中华人民共和国化工行业标准

HG 2320—92

2,4-滴 丁 酯 乳 油

1 主题内容和适用范围

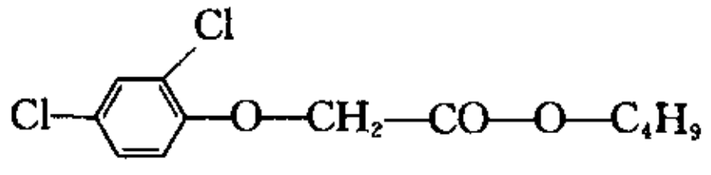
本标准规定了 2,4-滴丁酯乳油的技术条件、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由 2,4-滴丁酯原药与适宜的乳化剂和溶剂配成的 2,4-滴丁酯乳油。

有效成分:2,4-滴丁酯

化学名称:2,4-二氯苯氧乙酸正丁酯

结构式:



分子式:$C_{12}H_{14}Cl_2O_3$

相对分子质量:277.15(按 1989 年国际相对原子质量)。

2 引用标准

GB 1600 农药水分测定方法

GB 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 4838 乳油农药包装

3 技术要求

3.1 外观:棕色油状单相液体,无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 2,4-滴丁酯乳油还应符合下列指标要求:

项　　目		指　　标
2,4-滴丁酯含量,%(*m*/*m*)		57^{+2}_{-1}
总酯含量,%(*m*/*m*)	≤	72.0
游离酚(以 2,4-二氯酚计),%(*m*/*m*)	≤	2.7
游离酸(以 2,4-滴酸计),%(*m*/*m*)	≤	2.0
水分,%(*m*/*m*)	≤	0.3
乳液稳定性(稀释 200 倍)		合格
低温稳定性[1)]		合格
热贮稳定性[2)]		合格

注:1)、2) 至少半年检验一次。

中华人民共和国化学工业部 1992-06-01 批准　　1993-01-01 实施

4 试验方法

4.1 2,4-滴丁酯含量的测定

4.1.1 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，在四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯、阿匹松 L/Chromosorb W-AW DMCS 180～250μm 的混合柱上进行分离和测定。

4.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682)；

2,4-滴丁酯标准样：已知含量；

邻苯二甲酸二异丁酯：内标物，经本方法鉴定无干扰杂质；

四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯：气相色谱固定液；

阿匹松 L：气相色谱固定液；

Chromosorb W-AW DMCS：180～250μm(60～80 目)，气相色谱用载体；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二异丁酯 3.5g，置于 100mL 容量瓶中，加三氯甲烷溶解，并稀释至刻度，摇匀。

4.1.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱柱：长 2m、内径 3mm 不锈钢柱，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 180～250μm 的填充物；

记录仪或气相色谱数据处理机；

微量进样器：10μL。

4.1.4 操作步骤

4.1.4.1 固定液的涂渍

准确称取 0.100g 四氯邻苯二甲酸乙二醇聚酯和 0.020g 阿匹松 L 固定液于 250mL 烧杯中，加入适量(约 25mL)三氯甲烷使其完全溶解，按予配制的比例加入确定量的载体(约 6g)，轻轻振荡，使之混合均匀并使溶剂挥发近干，再将烧杯于 110℃的烘箱中放置 1h，取出放在干燥器中。

4.1.4.2 色谱柱的填充

将柱的入口端连一漏斗，出口端塞裹纱布，用橡皮管与真空泵相连。开启真空泵，从漏斗处分批加入烘干的柱填充物，不断轻敲管壁，使填充物均匀紧密地填满色谱柱，在柱两端塞以经硅烷化处理的玻璃棉。

4.1.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口接汽化室，出口端暂不接检测器。以 20mL/min 的载体流速，在 210℃柱温下至少老化 48h。

4.1.5 色谱操作条件

温度：

柱室　170℃；

汽化室　260℃；

检测室　260℃。

气体流速：

载体(N_2)20mL/min；

空气 320mL/min；

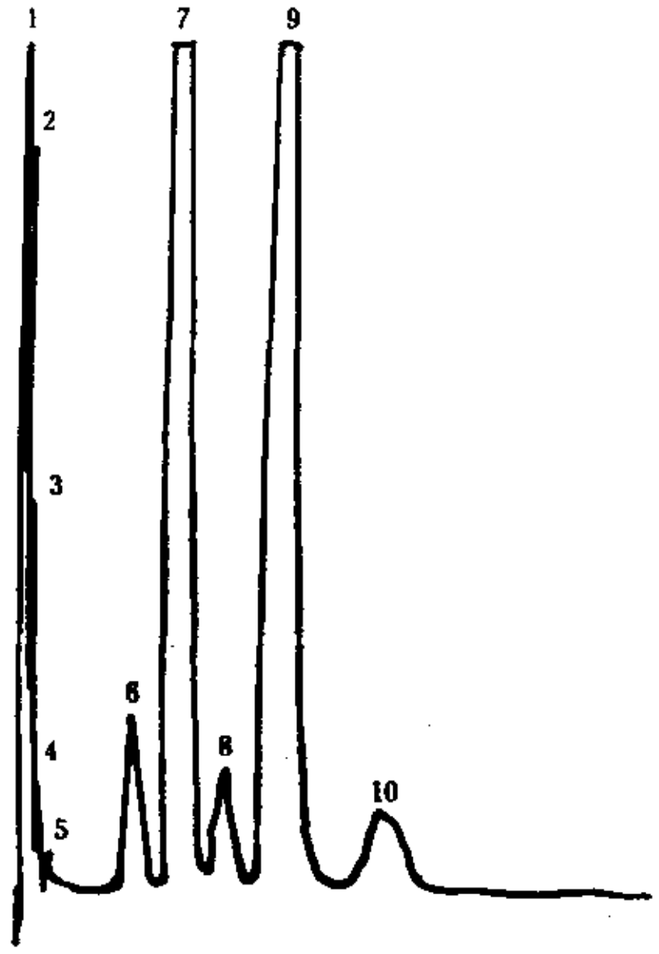
氢气 32mL/min。

进样量：0.6μL。

保留时间：

2,4-滴丁酯约 11min；

内标物约 6.7min。



2,4-滴丁酯气相色谱图

1—溶剂；2、3、4、5—未知杂质；6——氯苯氧乙酸正丁酯；7—内标物；

8—2,4-二氯苯氧乙酸异丁酯；9—2,4-滴丁酯；10—三氯苯氧乙酸正丁酯

上述气相色谱条件，系典型操作参数，分析者可根据仪器的特点，对操作条件作适当调整，以获最佳效果。

4.1.6 测定步骤

4.1.6.1 标样溶液的制备

称取 2,4-滴丁酯标准样品 0.1g(精确至 0.000 2g)，置于 5mL 带磨口的玻璃瓶中，用移液管准确加入 2mL 内标液，摇匀。

4.1.6.2 试样溶液的制备

称取含 2,4-滴丁酯约 0.1g 的乳油试样(精确至 0.000 2g)，置于 5mL 带磨口塞的玻璃瓶中，用移液管准确加入 2mL 内标溶液，摇匀。

4.1.6.3 试样测定

在选定条件下，待仪器稳定后，用微量进样器按下列次序进样分析：标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液。两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中，2,4-滴丁酯与内标物的峰面积比的相对偏差应不大于 1.5%，否则需重复进样。

4.1.6.4 计算

分别计算两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中，2,4-滴丁酯与内标峰面积比的平均值。2,4-滴丁酯质量百分含量 x_1，按式(1)计算：

$$x_1=\frac{r_1 m_2 w}{r_2 m_1} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：r_1——试样溶液中 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值；

r_2——标样溶液中 2,4-滴丁酯与内标物峰面积比的平均值；

m_1——试样的质量，g；

m_2——标样的质量，g；

w——标样的质量百分含量，%。

4.1.6.5 允许差

二次平行测定结果之差应不大于1.5%。

4.2 总酯的测定

4.2.1 方法提要

以校正的2,4-滴丁酯峰面积归一结果求算出总酯与2,4-滴丁酯的比值，再乘以2,4-滴丁酯的含量，即得总酯含量。

4.2.2 操作步骤

与4.1条相同。

4.2.3 计算

根据4.1.6.3条每次进样所得的色谱图求算校正一氯苯氧乙酸正丁酯、2,4-滴丁酯、2,4-二氯苯氧乙酸异丁酯、三氯苯氧乙酸正丁酯的峰面积，总酯的质量百分含量x_2，按式(2)计算：

$$x_2=x_1\left(\frac{f_1A_1+A_2+A_3+f_2A_4}{A_2}\right) \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：x_1——2,4-滴丁酯含量；

f_1——一氯苯氧乙酸正丁酯对2,4-滴丁酯的相对校正因子，(1.143)；

f_2——三氯苯氧乙酸正丁酯对2,4-滴丁酯的相对校正因子，(0.890)；

A_1——一氯苯氧乙酸正丁酯的峰面积；

A_2——2,4-滴丁酯的峰面积；

A_3——2,4-二氯苯氧乙酸异丁酯的峰面积；

A_4——三氯苯氧乙酸正丁酯的峰面积。

注：总酯结果取二针计算结果的平均值。

4.3 游离酸和游离酚的测定

4.3.1 方法提要

试样溶于乙醇，先以甲基红为指示剂，用0.01mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色，此时溶液中游离酸全部被中和，再加入酚酞作指示剂，继续用0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至游离酚全部被中和。

4.3.2 试剂和溶液

无水乙醇(GB 678)；

氢氧化钠标准滴定溶液：c_1(NaOH)=0.01mol/L，c_2(NaOH)=0.1mol/L，按GB 601配制与标定；

甲基红指示剂：1g/L甲基红乙醇溶液；

酚酞指示剂：10g/L酚酞乙醇溶液。

4.3.3 分析步骤

称取2,4-滴丁酯乳油试样1g(精确至0.000 2g)置于250mL锥形瓶中，加无水乙醇50mL溶解，摇匀。加3滴甲基红溶液，用0.01mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现黄色，记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_1)，再加3滴酚酞溶液用0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液出现红色，半分钟不退色为终点，记下所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_2)，以同样的步骤做空白实验。

4.3.4 计算

酸度质量百分数x_3，按式(3)计算：

$$x_3=\frac{c_1(V_1-V'_1)\times 0.221}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：c_1——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1——滴定游离酸所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V'_1——滴定空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.221——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔c(NaOH)＝1.000mol/L〕相当的，以克表示的 2,4-滴酸的质量。

游离酚质量百分数 x_4，按式(4)计算：

$$x_4=\frac{c_2(V_2-V'_2)\times 0.163}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：c_2——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2——滴定游离酚所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V'_2——滴定空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.163——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔c(NaOH)＝1.000mol/L〕相当的，以克表示的 2,4-二氯酚的质量。

4.4 水分测定

按 GB 1600 中的卡尔·费休法测定。

4.5 乳液稳定性试验

取 0.5mL 试样，按 GB 1603 测定。上无浮油，下无沉淀(或沉油)为合格。

4.6 低温稳定性试验

量取约 100mL 试样于 150mL 烧杯中，放入 0±1℃的冰箱或冰水浴中，放置 1h，并不时加以搅拌，观查杯内是否有固体或油状物析出。没有，为合格。

4.7 热贮稳定性试验

4.7.1 仪器

恒温箱或恒温水浴；

安瓿：50mL，长颈；

注射器：50mL。

4.7.2 操作条件

用注射器将约 20mL 的试样，注入干净的安瓿中(避免样品接触安瓿颈)，将安瓿放于冰浴中冷却，用煤气灯封口。将封好的安瓿放入金属容器内，再将该容器放入 54±2℃恒温箱中(或将安瓿放入恒温水浴中)贮存 14d。从恒温箱(或恒温水浴)取出安瓿后，应在 24h 内完成所有检验项目。热贮后，各项指标仍符合标准要求。

5 检验规则

5.1 2,4-滴丁酯乳油产品应由生产厂的质量监督检验部门进行检验，生产厂应保证出厂的 2,4-滴丁酯乳油都符合本标准的要求，每批出厂的 2,4-滴丁酯乳油应附有质量证明书。

5.2 每批 2,4-滴丁酯乳油产品的批量应不超过包装贮罐的容量。

5.3 采样方法按 GB 1605 进行。

5.4 使用单位有权按照产品标准中的各项规定，核验所收到的 2,4-滴丁酯乳油是否符合本标准要求。

5.5 检验结果中，若有指标不符合标准，应重新自两倍量的包装件数中取样进行核验，重新核验的结果即使只有一项指标不符合要求时，则整批产品为不合格。

5.6 当供需双方对产品质量发生争议时，可以通过协商解决或由法定的检验机构按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 2,4-滴丁酯乳油的标志和包装应符合 GB 4838 中有关规定。

6.2 2,4-滴丁酯乳油应用清洁、干燥的玻璃瓶包装，每瓶净重为 0.5kg 或 1.0kg，外套草套或发泡气垫，紧密排列于纸箱或钙塑箱中，每箱净重不超过 20kg，也可根据用户要求采用其他形式的包装。所有包装 2,4-滴丁酯乳油的容器必须专用，不得装其他农药。

6.3 贮运时，严防潮湿和日晒，保持良好的通风，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。

6.4 有效期从出厂日期算起为 2 年，保证 2 年内各项指标符合标准要求。

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负责起草、技术归口，中国人民解放军 9719 厂参加起草。

本标准主要起草人姜敏怡、袁春凤、李秀杰、王学诚、梅宝贵、张振华、张代娣。