

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

2 甲 4 氯钠原药

MCPA-Na technical material

征求意见稿

(本稿完成日期：2025 年 11 月)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本文件起草单位：XXX等。

本文件主要起草人：XXX等。

2 甲 4 氯钠原药

1 范围

本文件规定了2甲4氯钠原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了2甲4氯钠原药的试验方法。

本文件适用于由2甲4氯钠原药产品的质量控制。

注：2 甲 4 氯钠的其他名称、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 1600-2021 农药水分测定方法

GB/T 1601-2001 农药pH值的测定方法

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 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 28316—2011农药水不溶物测定方法

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

类白色固体粉末。

4.2 技术指标

2甲4氯钠原药还应符合表1要求。

表 1 2 甲 4 氯钠原药技术指标

项 目	指 标
2甲4氯钠质量分数/%	≥92.0
钠离子质量分数/%	≥9.2
游离酚质量分数（以4-氯邻甲酚计）/%	≤0.3
水分/%	≤5.0
pH值	4.0~7.0
水不溶物 ^a /%	≤0.2
^a 正常生产时，水不溶物每3个月至少测定一次。	

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。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001中5.3.1进行，用随机数表法确定取样的包装件，最终取样量应不少于100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

2甲4氯钠原药与2甲4氯钠标样在400 cm⁻¹~4000 cm⁻¹范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。2甲4氯钠标样红外光谱图见图1。

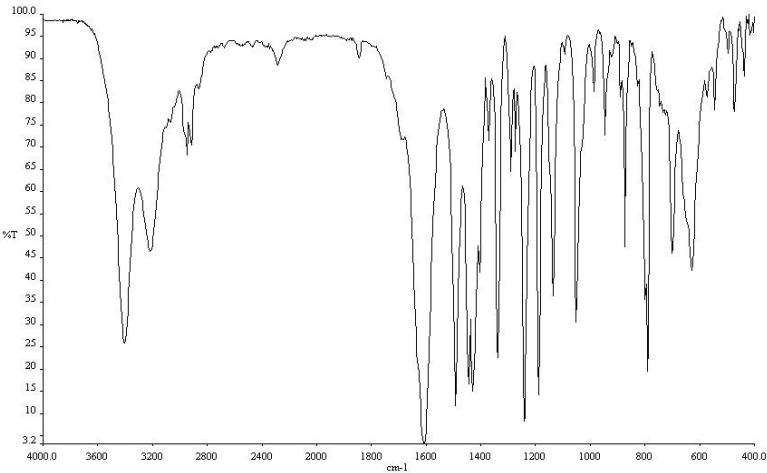


图 1 2 甲 4 氯钠标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与2甲4氯钠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甲4氯的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 2甲4氯钠质量分数的测定

5.5.1 原理

试样用流动相溶解，以甲醇+水+磷酸为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230nm下，对试样中的2甲4氯钠进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 甲醇：色谱纯。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水；

5.5.2.3 磷酸；

5.5.2.4 磷酸水溶液：新蒸二次蒸馏水用磷酸调 pH=2.5；

5.5.2.5 2甲4氯标样：已知2甲4氯质量分数且不低于99.0%。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；

5.5.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）；

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

5.5.3.4 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：ψ_(甲醇:磷酸水溶液) = 65 : 35，经滤膜过滤，并进行脱气；

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min；

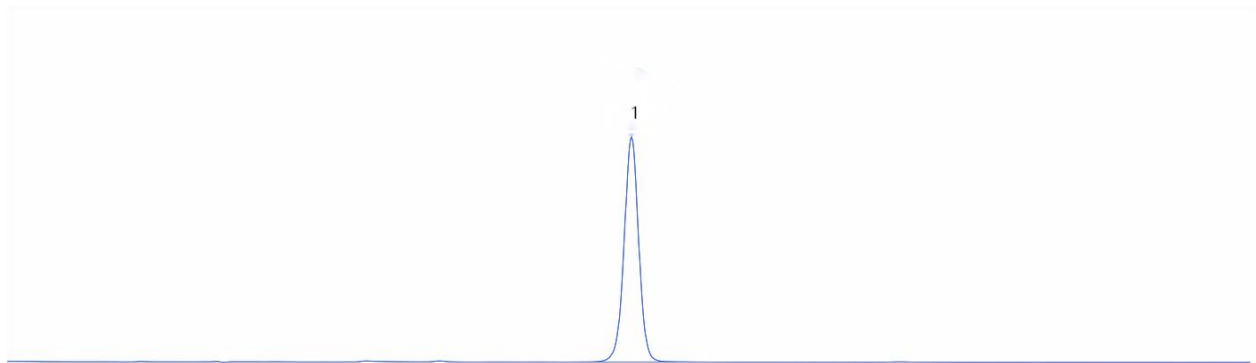
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于 2℃)；

5.5.4.4 检测波长：230 nm；

5.5.4.5 进样体积：5 μL；

5.5.4.6 保留时间：2甲4氯约 4.0 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甲4氯钠原药高效液相色谱图见图2。



标引序号说明：
1-2 甲 4 氯。

图 2 2 甲 4 氯钠原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.02 g(精确至0.000 01 g)2甲4氯标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL流动相，超声波振荡5 min溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.02 g(精确至0.000 01 g)2甲4氯的试样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL流动相，超声波振荡5 min溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 测定

在5.5.4色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针2甲4氯峰面积相对变化小于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。

5.5.6 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 甲 4 氯的峰面积分别进行平均，试样中 2 甲 4 氯钠的质量分数按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times 1.11 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- w_1 ——试样中2甲4氯钠质量分数，%；
- A_2 ——试样溶液中2甲4氯峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克(g)；
- w ——标样中2甲4氯的质量分数，%；
- A_1 ——标样溶液中2甲4氯峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)；
- 1.11——2甲4氯钠和2甲4氯相对分子质量比例。

5.5.7 允许差

2甲4氯钠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。

5.6 钠离子质量分数的测定

5.6.1 原理

试样用水溶解，以甲基磺酸水溶液为淋洗液（或根据其他仪器及色谱柱类型选择合适的淋洗液），使用阳离子分析柱和电导检测器的离子色谱仪，对试样中的钠离子进行离子色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂或材料

5.6.2.1 甲基磺酸。

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.3 氯化钠标样：已知氯化钠质量分数且不低于99.0%。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 离子色谱仪：具有电导检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.0 mm(内径)DionexIonPac CS12A 阳离子分析柱(或同等效果的色谱柱)。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

5.6.3.4 超声波清洗器。

5.6.4 离子色谱操作条件

5.6.4.1 淋洗液：甲基磺酸水溶液， $c_{\text{甲基磺酸}}=20 \text{ mmol/L}$ （或根据其他仪器及色谱柱类型选择合适的淋洗液）。

5.6.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.6.4.3 进样体积：25 μL。

5.6.4.4 柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

5.6.4.5 保留时间：钠离子约3.9 min。

5.6.4.6 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果，典型的2甲4氯钠原药中钠离子的离子色谱谱图见图3。



标引序号说明：

1——钠离子。

图3 2甲4氯钠原药中钠离子的离子色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 氯化钠标样溶液的制备

称取0.1 g(精确至0.000 1 g)氯化钠标样,置于100 mL塑料容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液于100 mL塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取0.1 g(精确至0.000 1 g)试样,置于100 mL塑料容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于100 mL塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针氯化钠标样溶液,直至相邻两针钠离子峰面积相对变化小于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。

5.6.6 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钠离子的峰面积分别进行平均。试样中钠离子的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times n} \times \frac{M_1}{M_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样中钠离子的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中钠离子峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中氯化钠的质量分数, %;

A_1 ——标样溶液中钠离子峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

n ——标样溶液与样品溶液稀释的倍数比, $n=10$;

M_1 ——氯化钠标样中钠离子的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M_1(\text{Na}^+)=22.99$;

M_2 ——氯化钠标样中氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M_2(\text{NaCl})=58.44$ 。

5.6.7 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于3.0%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 游离酚质量分数的测定

5.7.1 原理

将试样溶于乙醇氨水溶液中,加入4-氨基安替比林和铁氰化钾溶液显色,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。

5.7.2 试剂或材料

5.7.2.1 乙醇。

5.7.2.2 异丙醇。

5.7.2.3 氨水。

5.7.2.4 氨溶液： $c_{\text{NH}_3} = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

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

5.7.2.6 4-氯邻甲酚标样：已知质量分数且不低于 98.0%。

5.7.2.7 酚标准溶液：将 0.01 g（精确至 0.000 1 g）4-氯邻甲酚标样置于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 乙醇使之溶解，用乙醇稀释至刻度，摇匀。

5.7.2.8 4-氨基安替比林水溶液： $\rho = 2 \text{ g/L}$ ，使用时用 20 g/L 贮备液配置（贮备液在暗处可存放 3 个月）。

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

5.7.3 仪器设备

5.7.3.1 紫外-可见分光光度计。

5.7.3.2 移液器。

5.7.3.3 具塞量筒：25 mL。

5.7.4 测定步骤

5.7.4.1 校正

用移液器依次移入 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 和 2.0 mL 4-氯邻甲酚标准溶液，加入 7 个具塞量筒中，用乙醇将其补加到 10 mL，再依次加入 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，静置 5 min~10 min 后，立即使用 1 cm 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。

从酚标准溶液测得的吸光度减去空白的吸光度，对相应的酚溶液体积作图，得校正曲线。

5.7.4.2 测定

称取 0.5 g（精确至 0.000 1 g）的试样置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 乙醇使之溶解，用乙醇稀释至刻线，摇匀，过滤。用移液器移取 10 mL 试样溶液于具塞量筒中，再依次加入 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，静置 5 min~10 min 后，立即使用 1 cm 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，减去空白的吸光度。由校正曲线查出该吸光度对应于酚标准溶液的体积 (mL)。

5.7.5 计算

试样中的游离酚质量分数按式(3)计算：

$$\omega_1 = \frac{V \times m_1 \times \omega \times 5}{V_1 \times m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω_1 ——试样中游离酚质量分数，%；

V ——测得试样吸光度所对应的体积，单位为毫升(mL)；

m_1 ——4-氯邻甲酚标样的质量的数值，单位为克(g)；

ω ——4-氯邻甲酚标样标样的质量分数，以百分数(%)表示；

V_1 ——配制酚标准溶液的体积，单位为毫升(mL)，本标准中 $V_1=100$ mL；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

5——换算系数。

5.7.6 允许差

两次平行测定结果之相对差，应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.8 水分

按 GB/T 1600-2021中4.2进行。

5.9 pH 值

按 GB/T 1601进行。

5.10 水不溶物

按 GB/T 28136—2011 中3.2进行。

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。出厂检验项目为第4章技术指标中除水不溶物以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，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) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

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，2甲4氯钠原药的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

2甲4氯钠原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796的规定；2甲4氯钠原药采用塑料桶、编织袋内衬塑料袋、铁桶内衬塑料袋或纸板桶包装，注意不能使其直接接触金属，每件净含量不宜超过50 kg；也可根据用户要求和订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796的规定。

8.2 储运

2甲4氯钠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)

2 甲 4 氯、2 甲 4 氯钠的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分2甲4氯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

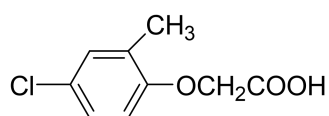
2甲4氯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：MCPA。

CAS登记号：94-74-6。

化学名称：2-甲基-4-氯苯氧乙酸。

结构式：



实验式： $C_9H_9ClO_3$ 。

相对分子质量：200.6。

生物活性：除草。

熔点：119~120.5℃。

蒸汽压(25℃)： 2.3×10^{-2} mPa (20℃)。

溶解度(25℃, g/L)：水 0.734, 乙醇 1530, 乙醚 770, 丙酮 488, 甲苯 26.5, 二甲苯 49, 庚烷 5。

稳定性：常温稳定。

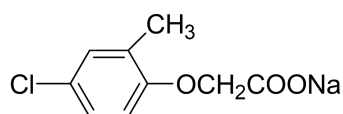
本产品2甲4氯钠的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：MCPA-Na。

CAS登记号：3653-48-3。

化学名称：2-甲基-4-氯苯氧乙酸钠。

结构式：



实验式： $C_9H_8O_3ClNa$ 。

相对分子质量：222.6。

生物活性：除草。

熔点：120℃

溶解度(25℃, g/L)：水 0.734, 乙醇 1530, 乙醚 770, 丙酮 488, 甲苯 26.5, 二甲苯 49, 庚烷 5

稳定性：易吸潮，但是其有效成分2甲4氯不降解，具有良好的储存稳定性