

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 53289—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4938—2016

2,4-滴异辛酯乳油

2,4-D-ethylhexyl emulsifiable concentrates

2016-01-15 发布

2016-07-01 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：江苏永泰丰作物科学有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、江苏好收成韦恩农化股份有限公司。

本标准主要起草人：张丕龙、沈小德、田茂英、沈金健、杨丽娟。

2,4-滴异辛酯乳油

1 范围

本标准规定了 2,4-滴异辛酯乳油的要求, 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 2,4-滴异辛酯原药及其乳化剂溶解在适宜的溶剂中组成的 2,4-滴异辛酯乳油。

注: 2,4-滴异辛酯的其他名称、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/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

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 2,4-滴异辛酯原药与适宜的助剂加工制成。外观为稳定的均相液体, 无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

2,4-滴异辛酯乳油还应符合表 1 的要求。

表 1 2,4-滴异辛酯乳油控制项目指标

项 目	指 标		
	1 025 g/L	850 g/L	50 %
2,4-滴异辛酯质量分数 ^a /%	89.0±2.5	77.0±2.5	50.0±2.5
2,4-滴异辛酯质量浓度(20℃)/(g/L)	1 025±25	850±25	
游离酚(以 2,4-二氯苯酚计)/(g/kg) ≤	2.7	2.4	1.5
水分/%			

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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 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数，最终抽样量应不少于 100 g。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与 2,4-滴异辛酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中 2,4-滴异辛酯的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 2,4-滴异辛酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解。以邻苯二甲酸二己酯为内标物，使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的 2,4-滴异辛酯进行气相色谱分离和测定，以内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷。
2,4-滴异辛酯标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二己酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二己酯 4.0 g，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。

色谱处理机或色谱工作站。

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

4.4.4 气相色谱操作条件

温度：柱室 193 ℃，汽化室 260 ℃，检测器室 280 ℃；

气体流量：氮气 (N₂) 2.0 mL/min，氢气 (H₂) 30 mL/min，空气 300 mL/min，补偿气 25 mL/min；

分流比：20 : 1；

进样量：1.0 μL；

保留时间：2,4-滴异辛酯 11.2 min，邻苯二甲酸二己酯 17.2 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做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的 2,4-滴异辛酯乳油与内标物的气相色谱图见图 1。

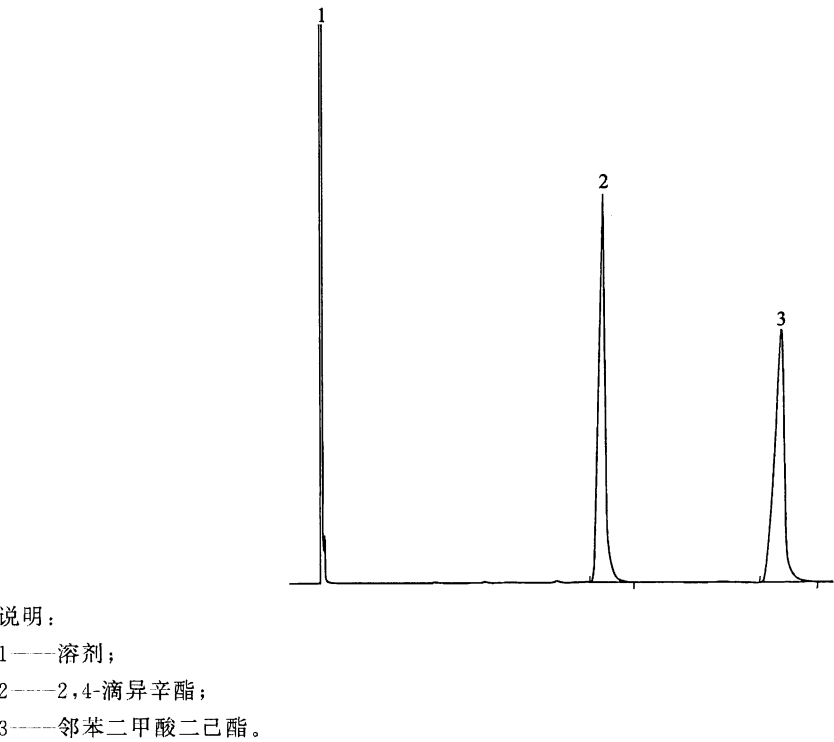


图 1 2,4-滴异辛酯乳油与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 2,4-滴异辛酯标样 0.1 g (精确至 0.000 1 g)，置于具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10 mL 内

HG/T 4938—2016

标溶液，再加入 10 mL 三氯甲烷，稀释后摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 2,4-滴异辛酯 0.1 g 的试样（精确至 0.000 1 g），置于具塞玻璃瓶中，用与 4.4.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液，再加入 10 mL 三氯甲烷，稀释后摇匀。

4.4.5.3 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-滴异辛酯与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积之比的相对变化小于 1.5 % 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。

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 2,4-滴异辛酯与内标物的峰面积之比分别进行平均。

试样中 2,4-滴异辛酯质量分数按公式（1）计算，2,4-滴异辛酯质量浓度按公式（1'）计算：

$$w_1 = \frac{\gamma_2 m_1 w}{\gamma_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{\gamma_2 m_1 w \rho \times 10}{\gamma_1 m_2} \dots\dots\dots (1')$$

- 式中：
- w_1 ——试样中 2,4-滴异辛酯质量分数，以 % 表示；
 - γ_2 ——试样溶液中 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积之比的平均值；
 - m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 - w ——标样中 2,4-滴异辛酯质量分数，以 % 表示；
 - γ_1 ——标样溶液中 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积之比的平均值；
 - m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
 - ρ_1 ——试样的质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；
 - ρ ——20℃ 时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 4472 进行测定）；
 - 10——换算系数。

4.4.7 允许差

2,4-滴异辛酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 游离酚含量的测定

4.5.1 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。

4.5.2 试剂和溶液

2,4-二氯苯酚标样：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： $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=0.05 \text{ mol/L}$ 。
2,4-二氯苯酚标样溶液：称取 2,4-二氯苯酚标样 0.01 g（精确至 0.000 1 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： $\rho=2 \text{ g/L}$ ，使用时用 20 g/L 贮备液稀释（贮备液在暗处可存放 3 个月）。
铁氰化钾水溶液： $\rho=4 \text{ g/L}$ （现用现配）。

4.5.3 仪器、设备

分光光度计。
带刻度移液管：2 mL。
移液管：5 mL，10 mL。
具塞量筒：50 mL。
石英比色皿：1 cm。

4.5.4 测定步骤

4.5.4.1 校正

用带刻度的移液管依次吸取 0.2 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.5 mL、2.0 mL 2,4-二氯苯酚标样溶液，加入 7 个具塞量筒中，用乙醇补加到 10 mL，再用移液管依次加入 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，最后一次剧烈摇动 1 min，再静置 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做图，得校正曲线。

4.5.4.2 测定

称取含 2,4-滴异辛酯 0.2 g（精确至 0.000 1 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，再用移液管依次加入 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，再静置 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 2,4-二氯苯酚标样溶液的体积（mL）。

游离酚质量分数按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{Vm_1w}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 w_2 ——游离酚质量分数的数值，单位为克每千克（g/kg）；
 V ——测得试样吸光度对应酚溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 w ——标样中 2,4-二氯苯酚质量分数，以 % 表示；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

HG/T 4938—2016

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 乳液稳定性的测定

用移液管吸取 0.5 mL 试样，用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行试验。量筒中上无浮油、下无沉油和沉淀析出为合格。

4.9 低温稳定性的测定

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。

4.10 热贮稳定性的测定

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。于热贮后 24 h 内对 2,4-滴异辛酯质量分数、乳液稳定性项目进行检测，检验结果 2,4-滴异辛酯质量分数应不低于贮前测得的 95 %，乳液稳定性应符合 3.2 的规定。

4.11 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、标签和包装

2,4-滴异辛酯乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。2,4-滴异辛酯乳油应用清洁、干燥的带外盖的聚酯瓶或塑料瓶包装，每瓶净含量 100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL。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 4838 的规定。

5.2 贮运

2,4-滴异辛酯乳油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

2,4-滴异辛酯是一种低毒类除草剂。吞噬或吸入均有毒，还可通过皮肤渗入。使用本品时应穿戴防护用品。如有接触，用肥皂和大量清水清洗。一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，2,4-滴异辛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-滴异辛酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分 2,4-滴异辛酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称：2,4-D-ethylhexyl

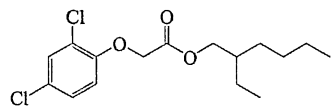
化学名称：2,4-二氯苯氧乙酸 2-乙基己酯

CAS 登记号 (CAS RN)：[1928-43-4]

EC No.：271-673-3

CIPAC 数字代码：1

结构式：



实验式：C₁₆H₂₂Cl₂O₃

相对分子质量：333.3 (按 2001 年国际相对原子质量)

生物活性：除草

熔点：小于 -37 °C

沸点：大于 300 °C (分解)

蒸气压 (25 °C)：47.9 mPa

密度 (20 °C)：1.148 g/mL

溶解度 (25 °C)：水 8.6×10⁻² mg/L；易溶于大多数有机溶剂

稳定性：水解 DT₅₀ 小于 1 h，对光稳定，DT₅₀ 大于 100 d，在 54 °C 稳定，闪点 171 °C (闭口杯)