



中华人民共和国国家标准

GB/T 33808—2017

草 铵 磷 原 药

Glufosinate-ammonium technical material

2017-05-31 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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/TC 133)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:永农生物科学有限公司、河北威远生化农药有限公司、江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、乐斯化学有限公司、宁夏新安科技有限公司、江苏皇马农化有限公司、石家庄瑞凯化工有限公司宏润分公司、江苏好收成韦恩农化股份有限公司、拜耳作物科学(中国)有限公司、利尔化学股份有限公司、江苏春江润田农化有限公司、四川乐山市福华通达农药科技有限公司。

本标准主要起草人:王海霞、谷兵、吴克孟、杨锦蓉、周雪芳、胡春红、张万昌、夏强军、宦志东、许丽、沈金健、谢毅、刘惠华、秦欣、次素英、庄夕华、黄川。

草 铵 磷 原 药

1 范围

本标准规定了草铵磷原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装和贮运。
本标准适用于由草铵磷及其生产中产生的杂质组成的草铵磷原药。
注：草铵磷的其他名称、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 1601 农药 pH 值测定方法
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 28136—2011 农药水不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至浅黄色粉末。

3.2 技术指标

草铵磷原药应符合表 1 要求。

表 1 草铵磷原药控制项目指标

项 目	指 标
草铵磷质量分数/% ≥	95.0
水不溶物 ^a /% ≤	0.2
pH 值范围	4.0~7.0
^a 正常生产时,水不溶物每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

警示: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 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 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

4.3.1 草铵膦的鉴别试验

红外光谱法——试样与草铵膦标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。草铵膦标样红外光谱图见图 1。

高效液相色谱法——本鉴别试验可与草铵膦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草铵膦的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

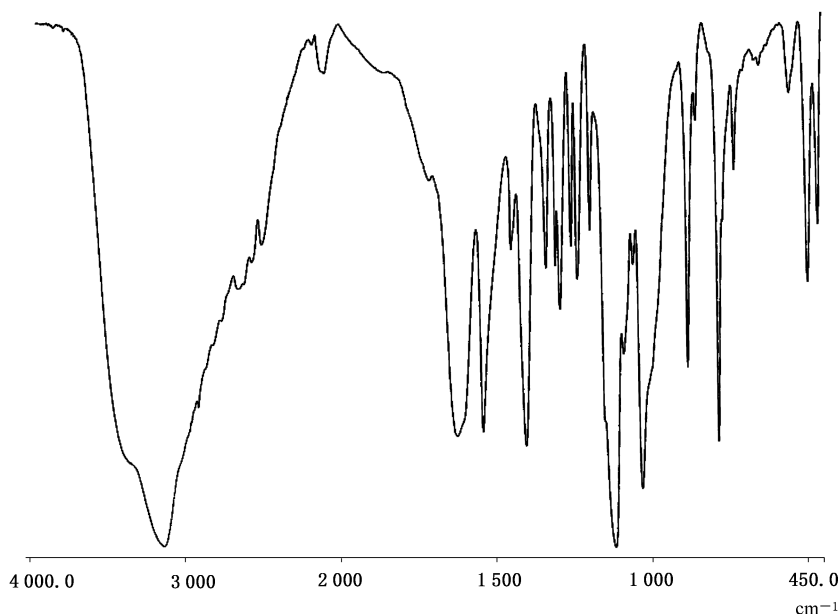


图 1 草铵膦标样的红外光谱图

4.3.2 铵离子的鉴别试验

离子色谱法——在相同的色谱操作条件下,试样溶液中铵离子的保留时间与标样溶液中铵离子色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。铵离子的离子色谱鉴别方法参见附录 B。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.4 草铵膦质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以磷酸二氢钾水溶液和甲醇为流动相,使用强阴离子交换(SAX)柱和紫外检

测器(195 nm),对试样中的草铵膦进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

磷酸二氢钾。

水:新蒸二次蒸馏水。

草铵膦标样:已知草铵膦质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱:250 mm×4.6 mm (i.d.) 强阴离子交换不锈钢柱,内装 SAX,5 μm 填充物。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

定量进样管:20 μL 。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相:称取 6.80 g 磷酸二氢钾,用 970 mL 新蒸二次蒸馏水溶解,加入 30 mL 甲醇,经滤膜过滤,并进行脱气, $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.05 \text{ mol/L}$;

流速:1.0 mL/min;

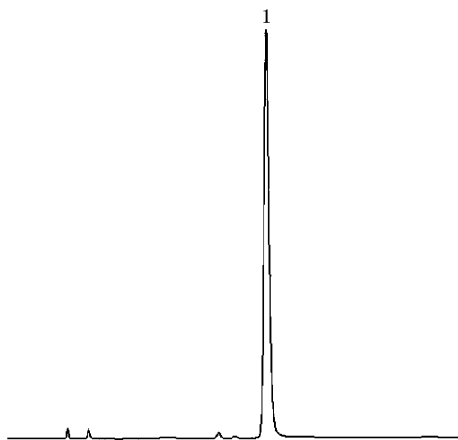
柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;

检测波长:195 nm;

进样体积:20 μL ;

保留时间:草铵膦约 9.9 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。典型的草铵膦原药高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——草铵膦。

图 2 草铵膦原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取草铵膦标样 0.05 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加流动相振荡使之溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含草铵膦 0.05 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加流动相振荡使之溶解,用流动相稀释至刻度,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,直至相邻两针草铵膦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。

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草铵膦峰面积分别进行平均。试样中草铵膦的质量分数,按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中草铵膦的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,草铵膦峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中草铵膦的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,草铵膦峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

草铵膦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 水不溶物的测定

按 GB/T 28136—2011 中 3.3 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。草铵膦原药验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装和贮运

6.1 标志、标签、包装

草铵膦原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

草铵膦原药容易吸潮,可采用内衬防潮塑料袋的编织袋或防潮桶包装,每桶(袋)净重 25 kg。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 3796 的规定。

6.2 贮运

草铵膦原药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。

附 录 A
(资料性附录)

草铵膦的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分草铵膦的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

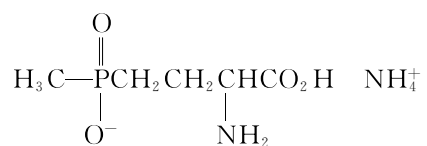
ISO 通用名称: Glufosinate-ammonium

CAS 登记号: 77182-82-2

CIPAC 数字代码: 437

化学名称: 4-[羟基(甲基)膦酰基]-DL-高丙氨酸铵; DL-高丙氨酸-4-基(甲基)次膦酸铵

结构式:



实验式: $\text{C}_5\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}_4\text{P}$

相对分子质量: 198.16

生物活性: 除草

熔点: 215 °C

蒸汽压(25 °C): <0.1 mPa(20 °C)

溶解度(20 °C, g/L): 水 1 370(22 °C), 丙酮 0.16, 乙醇 0.65, 乙酸乙酯 0.14, 甲苯 0.14, 正己烷 0.2

稳定性: 对光稳定

附录 B

(资料性附录)

铵离子的离子色谱鉴别方法

B.1 方法提要

试样用水溶解,以甲基磺酸水溶液为流动相,使用阳离子分析柱和电导检测器的离子色谱仪,对试样中的铵离子进行分离和鉴别。

B.2 试剂和溶液

甲基磺酸;

水:去离子水;

氯化铵标样:已知氯化铵质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

离子色谱仪:具有电导检测器;

色谱工作站;

色谱柱:250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A 阳离子分析柱;

过滤器:滤膜孔径约 0.22 μm ;

超声波清洗器。

B.4 离子色谱操作条件

淋洗液:12 mmol/L 甲基磺酸水溶液。

流速:1.0 mL/min。

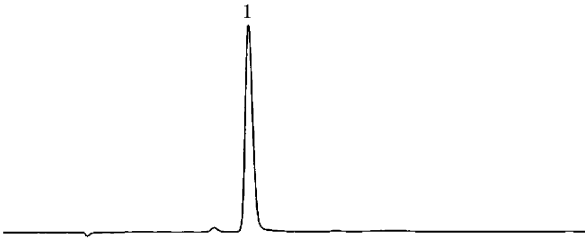
柱温:20 $^{\circ}\text{C}$ 。

电导池温度:35 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样体积:5 μL 。

保留时间:铵离子约 6.8 min。

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。典型的草铵膦原药中铵离子的离子色谱谱图见图 B.1。



说明：
1——铵离子。

图 B.1 草铵膦原药中铵离子的离子色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取 0.06 g 氯化铵标样(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取上述溶液 1 mL 于另一 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

B.5.2 试样溶液的制备

称取 0.1 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取上述溶液 2 mL 于另一 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

B.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针氯化铵标样溶液,直至相邻两针铵离子保留时间相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液的顺序进行测定。在相同的离子色谱条件下,试样溶液中铵离子色谱峰的保留时间与标样溶液中铵离子色谱峰的保留时间,其相对差值在 1.5%以内,则确定试样中存在铵离子。
