

中华人民共和国国家标准

GB 22600—2008

2,4-滴丁酯原药

2,4-D butyl technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准与 FAO 规格 1.3/TC/S/F(1992)《2,4-D esters technical》的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准自实施之日起,原化工行业标准 HG 2319—1992《2,4-滴丁酯原药》作废。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/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:大连松辽化工有限公司、山东潍坊润丰化工有限公司、佳木斯黑龙农药化工股份有限公司、常州永泰丰化工有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君、苗革新、于亮、侯永生、董霞、方芸、杨剑锋、杨桂芹、杜剑萍。

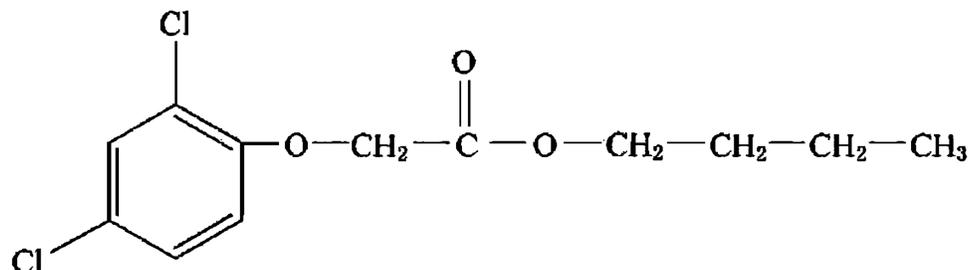
2,4-滴丁酯原药

该产品有效成分 2,4-滴丁酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：2,4-D butyl

化学名称：2,4-二氯苯氧乙酸正丁酯

结构式：



实验式： $C_{12}H_{14}Cl_2O_3$

相对分子质量：277.15(按 2007 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

1 范围

本标准规定了 2,4-滴丁酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由 2,4-滴丁酯及其生产中产生的杂质组成的 2,4-滴丁酯原药。

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 标准滴定溶液的制备

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

3 要求

3.1 外观

无色至棕色油状液体。

3.2 技术指标

2,4-滴丁酯原药还应符合表 1 要求。

表 1 2,4-滴丁酯原药控制项目指标

项 目	指 标
2,4-滴丁酯质量分数/%	≥ 92.0
游离酚质量分数(以 2,4-二氯酚计)/%	≤ 1.0
酸度(以 2,4-滴计)/%	≤ 1.5

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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 100 g。

4.2 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与 2,4-滴丁酯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的保留时间与标样溶液中 2,4-滴丁酯的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与 2,4-滴丁酯标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。2,4-滴丁酯标样红外光谱图见图 1。

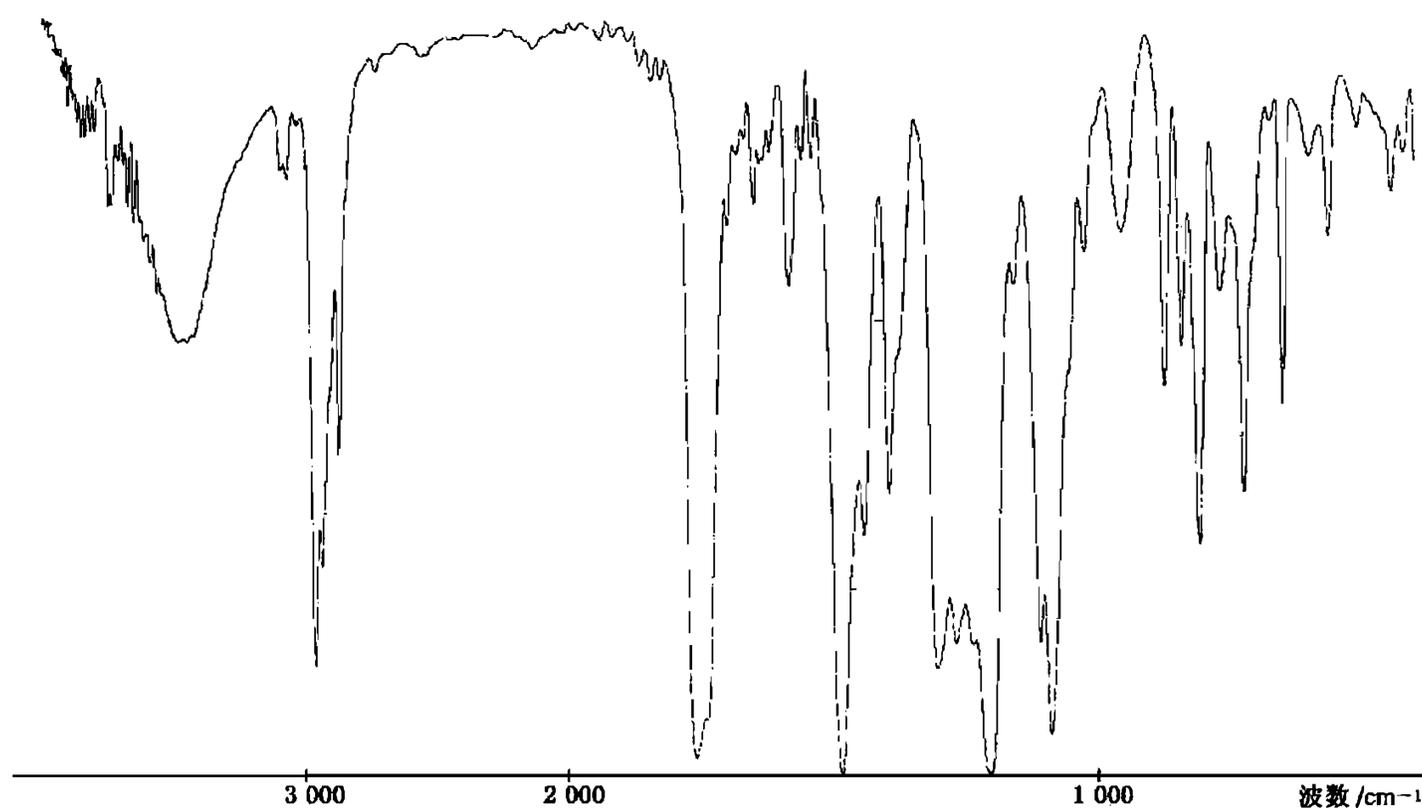


图 1 2,4-滴丁酯标样的红外光谱图

4.3 2,4-滴丁酯质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物,使用四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯和阿匹松 L 为填充物的不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 2,4-滴丁酯进行气相色谱分离和测定。也可使用毛细管气相色谱法测定,色谱操作条件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

2,4-滴丁酯标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二异丁酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二异丁酯 3.5 g,置于 250 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

色谱柱:2 m×3 mm(i. d.)不锈钢(玻璃)柱,内装 1.7% 四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯和 0.3% 阿匹

松 L/Chromosorb W-AW DMCS 180~250 μm 的填充物；

微量进样器：10 μL 。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$)：柱温 170, 气化室 260, 检测器室 260；

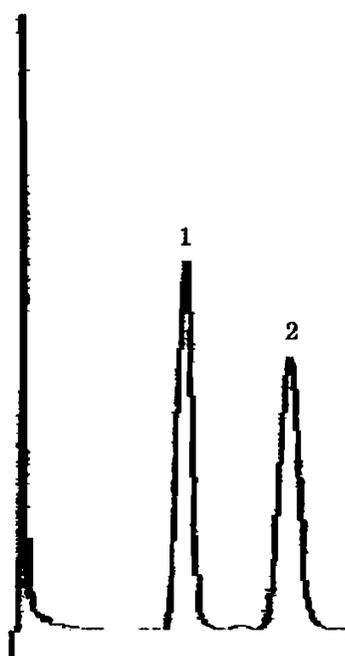
气体流量(mL/min)：载气(N_2) 20, 氢气 30, 空气 300；

进样量：0.6 μL ；

保留时间(min)：2,4-滴丁酯 11.0, 内标物 6.7。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

典型的 2,4-滴丁酯原药与内标物气相色谱图见图 2。



1——内标物；

2——2,4-滴丁酯。

图 2 2,4-滴丁酯原药与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 2,4-滴丁酯标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含 2,4-滴丁酯 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样, 置于一具塞玻璃瓶中, 用与 4.3.5.1 中相同的移液管加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

4.3.5.3 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 2,4-滴丁酯与内标物峰面积相对变化小于 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。

4.3.5.4 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 2,4-滴丁酯与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中的 2,4-滴丁酯质量分数 w_1 (%), 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中, 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中, 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值;

- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中 2,4-滴丁酯的质量分数,以%表示。

4.3.6 允许差

2,4-滴丁酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 游离酚的测定

4.4.1 方法提要

将试样溶于乙醇中,加入氨水、4-氨基安替比林和铁氰化钾溶液显色,于 520 nm 处测定其吸光度。由校正曲线查出相同吸光度下标样的体积,计算游离酚含量。

4.4.2 试剂和溶液

2,4-二氯酚标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

乙醇;

异丙醇;

乙醇异丙醇水溶液: $\rho(\text{乙醇}:\text{异丙醇}:\text{水})=2:1:3$;

氨溶液: $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}$;

2,4-二氯酚标样溶液:称取 2,4-二氯酚标样 0.01 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入少量乙醇使之溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀;

4-氨基安替比林水溶液: $\rho=2 \text{ g/L}$;

铁氰化钾水溶液: $\rho=4 \text{ g/L}$ 。

4.4.3 仪器、设备

分光光度计;

微量滴定管:2 mL;

具塞量筒:30 mL;

石英比色皿:1 cm。

4.4.4 测定步骤

4.4.4.1 校正

用微量滴定管依次吸取 0.2 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.5 mL、2.0 mL 2,4-二氯酚标样溶液,加入 7 个具塞量筒中,用乙醇补加到 10 mL,再依次加入 5 mL 异丙醇、5 mL 氨溶液、5 mL 4-氨基安替比林水溶液和 5 mL 铁氰化钾水溶液。每加一次都需摇匀,最后一次激烈摇动 1 min,静置 5 min。使用石英比色皿,以乙醇异丙醇水溶液为参比于 520 nm 下测定其吸光度。

吸取 10 mL 乙醇,按上述操作步骤加入各溶液,测定试剂空白的吸光度。

从酚溶液测得的吸光度减去空白值的吸光度,对相应的酚溶液体积作图得校正曲线。

4.4.4.2 测定

称取含 2,4-滴丁酯 0.2 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入少量乙醇使之溶解,用乙醇稀释至刻度。用移液管移取 10 mL 上述溶液于具塞量筒中,再依次加入 5 mL 异丙醇、5 mL 氨溶液、5 mL 4-氨基安替比林水溶液和 5 mL 铁氰化钾水溶液。每加一次都需摇匀,最后一次激烈摇动 1 min,静置 5 min。使用石英比色皿,以乙醇异丙醇水溶液为参比于 520 nm 下测定其吸光度。减去空白值的吸光度后,由校正曲线查出该吸光度对应于 2,4-二氯酚标样溶液的体积(mL)。

游离酚的质量分数 $w_2(\%)$ 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times m_1 \times w}{10 \times m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V——测得试样吸光度对应酚溶液的体积,单位为毫升(mL);

- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
 m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
 w ——标样中 2,4-二氯酚的质量分数,以%表示。

4.5 酸度的测定

4.5.1 方法提要

试样溶于乙醇中,以甲基红为指示剂用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色。

4.5.2 试剂和溶液

95%乙醇;

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定;

甲基红乙醇溶液: $\rho(\text{甲基红})=1 \text{ g/L}$ 。

4.5.3 测定步骤

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g),置于一个 250mL 锥形瓶中,加入 95%乙醇 50 mL,摇动使试样溶解。加入 3 滴甲基红乙醇溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色即为终点。同时做空白测定。

4.5.4 计算

试样的酸度 $w_3(\%)$,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \cdot M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_0 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 m ——试样的质量,单位为克(g);
 M ——2,4-滴的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M=221 \text{ g/mol}]$ 。

4.6 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。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 2,4-滴丁酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。
5.2 2,4-滴丁酯原药包装应用清洁、干燥的铁桶包装,每桶净含量应不大于 200 kg。
5.3 根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。
5.4 2,4-滴丁酯原药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:2,4-滴丁酯为低毒除草剂,吸入会导致头痛、恶心。使用本品时应穿戴防护用品,施药后应用肥皂洗净,万一误服,应立即送医院。
5.7 验收期:2,4-滴丁酯原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附录 A
(资料性附录)

2,4-滴丁酯质量分数毛细管气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物,使用 HP-5 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 2,4-滴丁酯进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

2,4-滴丁酯标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二正丁酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二正丁酯 3.5 g,置于 250 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱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 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm 。

A.4 气相色谱操作条件

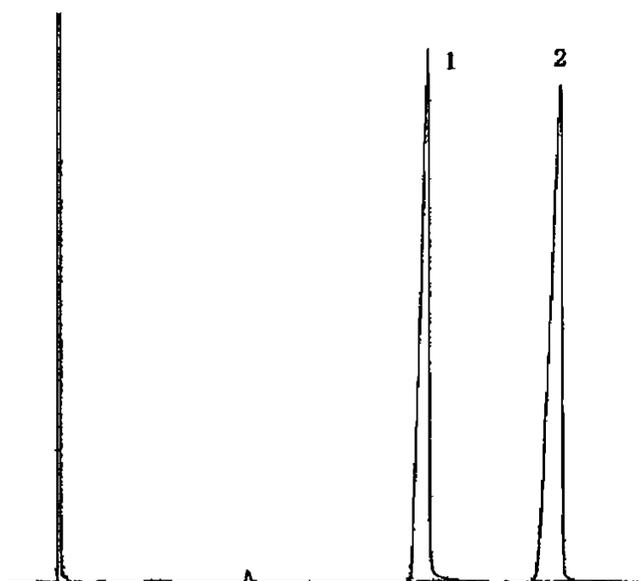
温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200,气化室 250,检测器室 300;

气体流量(mL/min):载气(N_2) 1.8,氢气 30,空气 300,补偿气 25;

进样量:1.0 μL ;

保留时间(min):2,4-滴丁酯 9.0,内标物 11.6。

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 2,4-滴丁酯原药与内标物气相色谱图见图 A.1。



1——2,4-滴丁酯;
2——内标物。

图 A.1 2,4-滴丁酯原药与内标物气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取 2,4-滴丁酯标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含 2,4-滴丁酯 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针 2,4-滴丁酯与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针 2,4-滴丁酯与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

A.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 2,4-滴丁酯和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中 2,4-滴丁酯的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中 2,4-滴丁酯的质量分数,以%表示。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
2,4-滴丁酯原药
GB 22600—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

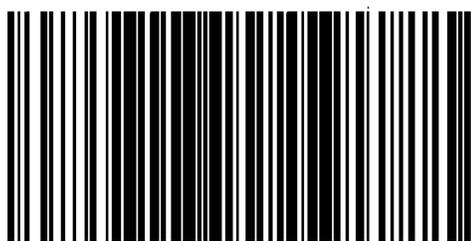
*

书号: 155066·1-36125

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 22600—2008