

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 65382—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5446—2018

苦参碱可溶液剂

Matrine soluble concentrates

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC133) 归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：北京三浦百草绿色植物制剂有限公司、内蒙古帅旗生物科技股份有限公司、赤峰中农大生化科技有限责任公司、南通神雨绿色药业有限公司、内蒙古清源保生物科技有限公司。

本标准主要起草人：王博、张雪冰、杜贵生、杨玉刚、李彩瑞、肖丽、魏凤彪。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是标注的引用文件，仅注日期版的适用于本文件。凡是不标注日期版的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1061 农药—术语和定义

GB/T 1604 农药包装标志通则

GB/T 1606—2001 农药—术语和定义

GB 2708 农药包装标志

GB/T 5082—2008 农药包装标志—术语和定义

GB/T 3176—2006 农药包装标志—术语和定义

GB/T 14825 农药包装标志—术语和定义

GB/T 19135—2003 农药包装标志—术语和定义

GB/T 19137—2003 农药包装标志—术语和定义

GB/T 23197 农药包装标志—术语和定义

3 附录

3.1 附录 A

附录 A 为规范性附录，是农药包装标志。

3.2 附录 B

附录 B 为规范性附录，是农药包装标志。

苦参碱可溶液剂

1 范围

本标准规定了苦参碱可溶液剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由苦参碱母药和助剂溶解在水或适宜的水溶性有机溶剂中加工成的苦参碱可溶液剂。

注：苦参碱的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825 农药悬浮率测定方法
- GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 外观

应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

苦参碱可溶液剂还应符合表 1 的要求。

表 1 苦参碱可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标				
	0.3 %	0.5 %	1.0 %	1.5 %	2.0 %
苦参碱质量分数/%	0.30 ^{+0.04} _{-0.04}	0.50 ^{+0.07} _{-0.07}	1.0 ^{+0.1} _{-0.1}	1.5 ^{+0.2} _{-0.2}	2.0 ^{+0.2} _{-0.2}
持久起泡性 (1 min 后泡沫量)/mL	≤ 60				
pH 范围	5.0~8.0				
稀释稳定性 (20 倍)	合格				
低温稳定性 ^a	合格				
热贮稳定性 ^a	合格				
^a 正常生产时, 低温稳定性试验和热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。					

4 试验方法

4.1 警示

使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施, 并保证符合国家有关法规的规定。

4.2 一般规定

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/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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。

4.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与苦参碱质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中苦参碱的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.5 苦参碱质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+磷酸氢二钠水溶液为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (波长 215 nm) 对试样中的苦参碱进行反相高效液相色谱分离, 以外标法定量。也可采用气相色谱法测定, 色谱条件参见附录 B。当发生质量争议时, 以液相色谱法为仲裁方法。

4.5.2 试剂和溶液

- 甲醇: 色谱纯。
- 水: 超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸氢二钠。

磷酸氢二钠水溶液：称取 4 g 磷酸氢二钠于 1 000 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。

苦参碱标样：已知苦参碱质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

定量进样管：10 μL 。

微量进样器：50 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：磷酸氢二钠水溶液)=50：50，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

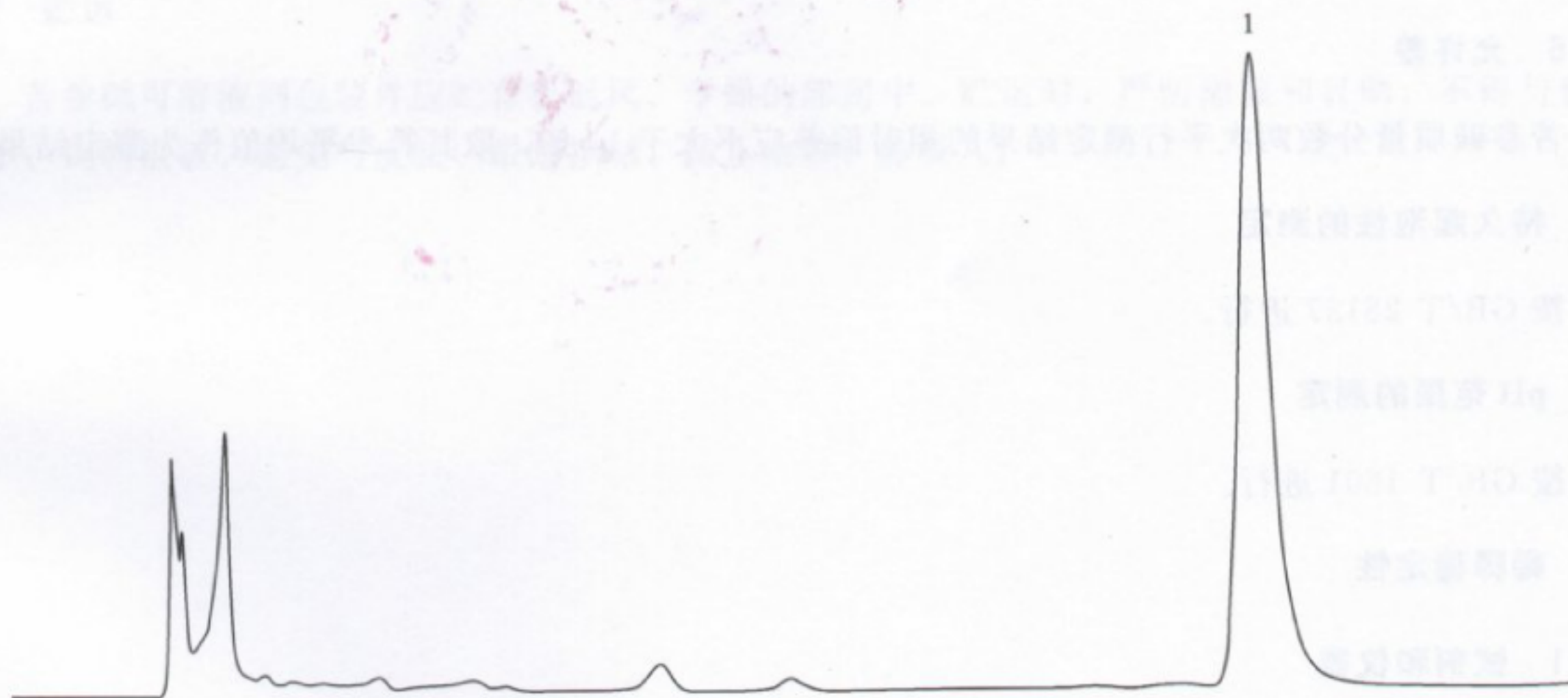
柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：215 nm；

进样体积：10 μL ；

保留时间：苦参碱约 15.8 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果。典型的苦参碱可溶液剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——苦参碱。

图 1 苦参碱可溶液剂的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）苦参碱标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.01 g 苦参碱的苦参碱可溶液剂（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，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，直至相邻两针苦参碱峰面积的相对变化小于 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。

4.5.5.4 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苦参碱峰面积分别进行平均。试样中苦参碱质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 n} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_1 ——试样中苦参碱质量分数，以 % 表示；
- A_2 ——试样溶液中苦参碱峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——苦参碱标样中苦参碱质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中苦参碱峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- n ——标样的稀释倍数（ $n=10$ ）。

4.5.6 允许差

苦参碱质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.7 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 稀释稳定性

4.8.1 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：100 mL。

4.8.2 测定步骤

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 $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，静置 1 h。稀释液均一、无析出物为合格。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.2 进行。热贮后苦参碱质量分数应不低于贮前的 95 %，pH 范围、稀释稳定性仍符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的贮运条件下，苦参碱可溶液剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

苦参碱可溶液剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。苦参碱可溶液剂应用玻璃瓶或塑料聚酯瓶包装，每瓶净含量 100 mL、200 mL 等。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

苦参碱可溶液剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。

附录 A

(资料性附录)

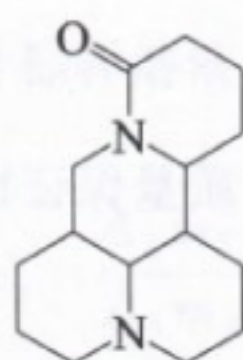
苦参碱的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分苦参碱的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Matrine

CAS 登录号: [519-02-8]

结构式:



实验式: $C_{15}H_{24}N_2O$

相对分子质量: 248.4

生物活性: 杀虫

溶解度 (20 °C): 可溶于水、甲醇、苯、三氯甲烷、乙醚、二硫化碳, 微溶于石油醚

稳定性: 中性以及弱酸性环境中稳定, 碱性条件下水解

附录 B

(资料性附录)

苦参碱质量分数的气相色谱测定方法

B.1 方法概要

试样用乙醇溶解，以邻苯二甲酸双环己酯为内标物，使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的苦参碱进行气相色谱分离，以内标法定量。

B.2 试剂和溶液

乙醇。

苦参碱标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸双环己酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取 0.5 g 邻苯二甲酸双环己酯，置于 500 mL 容量瓶中，用乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：30 m × 0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，键合 DB-5，膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

微量进样器：10 μL 。

B.4 气相色谱条件

温度：柱温 220 $^{\circ}\text{C}$ ，汽化室 300 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器 300 $^{\circ}\text{C}$ ；

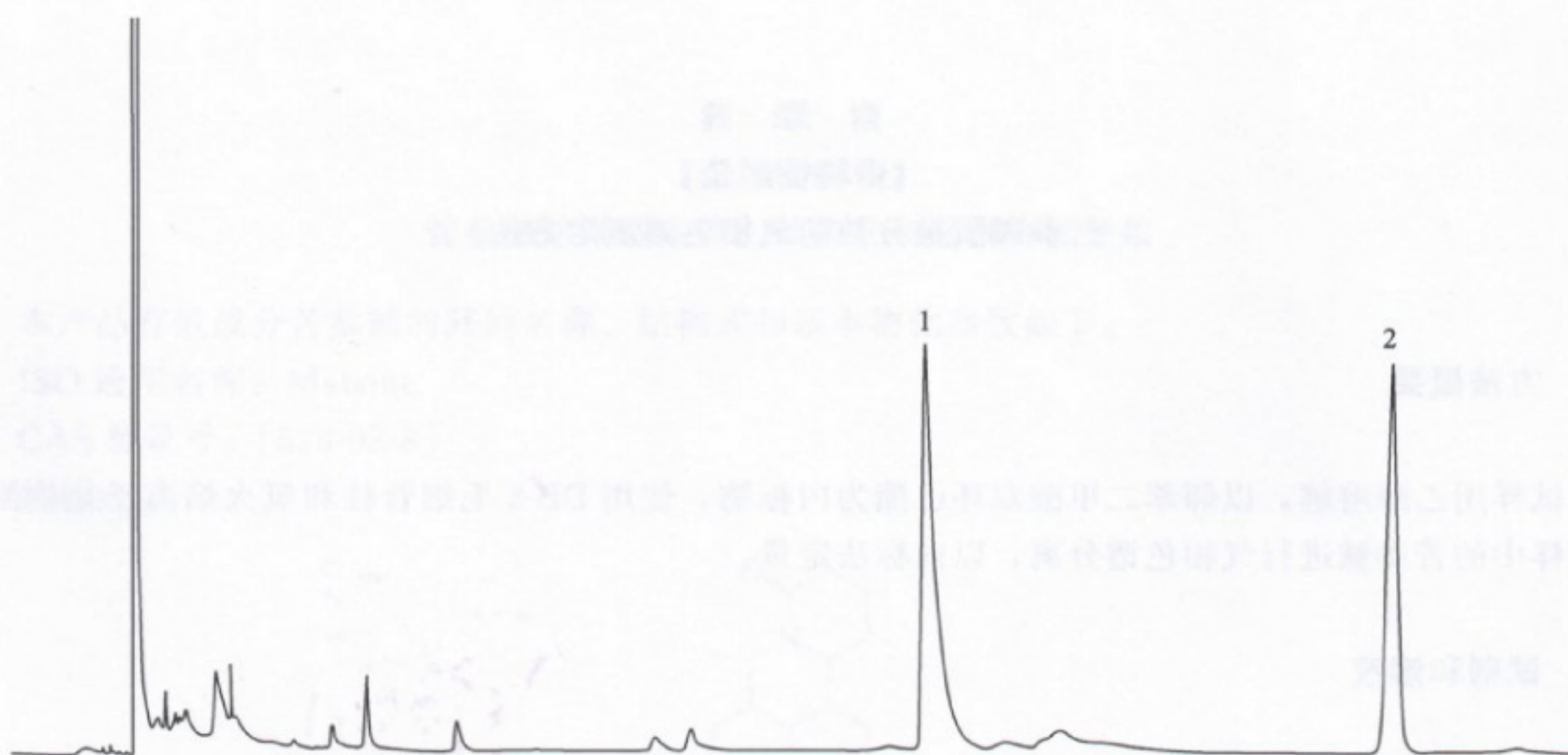
气体流量：载气 (N_2) 2.0 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 400 mL/min；

分流比：30 : 1；

进样体积：1.0 μL ；

保留时间：苦参碱 8.8 min，内标物 13.2 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的苦参碱可溶液剂与内标物的气相色谱图见图 B.1。



说明：

1——苦参碱；

2——内标物。

图 B.1 苦参碱可溶液剂与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 苦参碱标样，置于一 10 mL 容量瓶中，用乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。再用移液管移取 1 mL 上述溶液于另一具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.01 g 苦参碱的试样 (精确至 0.000 1 g)，置于一具塞玻璃瓶中，再用移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

B.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，计算各针苦参碱与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针苦参碱与内标物峰面积之比的相对变化小于 1.2 % 时，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。

B.5.4 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苦参碱与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中苦参碱质量分数按公式 (B.1) 计算：

$$w_2 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2 n} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

w_2 ——试样中苦参碱质量分数，以 % 表示；

r_2 ——两针试样溶液中苦参碱峰与内标物峰面积之比的平均值；

- m_1 ——苦参碱标样的质量的数值，单位为克（g）；
 w ——苦参碱标样中苦参碱质量分数，以%表示；
 r_1 ——两针标样溶液中苦参碱峰与内标物峰面积之比的平均值；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
 n ——标样的稀释倍数（ $n=10$ ）。

B.5.5 允许差

苦参碱质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %，取其算术平均值作为测定结果。