

团 体 标 准

T/CCPIA 053—2020

50%草铵膦母药

50% Glufosinate-ammonium technical concentrate

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：利尔化学股份有限公司、河北威远生物化工有限公司、四川省乐山市福华通达农药科技有限公司、巴斯夫植物保护（江苏）有限公司、内蒙古灵圣作物科技有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、山东亿盛实业股份有限公司、石家庄瑞凯化工有限公司、宁夏泰益欣生物科技有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：谷兵、尹秀娥、杨波、刘惠华、刘丽红、杨锦蓉、胡金凤、张风林、陈永泽、李宝、王永昌、靳慧娟、刘鹏。



CCPIA

50%草铵膦母药

1 范围

本标准规定了50%草铵膦母药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由草铵膦及其生产中产生的杂质组成的草铵膦母药。

注：草铵膦的其他名称、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 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

无色至棕黄色稳定液体，无可见外来添加物。

3.2 技术指标

50%草铵膦母药还应符合表1要求。

表1 50%草铵膦母药控制项目指标

项 目	指 标
草铵膦质量分数/%	50.0 ^{+2.5} _{-2.5}
铵离子质量分数 ^a /%	≥ 4.5
水不溶物/%	≤ 0.3
pH 范围	4.0~8.0
^a 正常生产时，铵离子质量分数每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 5.3.2 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

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色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3.2 铵离子的鉴别试验

离子色谱法——本鉴别试验可与铵离子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铵离子色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 草铵膦质量分数的测定

4.4.1 方法提要

配制 0.05 mol/L 磷酸二氢钾缓冲水溶液，作为流动相和溶解溶剂，使用以 ZORBAX SAX 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 195 nm 下对试样中的草铵膦进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

磷酸二氢钾。

草铵膦标样：已知质量分数， $\omega \geq 97.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ZORBAX SAX、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：100 μL。

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 1 L 水溶解，超声振荡使其完全溶解，经滤膜过滤， $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

流量：1.0 mL/min。

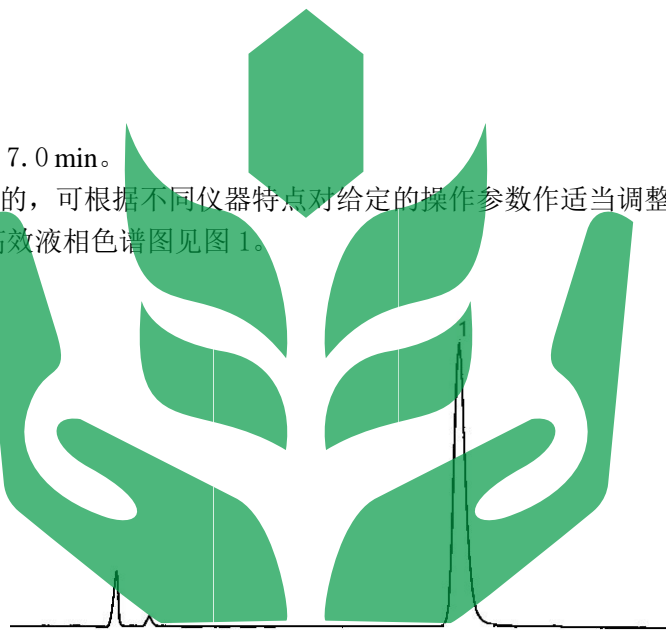
柱温：30 °C。

检测波长：195 nm。

进样体积：20 μL 。

保留时间：草铵膦约 7.0 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 50% 草铵膦母药高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——草铵膦。

图1 50%草铵膦母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 0.05 g（精确至 0.000 1 g）草铵膦标样于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，备用。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）草铵膦的试样于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，备用。

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的草铵膦峰面积分别进行平均，试样中草铵膦质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_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）；

ω ——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）。

4.4.6 允许差

草铵膦质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.6%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 铵离子质量分数的测定

4.5.1 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，外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲基磺酸。

水：去离子水。

氯化铵标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

4.5.3 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。

4.5.4 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。

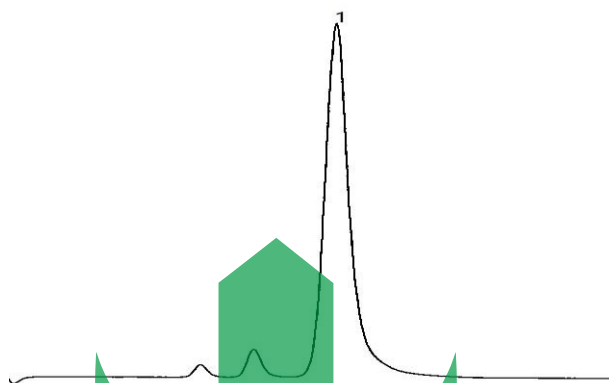
柱温：20 ℃。

电导池温度：35 ℃。

进样体积：5 μL。

保留时间：铵离子约6.5 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50%草铵膦母药中铵离子的离子色谱图见图2。



说明:

1——铵离子。

图2 50%草铵膦母药中铵离子的离子色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.06 g (精确至0.000 1 g) 氯化铵标样于100 mL容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 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。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取0.2 g (精确至0.000 1g) 试样于100 mL容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 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。

4.5.5.3 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、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.5.6 计算

试样中铵离子的质量分数按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times \frac{M_1}{M_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

ω_2 ——铵离子的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中, 铵离子峰面积的平均值;

m_1 ——氯化铵标样的质量, 单位为克(g);

ω ——氯化铵标样中氯化铵的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中, 铵离子峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

M_1 ——氯化铵标样中铵离子的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol), [$M_1(\text{NH}_4^+) = 18.04$];

M_2 ——氯化铵标样中氯化铵的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol), [$M_2(\text{NH}_4\text{Cl}) = 53.49$].

4.5.7 允许差

铵离子质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水不溶物的测定

按 GB/T 28136—2011 中 3.3 进行。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 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，50%草铵膦母药的质量保证期，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

草铵膦母药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

草铵膦母药包装采用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装，注意不能使其接触金属。每桶净含量 200 kg 或 200 L。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 3796 的规定。

6.2 储运

草铵膦母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)

草铵膦的其他名称、结构式和基本物化参数

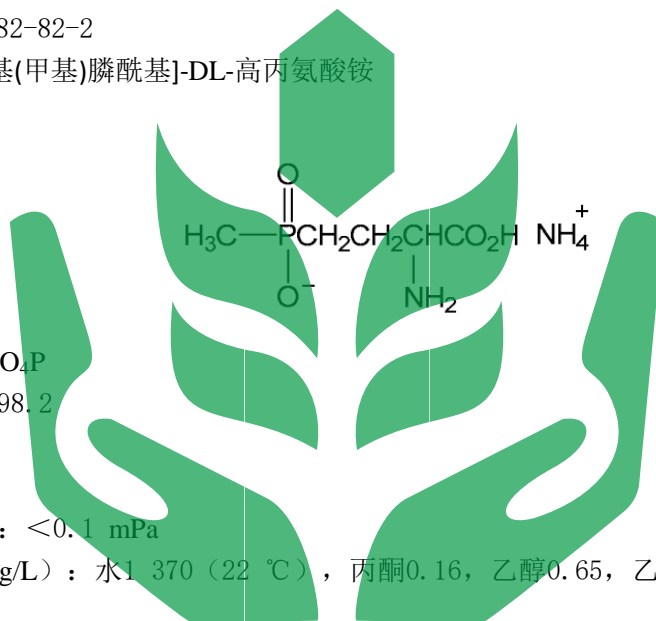
本产品有效成分草铵膦的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名: Glufosinate-ammonium

CAS登录号: 77182-82-2

化学名称: 4-[羟基(甲基)膦酰基]-DL-高丙氨酸铵

结构式:



实验式: $C_5H_{15}N_2O_4P$

相对分子质量: 198.2

生物活性: 除草

熔点: 215 °C

蒸气压 (20 °C): <0.1 mPa

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

CCPIA