

团 体 标 准

T/CCPIA 032—2020

2,4-滴异辛酯原药

2,4-D-ethylhexyl technical material

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：江西天宇化工有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、山东省农药科学研究院。

本标准主要起草人：林波、朱洪伟、狄凤娟、冯彦妮、覃柳琼、阳泽宇、张庆、田茂英、王玥。



CCPIA

2, 4-滴异辛酯原药

1 范围

本标准规定了2,4-滴异辛酯原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由2,4-滴异辛酯及其生产中产生的杂质组成的2,4-滴异辛酯原药。

注：2,4-滴异辛酯及主要杂质2,4-二氯苯酚的其他名称、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—2001 农药水分测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 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

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

GB/T 28135 农药酸（碱）度测定方法指示剂法

3 要求

3.1 外观

浅黄色至黄色油状液体，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

2,4-滴异辛酯原药还应符合表1要求。

表1 2,4-滴异辛酯原药控制项目指标

项 目	指 标
2,4-滴异辛酯质量分数/%	\geq 97.0
游离酚质量分数（以2,4-二氯苯酚计）/%	\leq 0.1
游离酸（以2,4-滴酸计）/%	\leq 1.2
水分/%	\leq 0.3
丙酮不溶物 ^a /%	\leq 0.1
^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 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.1 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——试样与标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异，2,4-滴异辛酯标样的红外光谱图见图 1。

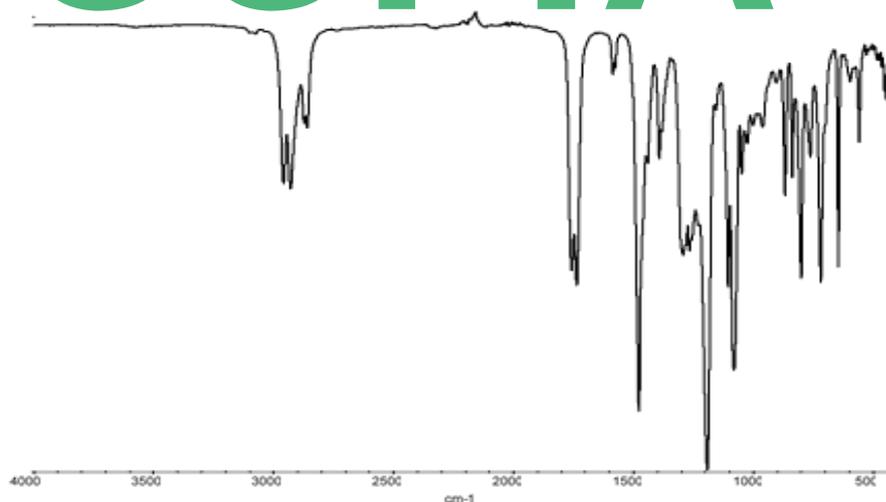


图1 2,4-滴异辛酯标样红外光谱图

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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中2,4-滴异辛酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在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

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二戊酯为内标物，使用Rtx-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，内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

丙酮。

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

内标：邻苯二甲酸二戊酯（应不含有干扰分析的杂质）。

内标溶液：称取4.0 g邻苯二甲酸二戊酯，置于500 mL容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，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。

色谱柱：Rtx-5 30 m×0.25 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚0.25 μm （或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

微量进样器：10 μL 。

超声波清洗器。

4.4.4 气相色谱操作条件

气体流量 (mL/min)：载气 (N_2) 1.0，氢气30，空气300。

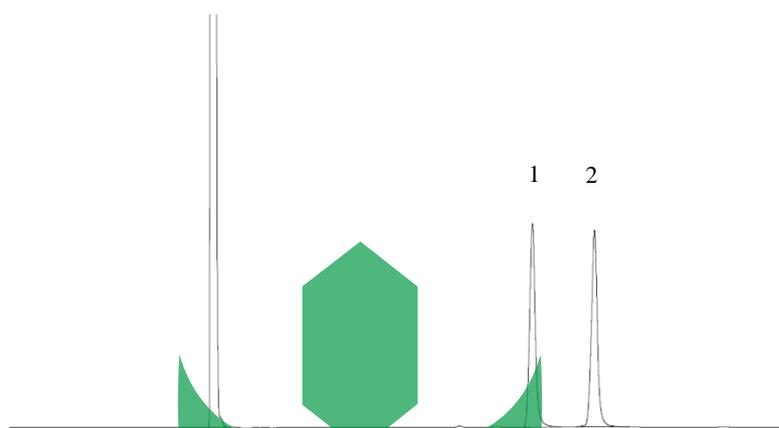
温度 ($^{\circ}\text{C}$)：柱温230，气化室260，检测室280。

分流比：50:1。

进样体积：1.0 μL 。

保留时间：2,4-滴异辛酯约6.0 min；邻苯二甲酸二戊酯约5.4 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2,4-滴异辛酯原药与内标物的气相色谱图见图2。



说明：

1——邻苯二甲酸二戊酯；

2——2,4-滴异辛酯。

图2 2,4-滴异辛酯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 0.05 g（精确到 0.000 1 g）2,4-滴异辛酯标样于 10 mL 容量瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）2,4-滴异辛酯的试样于 10 mL 容量瓶中，用与 4.4.5.1 中同一支移液管加入 5 mL 内标溶液，用丙酮稀释至刻度，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，直至相邻两针 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积比相对变化小于 1.5% 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 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中 2,4-滴异辛酯的质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ω_1 ——试样中 2,4-滴异辛酯的质量分数，以 % 表示；

r_1 ——两针标样溶液中 2,4-滴异辛酯与内标物峰面积之比的平均值；

r_2 ——两针试样溶液中 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，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中 2,4-滴异辛酯的质量分数，以 % 表示。

4.4.6 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 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 游离酚的测定

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，计算游离酚质量分数。

4.5.2 试剂和溶液

2,4-二氯苯酚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

乙醇。

异丙醇。

氨溶液： $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

乙醇异丙醇水溶液： $V(\text{乙醇}:\text{异丙醇}:\text{水}) = 2:1:3$ 。

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 01 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 储备液配制（储备液在暗处可存放 3 个月）。

铁氰化钾水溶液： $\rho = 4 \text{ g/L}$ （现用现配）。

4.5.3 仪器和设备

分光光度计。

微量刻度移液管：2 mL、5 mL。

移液管：5 mL、10 mL。

具塞容量瓶：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 0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL 和 1.0 mL 2,4-二氯苯酚标样溶液，加入 7 个具塞容量瓶中，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 1 cm 石英比色皿，以乙醇异丙醇水溶液作参比，于 520 nm 下测定其吸光度。

移取 10 mL 乙醇溶液，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的吸光度，对相应的酚溶液的体积作图，得校正曲线。

4.5.4.2 测定

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样于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。用移液管移取10 mL上述溶液于具塞容量瓶中，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，最后一次剧烈摇动1 min，再静置5 min。使用1 cm石英比色皿，以乙醇异丙醇水溶液作参比，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溶液A的体积（mL）

4.5.4.3 计算

游离酚的质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{V \times m_1 \times w}{m_2 \times 10} \quad (2)$$

式中：

ω_2 ——试样中游离酚的质量分数，以%表示；

V ——测得试样吸光度对应酚溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

w ——标样中2,4-二氯苯酚的质量分数，以%表示；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.5.5 允许差

游离酚质量分数两次平行测定结果之相对偏差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 游离酸的测定

按 GB/T 28135 进行。

计算公式中M——2,4-滴酸的摩尔质量，单位为克/摩尔（g/mol）（M=221 g/mol）。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，2,4-滴异辛酯原药的质量保证期，从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

2,4-滴异辛酯原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

2,4-滴异辛酯原药用内衬塑膜的铁通或塑料桶包装，每桶净含量 25 kg、50 kg 或最高每桶净含量不大于 200 kg。也可以根据用户要求和订货协议采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

2,4-滴异辛酯原药包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，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。



附录 A (资料性附录)

2,4-滴异辛酯及主要杂质 2,4-二氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 2,4-滴二甲胺盐的其他名称、结构式和基本物化参数

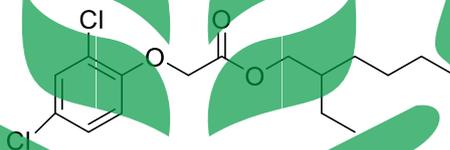
本产品有效成分 2,4-滴异辛酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: 2,4-D-ethylhexyl

CAS 登录号: 1928-43-4

化学名称: 2,4-二氯苯氧乙酸 2-乙基己酯

结构式:



实验式: $C_{16}H_{22}Cl_2O_3$

相对分子质量: 333.3

生物活性: 除草

熔点: $<-37\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 47.9 mPa

密度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 1.148 g/mL

溶解度 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水 0.086 mg/L, 易溶于多数有机溶剂

稳定性: 水解 $DT_{50} < 1\text{ h}$, 对光稳定, $DT_{50} > 100\text{ d}$, 在 $54\text{ }^{\circ}\text{C}$ 稳定

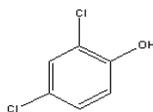
A.2 本产品中主要相关杂质 2,4-二氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: 2,4-dichlorophenol

CAS 登录号: 120-83-2

化学名称: 2,4-二氯苯酚

结构式:



实验式: $C_6H_4Cl_2O$

相对分子质量: 162.99

生物活性: 除草

熔点: $42\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 43\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解度：溶于乙醇、乙醚、氯仿、苯和四氯化碳，微溶于水

