

# T/ACCEM

团 体 标 准

T/ACCEM 392—2024

## 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油

Triclopyr-butotyl emulsifiable concentrate

2024-12-11 发布

2024-12-31 实施



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 技术要求 .....	1
5 试验方法 .....	2
6 检验规则 .....	5
7 验收和质量保证 .....	6
8 标志、标签、包装、储运 .....	6
附录 A（资料性） 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的其他名称、结构式和基本物理参数 .....	7

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由迈克斯（如东）化工有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：迈克斯（如东）化工有限公司、南通奥兰多置业有限公司、如东迈克斯机械有限公司、泸州东方农化有限公司、内蒙古世杰化工有限公司。

本文件主要起草人：李丽青、黄艳艳、李伟峰、王青楼、陈泓任、刘馨月、张文卓。

# 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油

## 1 范围

本文件规定了三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期、标志、标签、包装和储运。

本文件适用于三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油产品的质量控制。

注：三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 农药水分测定方法

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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28135 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

淡黄色或橙黄色液体，无正常视力可见悬浮物和沉淀。

### 4.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目	指标
三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯质量分数/%	62.0±2.5
水分/%	≤ 0.5
酸度（以 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计）/%	≤ 0.2
持久起泡性（1 min 后）/mL	≤ 60
乳液稳定性（稀释 200 倍）	量筒中无浮油（膏）、沉油和沉淀析出
低温稳定性	冷储后，离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL
热储稳定性	热储后三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的分解率不大于 5%，且三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯质量分数、酸度、乳液稳定性仍符合本文件的要求

## 5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

### 5.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

### 5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 的方法进行。用随机法确定抽样的包装件数，最终抽样量不少于 300 mL。

### 5.3 鉴别试验

本鉴别试验可与三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯质量分数测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

### 5.4 外观

在自然光下，于白色衬底的烧杯中目测外观。

### 5.5 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯质量分数

#### 5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水（0.5% 冰乙酸）=80+20 为流动相，使用以 C<sub>18</sub> 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 240 nm 下，对试样中的三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

#### 5.5.2 试样和溶液

5.5.2.1 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

5.5.2.2 乙腈：色谱级。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水。

5.5.2.4 冰乙酸：色谱纯。

### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长的紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物（或具等效效果的色谱柱）。

5.5.3.3 色谱工作站。

5.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：[乙腈：水（0.5% 冰乙酸）]=80：20，真空抽滤，装于棕色瓶，用超声波脱气。

5.5.4.2 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ （温差变化应不大于 2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

5.5.4.3 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.4 检测波长：240 nm。

5.5.4.5 进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间：三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯约 5.7 min。

5.5.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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。三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯标样和三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油试样的典型高效液相色谱图见图 1、图 2。

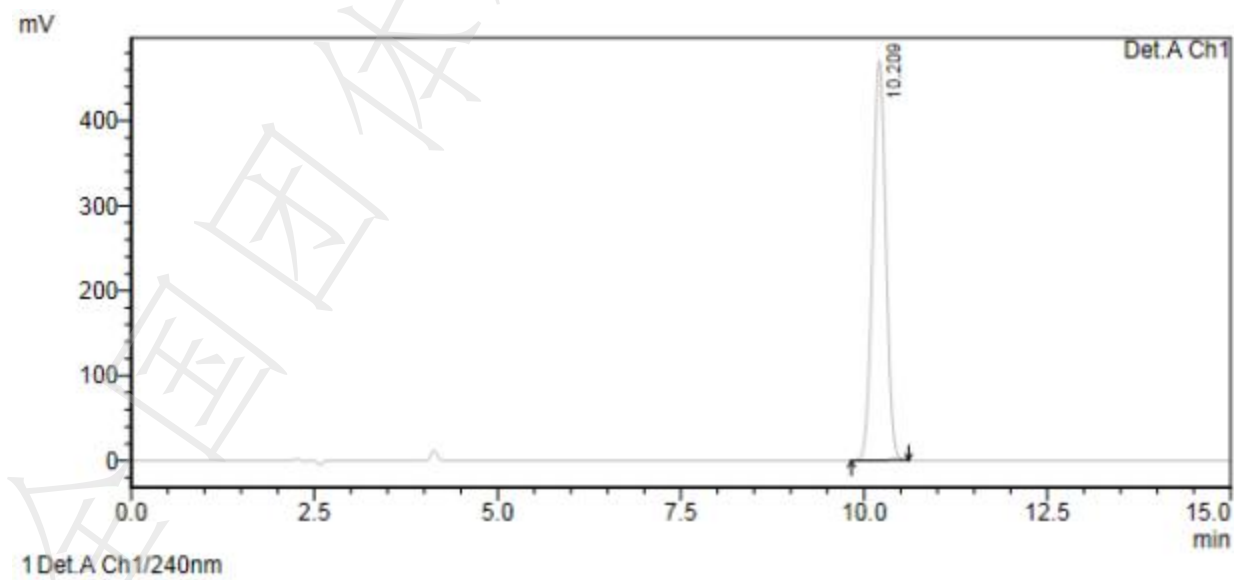


图 1 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯标样高效液相色谱图

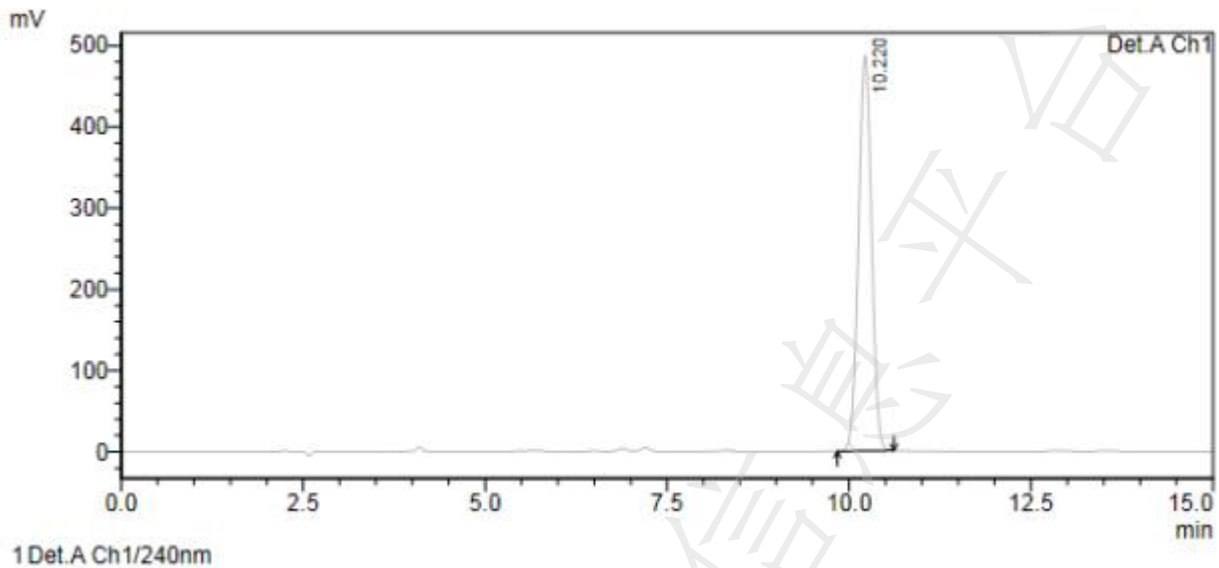


图 2 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油试样高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液配制

称取约 30 mg（精确至 0.01 mg）三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯标样，置于 50 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，混匀。

#### 5.5.5.2 试样溶液配制

称取约 48 mg（精确至 0.01 mg）三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯乳油试样，置于 50 mL 容量瓶中，加 2 mL 水进行乳化，再加入约 35 mL 乙腈溶解并超声至澄清，放至室温，用乙腈稀释到刻度、混匀。

#### 5.5.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标准溶液，直至相邻两针三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的相对响应值变化小于 1.5%，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。

### 5.5.6 结果计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯峰面积分别进行平均，试样中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的质量分数按公式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中：

$\omega_1$ ——试样中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的质量分数，单位为 %；

$A_1$ ——标样溶液中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯峰面积的平均值；

$A_2$ ——试样溶液中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为毫克（mg）；

$m_2$ ——试样的质量，单位为毫克（mg）；

$\omega$ ——标样中三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的质量分数，单位为 %。

#### 5.5.7 允许差

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。

#### 5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定进行。

#### 5.7 酸度

按 GB/T 28135 的规定进行。

#### 5.8 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定进行。

#### 5.9 乳液稳定性

将试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 的进行。

#### 5.10 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定进行。

#### 5.11 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.1.1 的规定进行。热储时，样品应密封储存，热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

### 6 检验规则

#### 6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为本文件第 4 章技术要求中外观、三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯质量分数、水分、酸度、持久起泡性、乳液稳定性。

#### 6.2 型式检验

型式检验项目为本文件第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行 1 次。有下列情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；
- d) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

#### 6.3 判定规则

6.3.1 按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件的要求。

6.3.2 按本文件第 5 章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合本文件第 4 章的技术要求判为该批次产品不合格。

## 7 验收和质量保证

### 7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

### 7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，产品的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件的要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

8.1.1 产品的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

8.1.2 产品宜采用阻隔瓶包装，包装规格有 100 mL、200 mL 等，也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但应符合 GB 4838 的规定。

### 8.2 储运

产品应储存在通风、干燥的库房中。储运时，严防潮湿和日晒，不应与食品、饮料、粮食、饲料等混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

## 附录 A

(资料性)

## 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的其他名称、结构式和基本物理参数

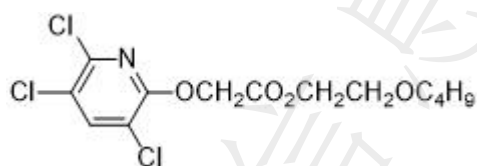
三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Triclopyr butotyl；

——CAS 登记号：64700-56-7；

——化学名称：[(3,5,6-三氯-2-吡啶)氧基]-乙酸乙酯丁氧基乙酯；

——结构式：



——分子式：C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>Cl<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>；

——相对分子量：356.6；

——生物活性：除草；

——溶解度：不溶于水，溶于一般有机溶剂；

——稳定性：常温下稳定。