



中华人民共和国国家标准

GB 22601—2008

2,4-滴丁酯乳油

2,4-D butyl emulsifiable concentrates

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/EC/S/F(1992)《2,4-D esters emulsifiable concentrates》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 2320—1992《2,4-滴丁酯乳油》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。

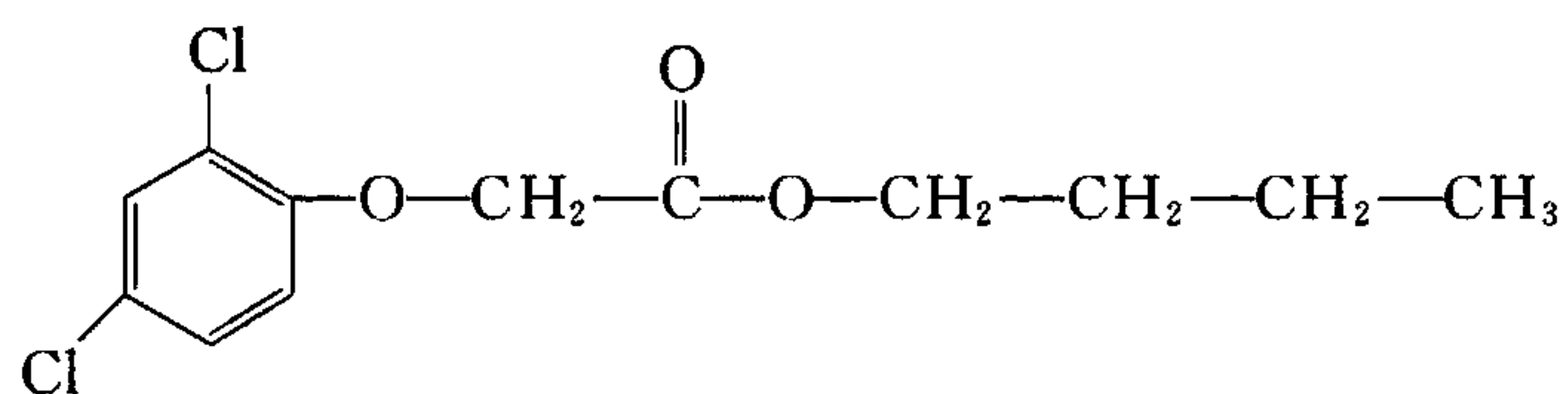
2,4-滴丁酯乳油

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：除草剂

1 范围

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

本标准适用于由 2,4-滴丁酯原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的 2,4-滴丁酯乳油。

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 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的 2,4-滴丁酯原药制成，为均相油状液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 技术指标

2,4-滴丁酯乳油还应符合表 1 要求。

表 1 2,4-滴丁酯乳油控制项目指标

项 目	指 标			
	57%	72%	900 g/L	999 g/L
2,4-滴丁酯质量分数 ^a / % 或 2,4-滴丁酯质量浓度(20 ℃)/(g/L)	57.0 ^{+2.5} _{-2.5} —	72.0 ^{+2.5} _{-2.5} —	76.0 ^{+2.5} _{-2.5} 900 ⁺²⁵ ₋₂₅	82.5 ^{+2.5} _{-2.5} 999 ⁺²⁵ ₋₂₅
游离酚质量分数(以 2,4-二氯酚计)/ % ≤	0.6	0.8	0.8	0.9
水分质量分数/ % ≤	0.8			
pH 值范围	3.0~7.0			
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格			
低温稳定性 ^b	合格			
热贮稳定性 ^b	合格			
^a 当质量发生争议时以质量分数为仲裁。				
^b 低温稳定性试验、热贮稳定性试验在正常生产时,每 3 个月至少检测一次。				

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 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

气相色谱法——本鉴别试验可与 2,4-滴丁酯含量的测定同时进行。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-滴丁酯色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

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

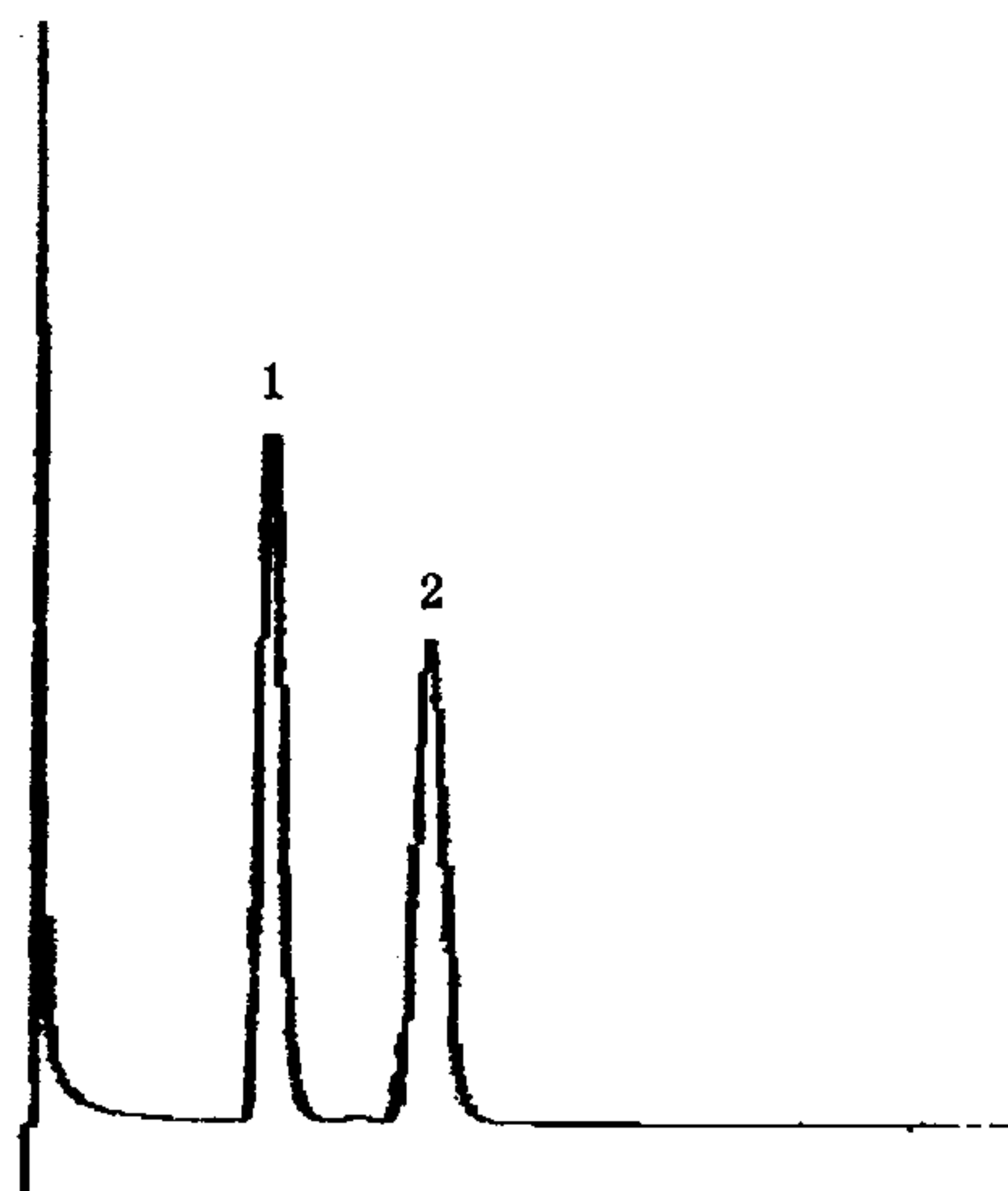
- 温度(℃):柱温:170,气化室 260,检测器室 260;

气体流量(mL/min):载气(N₂) 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-滴丁酯乳油和内标物的气相色谱图见图 1。



1——内标物;
2——2,4-滴丁酯。

图 1 2,4-滴丁酯乳油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 2,4-滴丁酯的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算,2,4-滴丁酯的质量浓度 ρ_1 (g/L)按式(2)计算:

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

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \rho \times w \times 10}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(2)$$

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);

ρ ——20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);

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(质量浓度)两次平行测定结果之相对差应不大于 1.5%,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: $\phi(\text{乙醇}:\text{异丙醇}:\text{水})=2:1:3$;

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(3)计算:

$$w_2 = \frac{V \times m_1 \times w}{10 \times m_2} \dots\dots\dots(3)$$

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 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验,上无浮油、下无沉淀为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后,2,4-滴丁酯质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 95%,乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.10 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-滴丁酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

5.2 2,4-滴丁酯乳油大包装用铁桶或聚氨酯桶包装,每桶净含量不大于 200 kg。2,4-滴丁酯乳油小包装采用聚酯瓶或玻璃瓶包装,每瓶净含量为 100 g(mL)、200 g(mL)、250 g(mL)、500 g(mL)、1 kg(1 L);外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但应符合 GB 4838 的规定。

5.4 2,4-滴丁酯乳油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 保证期:在规定的贮运条件下,2,4-滴丁酯乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。

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-滴丁酯乳油气相色谱图见图 A.1。

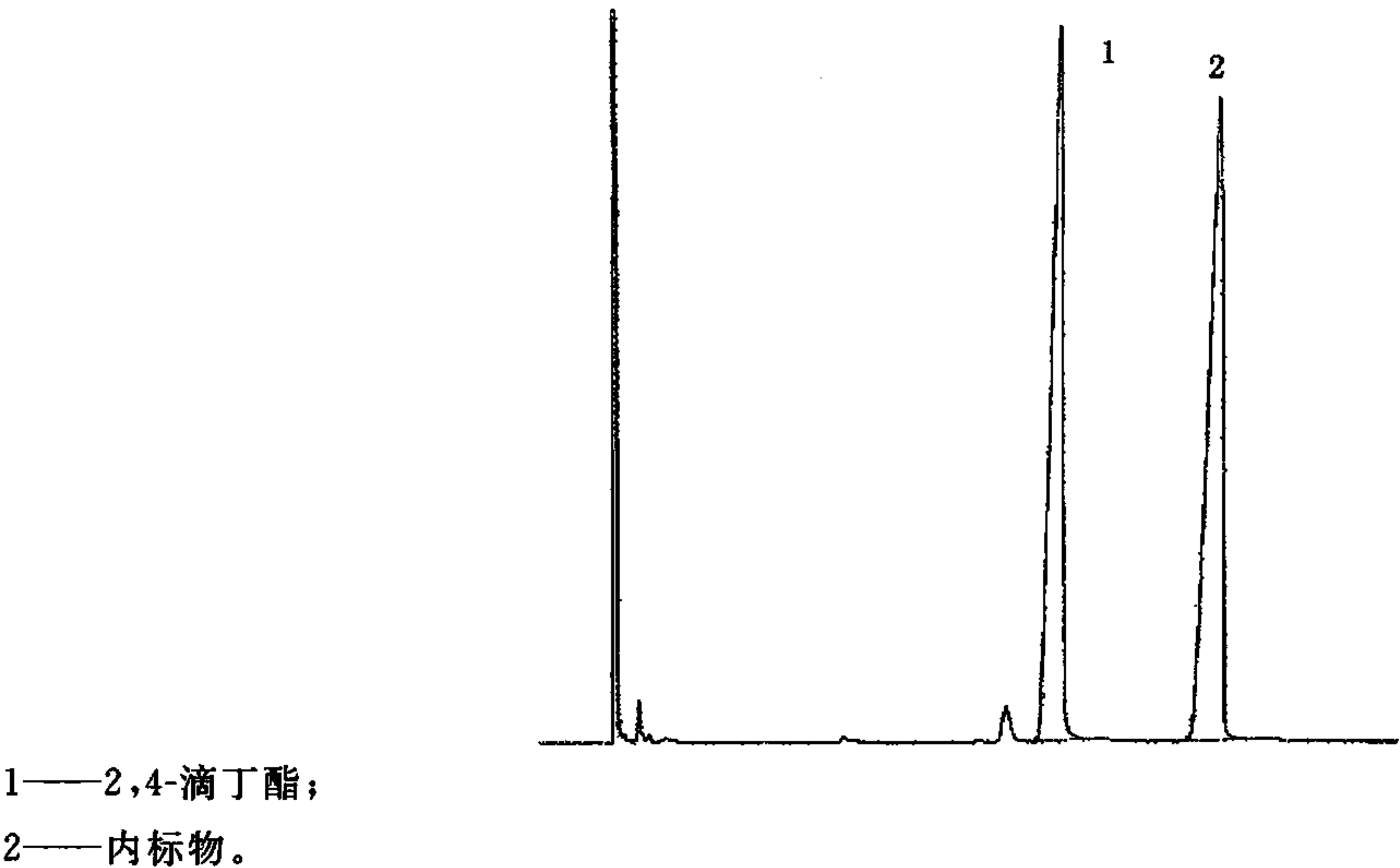


图 A.1 2,4-滴丁酯乳油气相色谱图

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-滴丁酯与内标物峰面积之比,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,质量浓度 ρ_1 (g/L)按式(A.2)计算:

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

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \rho \times w \times 10}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- r_1 ——标样溶液中,2,4-滴丁酯峰面积与内标物峰面积比的平均值;
- r_2 ——试样溶液中,2,4-滴丁酯峰面积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);
- ρ ——20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定);
- 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相对差应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。