

团 体 标 准

T/CCPIA 002-2019

88%草铵磷可溶粒剂

88% Glufosinate-ammonium soluble granules

2019-02-25 发布

2019-03-01 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：浙江新安化工集团股份有限公司、侨昌现代农业有限公司、山东奥坤作物科学股份有限公司、农业农村部农药检定所。

本标准主要起草人：何智宇、黄伟、叶珊、叶世胜、邹淑芳、翟慎吉、王庆敏、郭海霞。

团体标准

88%草铵膦可溶粒剂

1 范围

本标准规定了 88%草铵膦可溶粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的草铵膦原药、载体及适宜的助剂加工而成的 88%草铵膦可溶粒剂。

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 1600—2001 农药水分的测定方法

GB/T 1601 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 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 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T 32777 农药溶解程度和溶液稳定性的测定方法

GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

3 要求

3.1 外观

应为干燥的、能自由流动的颗粒，无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

88%草铵膦可溶粒剂还应符合表 1 要求。

表1 88%草铵膦可溶粒剂控制项目指标

项 目	指 标
草铵膦质量分数/%	88.0 _{2.5} ^{+2.5}
水分/% ≤	3.0
pH 范围	4.0~7.0
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL ≤	50
溶解程度和溶液稳定性(通过 75 μm 标准筛)/% (5 min 后残余物) ≤	1.0
(18 h 后残余物) ≤	0.1
耐磨性/% ≥	98
粉尘 ^a	合格
热储稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时，粉尘、热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。	

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 5.3.3 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 600 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——在相同的色谱操作条件下，试样溶液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。铵离子的色谱鉴别方法参见附录 B。

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,流动相:称取 6.80 g 磷酸二氢钾于 970 mL 水中,加 30 mL 甲醇,使用 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

甲醇:色谱纯。

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:50 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 磷酸二氢钾于 970 mL 水中,加 30 mL 甲醇,经滤膜过滤,并进行超声脱气;

流量:1.0 mL/min;

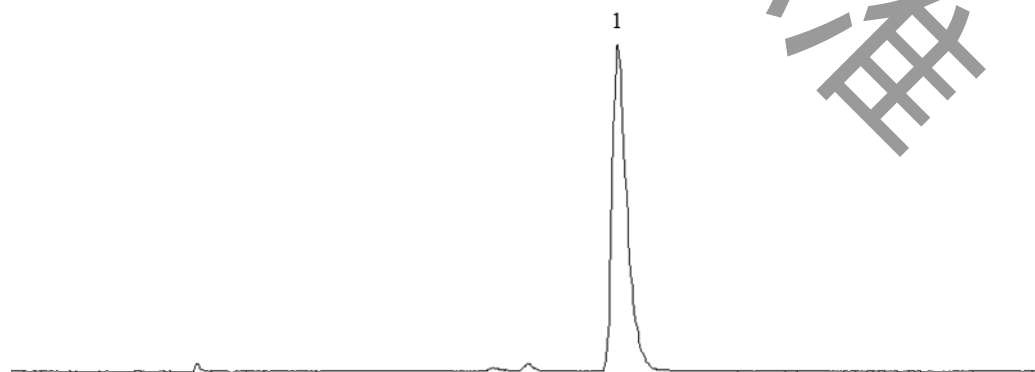
柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;

检测波长:195 nm;

进样体积:20 μL ;

保留时间:草铵膦约 8.9 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 88% 草铵膦可溶剂剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——草铵膦。

图1 88%草铵膦可溶粒剂的高效液相色谱图

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 1g) 草铵膦标样于 50 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使标样溶解, 冷却至室温, 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) 草铵膦的试样于 50 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使样品溶解, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。

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_1 ——标样溶液中草铵膦峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中草铵膦峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

ω ——标样中草铵膦的质量分数, 以%表示。

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 1.0%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.8 溶解程度和溶液稳定性的测定

按 GB/T 32777 进行。

4.9 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。基本无粉尘为合格。

4.10 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。

4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行。热储后，草铵膦质量分数不低于储前的 95%，pH 值、溶解程度和溶液稳定性、耐磨性符合标准要求为合格。

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，88%草铵膦可溶粒剂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

88%草铵膦可溶粒剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

88%草铵膦可溶粒剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋或铝箔袋包装，小包装每袋净含量 100 g 等，大包装每袋净含量为 25 kg。也可以根据用户要求和订货协议，可以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

88%草铵膦可溶粒剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中，堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

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

A.1 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

中文通用名：草铵膦

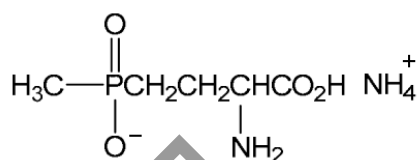
CIPAC数字代码：437

英文通用名：Glufosinate-ammonium

CAS登记号：77182-82-2

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：C₅H₁₅N₂O₄P

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

溶解度（20 °C，g/L）：水1 370 g/L（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：已知质量分数， $\geq 99.0\%$ 。

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。

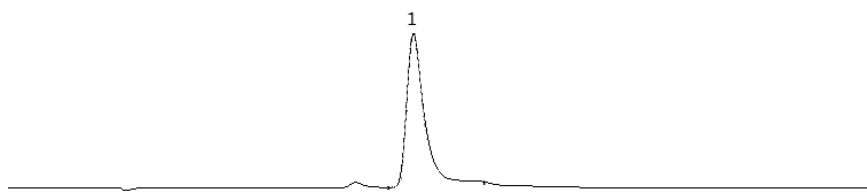
柱温：20 $^{\circ}\text{C}$ 。

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88%草铵膦可溶剂中铵离子的离子色谱图见图B.1。



说明:

1——铵离子。

图 B.1 88%草铵膦可溶粒剂中铵离子的离子色谱图

B.5 测定步骤

B.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, 用水稀释至刻度, 超声波振荡5 min使标样溶解, 冷却至室温, 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。

B.5.2 试样溶液的制备

称取0.2 g (精确至0.000 1 g) 试样于100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 超声波振荡5 min使样品溶解, 冷却至室温, 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, 过滤。

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, 试样溶液某一色谱峰的保留时间与标准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。