试样中矮壮素的质量分数 $w_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.1581}{m \times \frac{25.0}{100.00}} \times 100 = \frac{c(V_2 - V_1)}{m} \times 63.24 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定游离氯时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定总氯时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.1581——矮壮素的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

4.3.5 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%。取算术平均值作为测定结果。

4.4 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行,量取 100 mL 试样,不加水直接测定。

4.5 1,2-二氯乙烷质量分数的测定

4.5.1 仪器

气相色谱仪;具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱:2 m×4.0 mm(id)玻璃柱或不锈钢柱。

填充物:3%聚乙二醇 20 000/Gas Chrom Q(或相当性能的载体),150 μm~180 μm。

色谱数据处理机。

微量进样器:10 μL。

4.5.2 试剂和溶液

二氯甲烷。

1,2-二氯乙烷标样:已知质量分数大于等于 99.5%。

4.5.3 色谱柱的制备

4.5.3.1 固定液的涂渍

准确称取 0.3 g 聚乙二醇 20 000 固定液于 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,倒入 9.7 g 载体,轻轻振动,使之混合均匀并使溶剂挥发近干,再将烧杯放入 90℃ 的烘箱中干燥 1 h,取出放在干燥器中冷却至室温。

4.5.3.2 色谱柱的填充

将一小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。将漏斗移至多谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡皮管连接到真空泵上,开启真空泵,继续缓缓加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充的均匀紧密。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。

4.5.3.3 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(N₂),分阶段升温至 210℃,并在此温度下老化 48 h。待色谱柱老化完毕,将柱出口端与检测器相连。

4.5.4 气相色谱操作条件

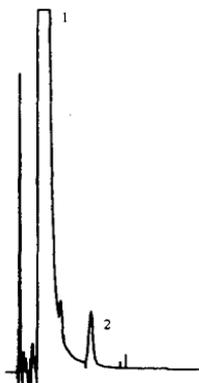
温度(℃):柱室 60、气化室 200、检测室 200。

气体流量(mL/min):载气(N₂)15、氢气 30、空气 300。

进样体积(μL):2.0。

保留时间(min):1,2-二氯乙烷约 8.5。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的矮壮素水剂中 1,2-二氯乙烷的气相色谱图见图 1。



1—二氯甲烷;2—1,2-二氯乙烷

图 1 矮壮素水剂中 1,2-二氯乙烷气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 1,2-二氯乙烷 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容、摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取 20.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 125 mL 分液漏斗中,用 70 mL 二氯甲烷分 4 次萃取,萃取液一并放入另一 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容、摇匀。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针 1,2-二氯乙烷的峰面积相对变化小于 5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。

4.5.6 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 1,2-二氯乙烷的峰面积分别进行平均。

1,2-二氯乙烷的质量分数 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中 1,2-二氯乙烷峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中 1,2-二氯乙烷峰面积的平均值;

m_1 ——1,2-二氯乙烷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

P ——1,2-二氯乙烷标样中 1,2-二氯乙烷的质量分数,以%表示。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于0.1%。取算术平均值作为测定结果。

4.6 水不溶物质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用水溶解,将所有不溶物滤出,干燥并称量。

4.6.2 仪器

称量瓶。

烧结玻璃坩埚;G3。

烘箱;105℃±2℃。

布氏抽滤瓶;100 mL。

4.6.3 测定步骤

将烧结玻璃坩埚放入105℃±2℃的烘箱中干燥至恒重(精确至0.000 2 g)。准确称取20 g试样(精确至0.01 g),用200 mL水淋洗到量筒中,盖上塞子,猛烈振荡,使可溶物全部溶解。将此溶液经烧结玻璃坩埚抽滤,用蒸馏水洗涤坩埚中的残留物,每次用25 mL,共洗三次。置烧结玻璃坩埚及残留物于105℃±2℃的烘箱中干燥至恒重(精确至0.000 2 g)。

4.6.4 计算

试样中水不溶物的质量分数 w_3 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——烧结玻璃坩埚与残留物恒重后的质量,单位为克(g);

m_0 ——烧结玻璃坩埚恒重后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6.5 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于0.01%。取算术平均值作为测定结果。

4.7 稀释稳定性的试验

4.7.1 试剂和仪器

标准硬水;342 mg/L,按 GB/T 1603 中相应方法配制。

量筒;100 mL。

恒温水浴;30℃±1℃。

移液管;5 mL。

4.7.2 试验步骤

用移液管吸取5 mL试样,置于100 mL量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀。将此量筒放入30℃±1℃的恒温水浴中,静置1 h。如稀释液均一、无析出物为合格。

4.8 低温稳定性试验

4.8.1 方法提要

试样在0℃保持1 h,记录有无固体和油状物析出。继续在0℃贮存7 d,离心,将固体析出物沉降,记录其体积。

4.8.2 仪器

制冷器;保持0℃±2℃。

离心管;100 mL,管底刻度精度至0.05 mL。

离心机;与离心管配套。

4.8.3 试验步骤

取 100 mL \pm 1.0 mL 试样加入离心管中,在制冷器中冷却至 $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,让离心管及内容物在 $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌一次,每次 15 s,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 $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 继续放置 7 d。7 d 后,将离心管取出,在室温(不超 20°C)下静置 3 h,离心分离 15 min(管子顶部相对离心力为 $500\text{ g} \sim 600\text{ g}$,g 为重力加速度)。记录管子底部离析物的体积(精确至 0.05 mL)。离析物不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

4.9.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴); $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

安瓿(或 54°C 仍能密封的具塞玻璃瓶)。

医用注射器;50 mL。

4.9.2 试验步骤

用注射器将约 30 mL 试样注入洁净的安瓿中(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中致冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发),至少封三瓶,分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内,再将金属容器放入恒温箱(或恒温水浴)中,放置 14 d。取出凉至室温,将安瓿外面拭净分别称量,质量未发生变化的试样,于 24 h 内对矮壮素质量分数进行测定。热贮后,矮壮素质量分数允许降至热贮前测得质量分数的 95%。

4.10 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 矮壮素水剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 矮壮素水剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.3 贮运时,严防日晒,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。

5.4 安全:本品为低毒制剂,可通过皮肤渗入,使用本品应带防护手套、口罩、穿干净防护服。使用后,应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,应及时去医院检查治疗。

5.5 保证期:在规定的贮存、运输条件下,矮壮素水剂的保证期,从生产日期算起为二年。