

ICS 65.100.20
G 25
备案号:38704—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4467—2012

辛酰溴苯腈乳油

Bromoxynil octanoate emulsifiable concentrates

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/EC/S/F(1995)《辛酰溴苯腈乳油》(Bromoxynil octanoate emulsifiable concentrates)。

本标准与 FAO 规格《辛酰溴苯腈乳油》(Bromoxynil octanoate emulsifiable concentrates)的主要技术差异及原因：

——FAO 控制酸度为 $\leq 0.0098K$ (K 为溴苯腈的标明含量)，结合我国产品的实际质量情况，本标准控制 pH 值范围为 4.5~7.5，辛酰溴苯腈在中性和弱酸性介质中稳定；

——FAO 规格热贮稳定性规定有效成分含量允许分解率 $\leq 5\%$ ，其他指标仍应符合标准要求，本标准热贮稳定性有效成分含量允许分解率 $\leq 3\%$ ，乳液稳定性指标仍应符合标准要求。

本标准的附录 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。

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。

辛酰溴苯腈乳油

1 范围

本标准规定了辛酰溴苯腈乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。
本标准适用于由辛酰溴苯腈原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的辛酰溴苯腈乳油。
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
- 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 4838 农药乳油包装
- 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 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辛酰溴苯腈原药制成，为稳定的均相液体，无可见的悬浮物或沉淀。

3.2 技术指标

辛酰溴苯腈乳油还应符合表 1 的要求。

表 1 辛酰溴苯腈乳油控制项目指标

项 目	指 标	
	25 %	30 %
辛酰溴苯腈质量分数/%	25.0 \pm _{-1.5} ^{1.5}	30.0 \pm _{-1.5} ^{1.5}
水分/% ≤	0.5	
pH 值范围	4.5~7.5	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	
低温稳定性 ^a	合格	
热贮稳定性 ^a	合格	
^a 正常生产时,低温稳定性试验、热贮稳定性试验每 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“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。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与辛酰溴苯腈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辛酰溴苯腈色谱峰的保留时间,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 的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 \times 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($^{\circ}\text{C}$):柱温 240、汽化室 260、检测室 280;

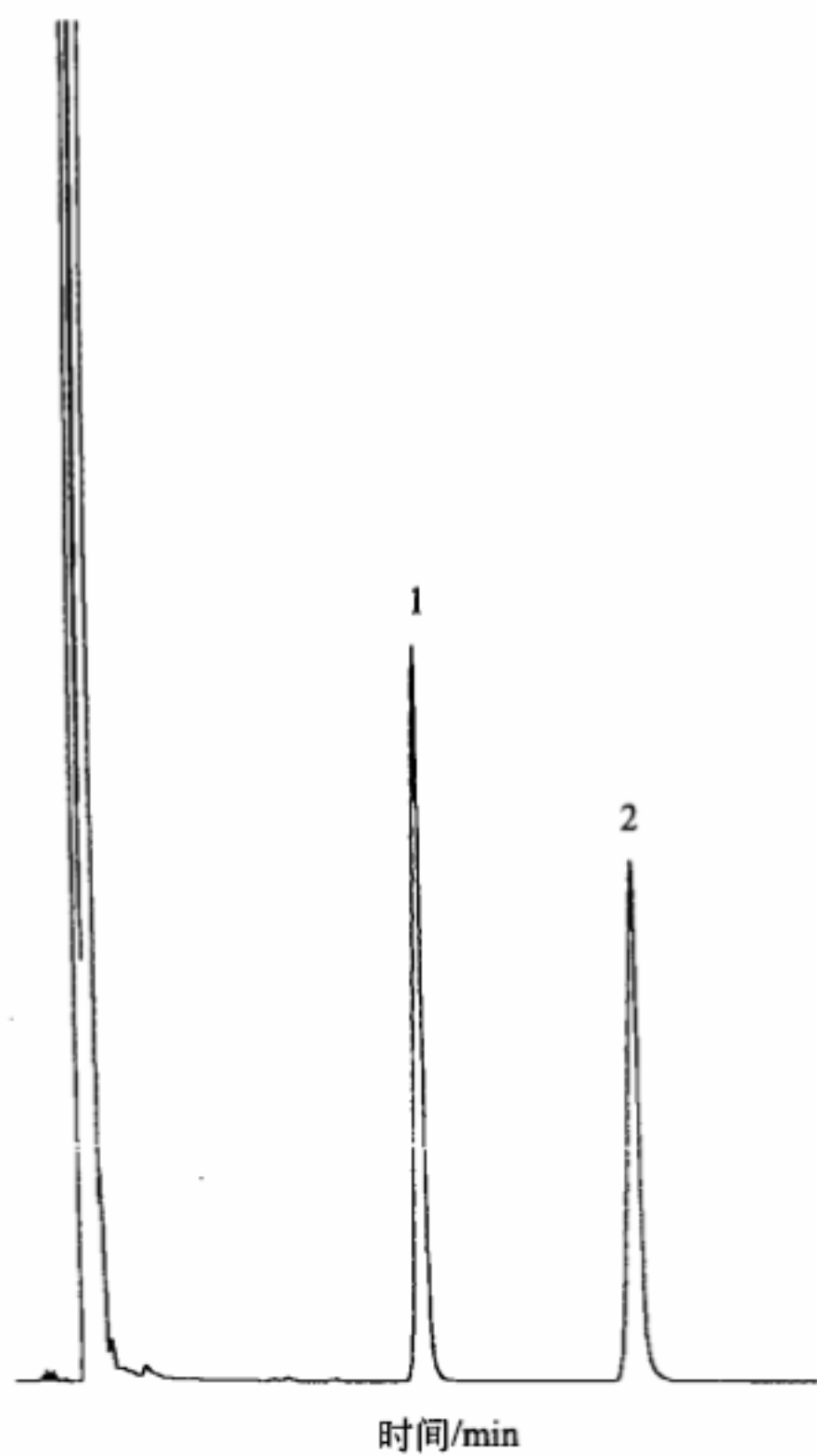
气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0、氢气 30、空气 300;

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。典型的辛酰溴苯腈乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



1——辛酰溴苯腈；
2——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 1 辛酰溴苯腈乳油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,用移液管准确加入 5 mL 内标液,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。

4.4.6 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:

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

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)。

4.4.7 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 0.8 %,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,无浮油(膏)、沉油和沉淀析出为合格。

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,辛酰溴苯腈质量分数应不低于贮前测得辛酰溴苯腈质量分数的 97 %,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。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

辛酰溴苯腈乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定;辛酰溴苯腈乳油用洁净、干燥的聚酯瓶包装,每瓶净含量为 250 g(mL)、500 g(mL);外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 kg;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 4838 的规定。

5.2 贮运

辛酰溴苯腈乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中;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

本品为低毒性除草剂,吞噬或吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时应穿戴防护用品,施药后应用肥皂水洗净。误服者应立即送往医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,辛酰溴苯腈乳油的保证期,从生产日期算起为两年。

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：

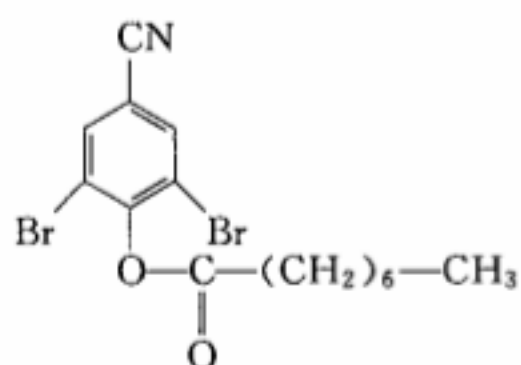
ISO 通用名称:bromoxynil octanoate

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°C

蒸气压(20°C): $0.133 \times 10^{-6} \text{ Pa}$

溶解度(g/L):几乎不溶于水; 25°C 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

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

辛 酰 溴 苯 腈 乳 油

HG/T 4467—2012

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 11 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1544

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责

定价:10.00 元

版权所有 违