ICS 65.100.20
G 25
备案号:38703—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4466—2012

辛酰溴苯腈原药

Bromoxynil octanoate technical material

2012-12-28 发布　　2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO 规格 87.3 oct/TC/S/F(1995)《辛酰溴苯腈原药》(Bromoxynil octanoate technical material)。

本标准与 FAO 规格《辛酰溴苯腈原药》(Bromoxynil octanoate technical material)的主要技术差异及原因：

——FAO 控制外观为浅棕色或棕色晶状固体，带有特殊气味，本标准外观为灰白色至浅棕色固体；

——FAO 控制辛酰溴苯腈质量分数为≥92.0 %，本标准控制辛酰溴苯腈质量分数为≥96.0 %，本指标高于 FAO 规格；

——FAO 控制水分≤0.1 %，本标准控制水分≤0.5 %，辛酰溴苯腈原药在水中相对稳定，水分指标适度放宽，不会对原药质量带来影响；

——FAO 控制二甲苯不溶物≤0.1 %，本标准控制丙酮不溶物≤0.1 %，丙酮毒性小于二甲苯；

——FAO 控制硫酸盐灰，结合我国现实工艺合成路线及产品实际情况，本标准未控制该项指标。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：浙江禾本科技有限公司、江苏辉丰农化股份有限公司。

本标准主要起草人：马亚光、李秀杰、廖文斌、陈晓东。

辛酰溴苯腈原药

1 范围

本标准规定了辛酰溴苯腈原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、验收期。

本标准适用于由辛酰溴苯腈及其生产中产生的杂质组成的辛酰溴苯腈原药。

注：辛酰溴苯腈的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1600 农药水分测定方法(mod CIPAC MT 30)

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696：1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法(mod CIPAC MT 27)

GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法(mod CIPAC MT 31)

3 要求

3.1 外观

灰白色至浅棕色固体。

3.2 技术指标

辛酰溴苯腈原药还应符合表1的要求。

表1 辛酰溴苯腈原药控制项目指标

项 目		指 标
辛酰溴苯腈质量分数/%	≥	96.0
水分/%	≤	0.5
丙酮不溶物[a]/%	≤	0.1
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	≤	0.5
[a] 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。		

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三

级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 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。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与辛酰溴苯腈标样在 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。辛酰溴苯腈标样红外光谱图见图 1。

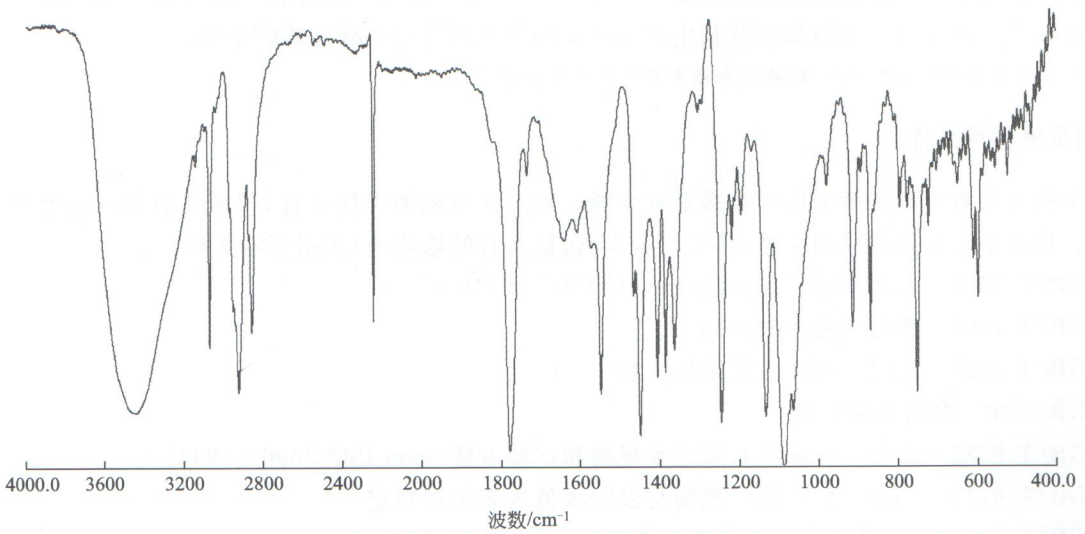


图 1 辛酰溴苯腈标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与辛酰溴苯腈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辛酰溴苯腈的保留时间，其相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 辛酰溴苯腈质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二环己酯为内标物，使用 DB-5 涂壁毛细管石英柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的辛酰溴苯腈进行气相色谱分离，内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

辛酰溴苯腈标样：已知辛酰溴苯腈质量分数，$w \geq 98.5$ %；

内标液：邻苯二甲酸二环己酯，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 3.0 g 邻苯二甲酸二环己酯，置于 500 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱，键合 DB-5(5 %苯甲基硅酮)，膜厚 0.25 μm。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温 240、汽化室 260、检测室 280；

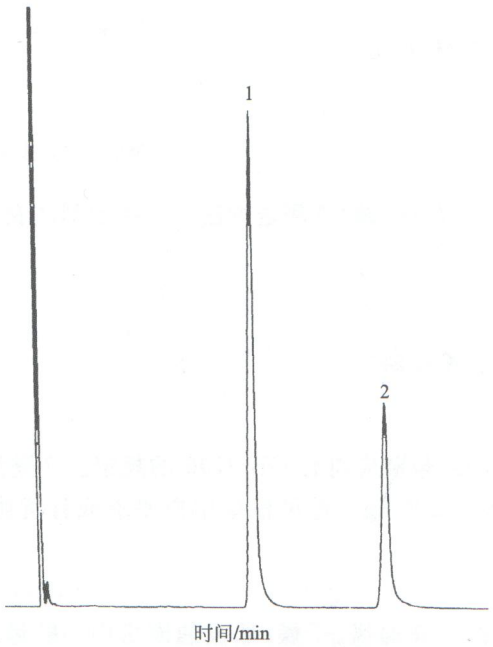
气体流量(mL/min)：载气(N_2)2.0、氢气 30、空气 300；

分流比：20∶1；

进样量：1.0 μL；

保留时间：辛酰溴苯腈约 5.0 min，邻苯二甲酸二环己酯约 7.3 min。

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。典型的辛酰溴苯腈原药与内标物的气相色谱图见图 2。



1——辛酰溴苯腈；

2——内标物（邻苯二甲酸二环己酯）。

图 2　辛酰溴苯腈原药与内标物的气相色谱图

4.4.5　测定步骤

4.4.5.1　标样溶液的制备

称取辛酰溴苯腈标样 0.05 g（精确至 0.000 1 g），置于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2　试样溶液的制备

称取含辛酰溴苯腈 0.05 g 的试样（精确至 0.000 1 g），置于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用 4.4.5.1 中使用的同一支移液管加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.3　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，直至相邻两针辛酰溴苯腈峰面积与内标物峰面积比相对变化小于 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。

4.4.5.4　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辛酰溴苯腈峰面积与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中辛酰溴苯腈的质量分数按式(1)计算：

$$w_1=\frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

w_1——试样中辛酰溴苯腈的质量分数，以%表示；

r_2——试样溶液中，辛酰溴苯腈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)；

w——标样中辛酰溴苯腈的质量分数，以%表示；

r_1——标样溶液中，辛酰溴苯腈峰面积与内标物峰面积比的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

辛酰溴苯腈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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 酸度的测定

按 GB/T 28135—2011 中“农药酸(碱)度测定方法——指示剂法农药原药测定方法”进行。

4.8 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

辛酰溴苯腈原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。辛酰溴苯腈原药包装应用清洁、干燥的铁桶包装，每桶净含量应不大于 200 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

辛酰溴苯腈原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。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。

5.3 安全

辛酰溴苯腈为低毒除草剂，吞噬和吸入均有毒，使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净，一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

辛酰溴苯腈原药验收期为1个月。从交货之日起1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）
辛酰溴苯腈的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分辛酰溴苯腈的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

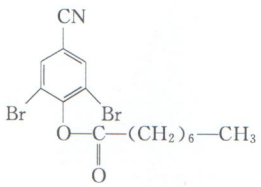
ISO 通用名称：bromoxynil octanoate

CIPAC 数字代码：87.3

CA 登录号：1689-99-2

化学名称：2,6-二溴-4-氰基苯基辛酸酯

结构式：



实验式：$C_{15}H_{17}Br_2NO_2$

相对分子质量：403.0

生物活性：除草

熔点：44.9 ℃

蒸气压(20 ℃)：0.133×10^{-6} Pa

溶解度(g/L)：几乎不溶于水，25 ℃时 丙酮大于 100，甲醇大于 100，二甲苯大于 700

稳定性：对光、热较稳定，在中性及微酸性介质中稳定，碱性条件下易分解