

2 甲 4 氯 钠 水 剂

1 主题内容与适用范围

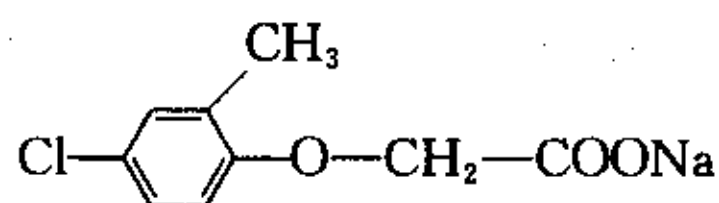
本标准规定了 2 甲 4 氯钠水剂的技术条件、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以邻甲酚、一氯乙酸为主要原料,缩合制得的 2 甲 4 氯钠水剂。

有效成分:2 甲 4 氯钠

化学名称:2-甲基-4-氯苯氧乙酸钠

结构式:



分子式: $C_9H_8O_3ClNa$

相对分子质量:222.60(1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 3796 农药包装通则

HG 2—1460 2 甲 4 氯钠

3 技术要求

3.1 外观:棕色或紫红色液体,无明显的悬浮物和沉淀。

3.2 2 甲 4 氯钠水剂还应符合下列指标要求:

项 目	指 标
2 甲 4 氯钠含量,%(m/m)	13.0 ± 1.0
游离酚(以 4-氯-2-甲酚计),%(m/m) $\leq$	4.0
pH 值范围	9~11
稀释稳定性	合格
水不溶物 ¹⁾ ,%(m/m) $\leq$	0.3

注:1) 为型式检验项目。

4 试验方法

4.1 2 甲 4 氯钠含量的测定

按 HG 2—1460 中 3.1 条进行,只是分析步骤改为“标样、试样、试样、标样”的形式。

中华人民共和国化学工业部 1991-11-18 批准

1992-07-01 实施

4.1.1 分析步骤

4.1.1.1 标样溶液的制备

称取 2 甲 4 氯标样 0.13g, 精确至 0.000 1g, 置于 25mL 容量瓶中, 称入邻苯二甲酸二甲酯 0.09g, 精确至 0.000 1g, 加入乙醚 20mL 混匀。取 2mL 该溶液, 置于容量约 15mL 具塞玻璃瓶中, 加入过量(约 6~8mL)重氮甲烷乙醚饱和溶液进行酯化, 浓缩至约 0.5mL。

4.1.1.2 试样溶液的制备

称取试样 1.0g, 精确至 0.000 1g, 按 HG 2—1460 中 3.1.5 款进行酸化和萃取后, 称入约 0.09g 邻苯二甲酸二甲酯于合并的乙醚萃取液中。摇匀后, 取该试液 4mL, 置于容量约 15mL 的具塞玻璃瓶中, 边摇边滴加重氮甲烷乙醚饱和溶液 6~8mL, 使试样酯化完全。将试液浓缩至约 0.5mL。

4.1.1.3 测定

待仪器稳定后, 注入数针标样溶液, 直至 2 甲 4 氯与内标物的峰高比基本稳定后, 按 a. 标样, b. 试样, c. 试样, d. 标样的顺序进样分析, 进样量约 0.5 μ L。

4.1.2 计算

将求得的 a、d 和 b、c 的峰高比分别进行平均, 2 甲 4 氯钠质量百分含量 X_1 , 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_1 \cdot \frac{m_2}{m_3} \cdot P}{r_2 \cdot \frac{m_1}{m_4}} \times 1.11 = \frac{r_1 \cdot m_2 \cdot m_4 \cdot P}{r_2 \cdot m_1 \cdot m_3} \times 1.11 \dots\dots\dots (1)$$

式中: r_1 ——两针试样色谱图上, 2 甲 4 氯与邻苯二甲酸二甲酯峰高比的平均值;

r_2 ——两针标样色谱图上, 2 甲 4 氯与邻苯二甲酸二甲酯峰高比的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

m_3 ——试样溶液中, 内标物的质量, g;

m_4 ——标样溶液中, 内标物的质量, g;

1.11——2 甲 4 氯苯氧乙酸钠与 2 甲 4 氯苯氧乙酸相对分子质量的比值。

4.1.3 允许差

两次平行测定结果的差值应不大于 0.5%。

4.2 游离酚含量的测定

4.2.1 方法提要

将试样溶于醇氨溶液中, 加入 4-氨基安替比林和铁氰化钾溶液显色, 测定其吸光度。

4.2.2 试剂和溶液

4-氯-2-甲基苯酚标样, 已知含量;

乙醇(GB 678);

丙酮(GB 686);

氨溶液: 0.05mol/L;

溶液 A: 将 100g 4-氯-2-甲基苯酚溶于 10mL 丙酮中, 用水稀释至 1L, 混匀。

溶液 B: 将 0.5g 2 甲 4 氯(不含酚)溶于 50mL 乙醇中, 加入 90mL 0.05mol/L 氨溶液, 用水稀释至 1L, 混匀。

4-氨基安替比林: 2g/L 水溶液, 用时用 20g/L 贮备液配制(在暗处可存放 3 个月)。

铁氰化钾(GB 644): 4g/L 水溶液(用时现配)。

4.2.3 仪器

分光光度计;
微量滴定管, 2mL;
具塞量筒, 25mL, 7 个。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 校正

用微量滴定管依次吸取 0.2、0.4、0.5、0.6、0.8、1.0 和 1.2mL 溶液 A, 放入 7 个具塞量筒中, 用溶液 B 将其补加到 10mL, 再依次加入 5mL 氨溶液, 5mL 4-氨基安替比林溶液和 5mL 铁氰化钾溶液。每加一次溶液都需摇匀, 最后一次要激烈摇动 1min。静置 5min。测定该溶液在 510nm 波长下的吸光度, 使用 1cm 比色池, 以蒸馏水作参比。

吸取 10mL 溶液 B, 按上述操作步骤加入氨溶液、4-氨基安替比林溶液和铁氰化钾溶液, 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, 以溶液 A 的体积(mL)对吸光度作图, 得校正曲线。

4.2.4.2 测定

准确称取 0.5g 试样, 精确至 0.000 1g, 置于 1000mL 容量瓶中, 加入 50mL 乙醇, 90mL 氨溶液, 用水稀释至刻度。吸取 10mL 此液, 放入具塞量筒中, 依次加入 5mL 氨溶液、5mL 4-氨基安替比林溶液和 5mL 铁氰化钾溶液, 每加一种溶液应立即摇匀。

继续摇动 1min, 再静置 5min, 测定其吸光度。按 4.2.4.1 条方法, 测定空白, 并从试样的吸光度减去空白值, 由校正曲线查出该吸光度对应于溶液 A 的体积(mL), 游离酚质量百分含量 X_2 , 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——溶液 A 的体积, mL;
 m ——试样量, g。

4.3 pH 值的测定

按 GB 1600 中的 pH 计法进行测定。

4.4 稀释稳定性试验

4.4.1 试剂和仪器

标准硬水: 342ppm;
量筒: 100mL;
恒温水浴: $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 。

4.4.2 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样, 置于 100mL 量筒中, 用标准硬水稀释至刻度, 混匀。将此稀释液放入 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 水浴中, 静置 1h。如稀释液均一, 无析出物为合格。

4.5 水不溶物含量的测定

按 HG 2—1460 中 3.4 条进行测定, 称样量改为 10g。

5 检验规则

5.1 农药验收规则, 按 GB 1604 执行。

5.2 水不溶物为型式检验项目, 检验周期为 1 个月。

5.3 取样方法: 从每批的 5% 中取样; 小批者, 不得少于 3 箱(桶)。将所取样品混合均匀, 取出约 500mL, 分装到两个清洁、干燥带磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名称、产品名称、批号和取样日期。一瓶送交技术监督检验部门检验, 一瓶留存。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 2甲4氯钠水剂的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 2甲4氯钠水剂应用清洁、干燥的棕色玻璃瓶或塑料瓶包装,每瓶净质量为 0.5kg 或 1.0kg,外套草套或发泡气垫,紧密排列于木箱、纸箱或钙塑箱中,每箱净质量应不超过 20kg。

6.3 2甲4氯钠水剂贮运时,防止潮湿、日晒,保持通风良好,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤接触,防止由口鼻吸入。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草。

本标准主要起草人侯宇凯、吴延风、白宗翰、胡有武、俞利华、白焕章。