ICS 65.100
CCS G 25

中华人民共和国国家标准

GB/T 23554—2023
代替 GB/T 23554—2009

乙烯利可溶液剂

Ethephon soluble concentrate

2023-11-27 发布　　2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 23554—2009《40%乙烯利水剂》,与 GB/T 23554—2009 相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

——增加了乙烯利可溶液剂的规格和指标(见 4.2);

——增加了 2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯质量分数项目和指标(见 4.2);

——增加了乙烯利质量分数测定的离子色谱法(见 5.5.1);

——增加了检验规则(见第 6 章);

——增加了乙烯利可溶液剂的质量保证期(见 7.2)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位:绍兴东湖高科股份有限公司、安道麦安邦(江苏)有限公司、安徽弘峰精细化工有限公司、黄骅市鸿承企业有限公司、鹤壁全丰生物科技有限公司、河北中天邦正生物科技股份公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人:孙洪峰、季小英、张建江、朱梦宇、吴晓骏、刘坤、王石鑫、陈玉龙、方娟。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2009 年首次发布为 GB/T 23554—2009;

——本次为第一次修订。

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

乙烯利可溶液剂

1 范围

本文件规定了乙烯利可溶液剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期，以及标志、标签、包装、储运，描述了乙烯利可溶液剂的试验方法。

本文件适用于乙烯利可溶液剂产品的质量控制。

注：乙烯利、2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯（MEPHA）和1，2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

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

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

乙烯利可溶液剂应符合表1的要求。

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

表 1　乙烯利可溶液剂技术指标

项目	指标				
	75%规格	70%规格	65%规格	54%规格	40%规格
乙烯利质量分数[a]/%	75.0±2.5	70.0±2.5	65.0±2.5	54.0±2.5	40.0±2.0
乙烯利质量浓度(20 ℃)/(g/L)	1 075±36	980±35	900±35	710±33	480±24
MEPHA 质量分数/%	≤0.8	≤0.7	≤0.6	≤0.5	≤0.4
1,2-二氯乙烷质量分数/%	≤0.04	≤0.04	≤0.03	≤0.03	≤0.02
pH 值	1.5～3.0				
稀释稳定性(稀释 20 倍)	稀释后,稀释液均一,无析出物				
持久起泡性(1 min 后)/mL	≤60				
低温稳定性	低温储存后,析出物体积不超过 0.3 mL				
热储稳定性	热储后,乙烯利质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,pH、稀释稳定性仍应符合本文件要求				
[a] 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。					

5　试验方法

警告:使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1　一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2　取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行,用随机数表法确定取样的包装件数。最终取样量应不少于 200 mL。

5.3　鉴别试验

采用离子色谱法。本鉴别试验可与乙烯利质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰保留时间与标样溶液中乙烯利离子保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.4　外观

采用目测法测定。

5.5 乙烯利质量分数(质量浓度)、MEPHA 质量分数

5.5.1 离子色谱法测定乙烯利质量分数(质量浓度)、MEPHA 质量分数[乙烯利质量分数(质量浓度)测定的仲裁法]

5.5.1.1 方法提要

试样用水溶解,以碳酸钠+碳酸氢钠溶液为淋洗液,使用阴离子分析柱和电导检测器,对试样中的乙烯利和 MEPHA 进行离子色谱法分离,外标法定量。本方法中 MEPHA 最低检测浓度为0.001 mg/mL。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 碳酸钠:优级纯。

5.5.1.2.2 碳酸氢钠:优级纯。

5.5.1.2.3 水:超纯水。

5.5.1.2.4 乙烯利标样:已知质量分数,$w_{乙烯利}$≥98.0%。

5.5.1.2.5 MEPHA 标样:已知质量分数,w_{MEPHA}≥95.0%。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 离子色谱仪:具有电导检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:250 mm×4.0 mm (内径)分析柱,内装烷醇基季铵盐、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.22 μm。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 离子色谱操作条件

5.5.1.4.1 淋洗液:碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液,$c(Na_2CO_3)$=7.2 mmol/L,$c(NaHCO_3)$=9.0 mmol/L。

5.5.1.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温:30 ℃。

5.5.1.4.4 进样体积:25 μL。

5.5.1.4.5 抑制器电流:70 mA。

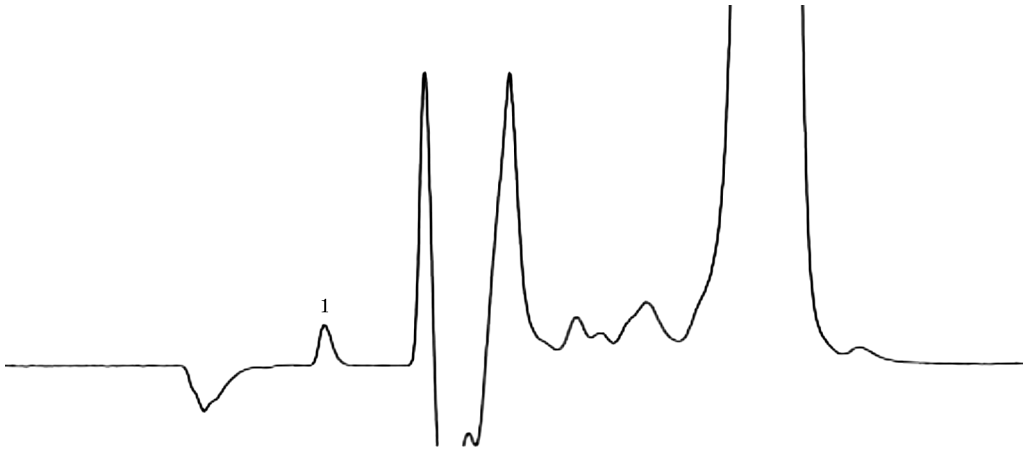
5.5.1.4.6 保留时间:乙烯利约 11.1 min,MEPHA 约 4.8 min。

5.5.1.4.7 5.5.1.4.1~5.5.1.4.6 的离子色谱操作条件是典型操作参数。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。典型的乙烯利可溶液剂的离子色谱图(测定乙烯利)见图 1,典型的乙烯利可溶液剂的离子色谱图(测定 MEPHA)见图 2。

标引序号说明：

1——乙烯利离子。

图 1　乙烯利可溶液剂离子色谱图（测定乙烯利）



标引序号说明：

1——MEPHA 离子。

图 2　乙烯利可溶液剂离子色谱图（测定 MEPHA）

5.5.1.5　测定步骤

5.5.1.5.1　标样溶液的制备

5.5.1.5.1.1　乙烯利标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 乙烯利标样，置于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，用移液管移取 5 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.1.2　MEPHA 标样溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 1 g) MEPHA 标样，置于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶种，用水稀释至刻度，摇匀，用滤膜过滤备用。

5.5.1.5.2　试样溶液的制备

5.5.1.5.2.1　试样溶液Ⅰ的制备

称取含 0.1 g(精确至 0.000 1 g)乙烯利的试样，置于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇

匀，用移液管移取 5 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液为测定乙烯利试样溶液。

5.5.1.5.2.2 试样溶液 Ⅱ 的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)试样，置于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，用滤膜过滤备用，此溶液为测定 MEPHA 试样溶液。

5.5.1.6 测定

5.5.1.6.1 乙烯利质量分数的测定

在 5.5.1.4.1～5.5.1.4.6 的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针乙烯利标样溶液，直至相邻两针乙烯利离子峰面积相对变化小于 1.2%后，按照乙烯利标样溶液、试样溶液Ⅰ、试样溶液Ⅰ、乙烯利标样溶液的顺序进行测定。

5.5.1.6.2 MEPHA 质量分数的测定

在 5.5.1.4.1～5.5.1.4.6 的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针 MEPHA 标样溶液，直至相邻两针 MEPHA 离子峰面积相对变化小于 10%后，按照 MEPHA 标样溶液、试样溶液Ⅱ、试样溶液Ⅱ、MEPHA 标样溶液的顺序进行测定。

5.5.1.7 计算

5.5.1.7.1 乙烯利质量分数计算

将测得的两针测定乙烯利试样溶液以及试样前后两针标样溶液中乙烯利离子峰面积分别进行平均。试样中乙烯利的质量分数按公式(1)计算，乙烯利的质量浓度按公式(2)计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

w_1 ——试样中乙烯利的质量分数，%；

A_2 ——测定乙烯利试样溶液中，乙烯利离子峰面积的平均值；

m_1 ——乙烯利标样的质量的数值，单位为克(g)；

w_{b1} ——乙烯利标样的质量分数，%；

A_1 ——乙烯利标样溶液中，乙烯利离子峰面积的平均值；

m_2 ——测定乙烯利试样的质量的数值，单位为克(g)；

ρ_1 ——试样中乙烯利的质量浓度的数值，单位为克每升(g/L)；

ρ ——20 ℃时试样密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行)。

5.5.1.7.2 MEPHA 质量分数计算

将测得的两针测定 MEPHA 试样溶液以及试样前后两针 MEPHA 标样溶液中 MEPHA 离子的峰面积分别进行平均。试样中 MEPHA 的质量分数按公式(3)计算：

$$w_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times w_{b2}}{A_3 \times m_4 \times n_1} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

w_2 ——试样中 MEPHA 的质量分数，%；

A_4 ——测定 MEPHA 试样溶液中，MEPHA 离子峰面积的平均值；

m_3 ——MEPHA 标样的质量的数值，单位为克(g)；

w_{b2} ——MEPHA 标样中 MEPHA 的质量分数，%；

A_3 ——MEPHA 标样溶液中，MEPHA 离子峰面积的平均值；

m_4 ——测定 MEPHA 试样的质量的数值，单位为克(g)；

n_1 ——MEPHA 标样的稀释倍数，$n_1=50$。

5.5.1.8 允许差

乙烯利质量分数两次平行测定结果之差，75%规格应不大于 1.0%，70%规格应不大于 1.0%，65%规格应不大于 0.9%，54%规格应不大于 0.8%，40%规格应不大于 0.7%，分别取其算术平均值作为测定结果；MEPHA 质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 化学滴定法测定乙烯利质量分数(质量浓度)

5.5.2.1 方法提要

试样用水溶解，以百里香酚蓝为指示剂，用氢氧化钠中和至溶液颜色由黄色变为蓝色。用沸水浴加热 30 min，冷却至室温，用氢氧化钠滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

5.5.2.2 试剂

5.5.2.2.1 氢氧化钠溶液：c(NaOH)=0.5 mol/L。

5.5.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.1 mol/L，按 GB/T 601 配制和标定。

5.5.2.2.3 百里香酚蓝指示剂：$\rho_{百里香酚蓝}=1.0$ g/L，按 GB/T 603 制备。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 pH 计。

5.5.2.3.2 沸水浴。

5.5.2.3.3 三角瓶：250 mL。

5.5.2.4 测定步骤

称取含 0.2 g(精确至 0.000 2 g)乙烯利的试样于 250 mL 三角瓶中，加入 100 mL 蒸馏水溶解，摇匀。

5.5.2.5 测定

向样品溶液中加入 10 滴百里香酚蓝指示剂，搅拌下加入氢氧化钠溶液使样品溶液 pH 值(用 pH 计测定)约为 8，再滴加氢氧化钠标准滴定溶液至样品溶液由黄色变为蓝色。立即将三角瓶置于沸水浴中加热 30 min，使乙烯利二钠盐完全分解，冷却至室温，搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至样品溶液由黄色变成蓝色为终点。

5.5.2.6 计算

乙烯利质量分数按公式(4)计算：

$$w_1 = \frac{c \times V \times M}{m \times 1\ 000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w_1——试样中乙烯利的质量分数，%；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M ——乙烯利摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)，M=144.5；

m ——试样质量的数值，单位为克(g)。

5.5.2.7 允许差

乙烯利质量分数两次平行测定结果之差，75%规格应不大于1.0%，70%规格应不大于1.0%，65%规格应不大于0.9%，54%规格应不大于0.8%，40%规格应不大于0.7%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 1,2-二氯乙烷质量分数的测定

5.6.1 方法提要

试样用水溶解，用二氯甲烷萃取，以 N,N-二甲基甲酰胺为内标物，使用键合聚乙二醇的毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的1,2-二氯乙烷进行气相色谱分离，内标法定量。方法中1,2-二氯乙烷质量浓度定量限为0.003 mg/mL，样品中1,2-二氯乙烷质量分数的最低定量限为0.002%。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 二氯甲烷。

5.6.2.2 1,2-二氯乙烷标样：已知质量分数，$w_{1,2\text{-二氯乙烷}} \geqslant 99.0\%$。

5.6.2.3 内标溶液：称取4.0 g的 N,N-二甲基甲酰胺于1 000 mL的容量瓶中，用二氯甲烷溶解，定容，摇匀。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5.6.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm（内径）石英毛细柱，内壁键合聚乙二醇，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。

5.6.4 气相色谱操作条件

5.6.4.1 温度：柱温40 ℃(4.5 min)，40 ℃/min程序升温至200 ℃；气化室160 ℃，检测室280 ℃。

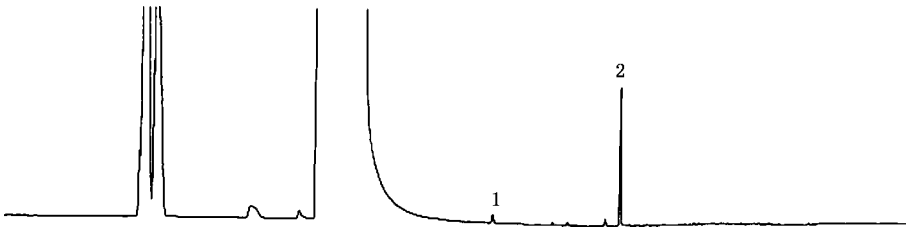
5.6.4.2 气体流量：载气（N_2）2.0 mL/min、氢气40 mL/min、空气400 mL/min。

5.6.4.3 分流比：5∶1。

5.6.4.4 进样体积：1.0 μL。

5.6.4.5 保留时间：1,2-二氯乙烷约5.95 min，内标约7.60 min。

5.6.4.6 5.6.4.1～5.6.4.5的气相色谱操作条件系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的乙烯利可溶液剂与内标物的气相色谱图(测定1,2-二氯乙烷)见图3。



标引序号说明：

1——1,2-二氯乙烷；

2——内标。

图 3　乙烯利可溶液剂与内标物气相色谱图(测定 1,2-二氯乙烷)

5.6.5　测定步骤

5.6.5.1　标样溶液的配制

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)1,2-二氯乙烷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 0.1 mL 上述溶液于 10 mL 容量瓶中,加入 1 mL 内标溶液,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2　试样溶液的配制

称取 40 g(精确至 0.000 1 g)乙烯利可溶液剂试样置于装有 20 mL 水的分液漏斗中,振摇使试样溶解,用 40 mL 二氯甲烷分三次萃取,收集二氯甲烷层于 50 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 2.5 mL 上述溶液于 10 mL 容量瓶中,加入 1 mL 内标溶液,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.6.6　测定

在 5.6.4.1～5.6.4.5 色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针 1,2-二氯乙烷与内标物的峰面积比相对变化小于 20%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。

5.6.7　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 1,2-二氯乙烷与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中 1,2-二氯乙烷质量分数按公式(5)计算：

$$w_3 = \frac{r_2 \times m_5 \times w_{b3}}{r_1 \times m_6 \times n_2} \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：

w_3——试样中 1,2-二氯乙烷质量分数,%；

r_2——试样溶液中,1,2-二氯乙烷与内标物的峰面积比的平均值；

m_5——标样的质量的数值,单位为克(g)；

w_{b3}——标样中 1,2-二氯乙烷的质量分数,%；

r_1——标样溶液中,1,2-二氯乙烷与内标物峰面积比的平均值；

m_6——试样的质量的数值,单位为克(g)；

n_2——稀释因子,n_2=12.5。

5.6.8 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 pH值

按GB/T 1601进行。

5.8 稀释稳定性试验

5.8.1 试剂和仪器

5.8.1.1 标准硬水：$\rho(Ca^{2+}+Mg^{2+})=342$ mg/L。

5.8.1.2 量筒：100 mL。

5.8.1.3 恒温水浴：30 ℃±2 ℃。

5.8.2 试验步骤

用移液管吸取5 mL试样，置于100 mL量筒中，加标准硬水至刻度，摇匀。将此量筒放入恒温水浴中，静置1 h。

5.9 持久起泡性

按GB/T 28137进行。

5.10 低温稳定性试验

按GB/T 19137—2003中2.1进行。

5.11 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2021中4.4.1进行。热储时，样品应密封储存，热储前后质量变化率应不大于1.0%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应进行出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第4章中外观、乙烯利质量分数、乙烯利质量浓度、pH值、稀释稳定性、持久起泡性。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；

b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；

c) 停产后又恢复生产时；

d) 国家质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按GB/T 8170—2008中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中任一项目不符合第 4 章的技术要求，则判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下，乙烯利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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

乙烯利可溶液剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

乙烯利可溶液剂应用聚酯瓶包装，每瓶净含量为 100 mL、250 mL 或 500 mL。外用瓦楞纸箱或钙塑箱包装。

乙烯利可溶液剂也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

乙烯利可溶液剂包装件应储存在通风、干燥的库房中；储运时，严防潮湿和日晒，不应与食物、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）
乙烯利、2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯和 1,2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1　乙烯利

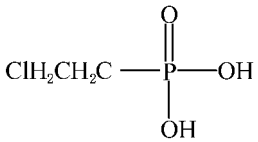
乙烯利的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Ethephon；

——CAS 登录号：16672-87-0；

——化学名称：2-氯-乙基膦酸；

——结构式：



——分子式：$C_2H_6ClO_3P$；

——相对分子质量：144.49；

——生物活性：植物生长调节；

——熔点：74 ℃～ 75 ℃；

——蒸气压（20 ℃）：小于 1×10^{-2} mPa；

——溶解性：水中约 1 kg/L，微溶于芳香族溶剂，溶于水、乙醇、苯、二氯乙烷，不溶于石油醚；

——稳定性：75 ℃下及在实验室条件下的水溶液中稳定；在 pH 值不高于 3 时稳定，在 pH 值高于 3 时分解释放出乙烯；不能与碱、金属盐、金属（铝、铜、铁）共存。

A.2　2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯

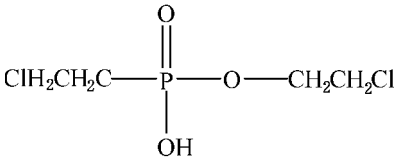
2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——英文名称：2-Chloroethyl(2-chloroethyl)phosphonate(MEPHA)；

——CAS 登录号：17378-30-2；

——化学名称：2-氯乙基膦酸-2-氯乙基酯；

——结构式：



——分子式：$C_4H_9Cl_2O_3P$；

——相对分子质量：206.99。

A.3　1,2-二氯乙烷

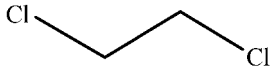
1,2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——英文名称：Dichloroethane；

——CAS 登录号：107-06-2；

——化学名称：1,2-二氯乙烷；

——结构式：



——分子式：$C_2H_4Cl_2$；

——相对分子质量：98.96。