ICS 65.100.20
G-25

团　体　标　准

T/ ZNX 001-2020

43%滴胺·草甘膦可溶液剂

43% 2,4-D dimethyl amine salt·glyphosate isopropylamine aqueous solution

全国团体标准信息平台

2020-03-18 发布　　2020-03-25 实施

浙江省农药工业协会　发布

目　　次

前　　言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　要求 1
3.1　组成和外观 1
3.2　技术指标 1
4　试验方法 2
4.1　一般规定 2
4.2　抽样 2
4.3　鉴别试验 2
4.4　草甘膦、草甘膦异丙胺盐质量分数的测定 3
4.5　2,4-滴、2,4-滴二甲胺盐质量分数的测定 7
4.6　异丙胺离子、二甲胺离子质量分数的测定 9
4.7　游离酚质量分数的测定 11
4.8　甲醛质量分数的测定 12
4.9　亚硝基草甘膦质量分数的测定 14
4.10　pH 值的测定 16
4.11　持久起泡性试验 16
4.12　稀释稳定性试验 16
4.13　低温稳定性 17
4.14　热储稳定性试验 17
5　验收和质量保证期 17
5.1　验收 17
5.2　质量保证期 17
6　标志、标签、包装和储运 17
6.1　标志、标签、包装 17
6.2　储运 17
附　录　A ..... **错误！未定义书签。**
A.1 本产品有效成分 2,4-滴及盐的其他名称、结构式和基本物化参数 18
A.2 本产品有效成分草甘膦及盐的其他名称、结构式和基本物化参数 19
A.3 2,4-二氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数 20
A.4 亚硝基草甘膦的其他名称、结构式和基本物化参数 20
A.5 甲醛的其他名称、结构式和基本物化参数 21

前　　言

本标准依据GB/T 1.1—2009给出的规则起草。
本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。
本标准由浙江省农药工业协会提出并归口管理。
本标准由浙江省农药工业协会牵头组织制定。
本标准主要起草单位：浙江新安化工集团股份有限公司。
本标准主要起草人：叶珊、陈根良、徐欣娟、叶世胜。

全国团体标准信息平台

43%滴胺·草甘膦可溶液剂

1 范围

本标准规定了43%滴胺·草甘膦可溶液剂的要求、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2,4-滴原药、草甘膦原药（或草甘膦异丙胺盐原药）、载体及适宜的助剂加工而成的43%滴胺·草甘膦可溶液剂。

注1：2,4-滴及盐、草甘膦及盐、2,4-二氯苯酚、甲醛和亚硝基草甘膦的其他名称、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 685 化学试剂 甲醛溶液
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 商品农药采样方法
GB 3796 农药包装通则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法
GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法
GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品由符合标准的2,4-滴原药（或2,4-滴二甲胺盐原药）、草甘膦原药（或草甘膦异丙胺盐原药）、载体及适宜的助剂加工而成，本品为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

43%滴胺·草甘膦可溶液剂还应符合表1要求。

表 1　43%滴胺·草甘膦可溶液剂控制项目指标

项　　目	指　　标
草甘膦异丙胺盐质量分数/% 或草甘膦质量分数/%	$40.6^{+2.0}_{-2.0}$ $30.1^{+1.5}_{-1.5}$
2,4-滴二甲胺盐质量分数/% 或 2,4-滴质量分数/%	$2.4^{+0.36}_{-0.36}$ $2.0^{+0.30}_{-0.30}$
二甲胺离子质量分数[a]/%　≥	0.35
异丙胺离子质量分数[a]/%　≥	10.2
游离苯酚（以 2,4-二氯苯酚计）[a]/（g/kg）　≤	0.1
甲醛质量分数[a]/（g/kg ）　≤	0.5
亚硝基草甘膦质量分数[a]/（mg/kg）　≤	1.0
pH 范围	4.0～7.0
持久起泡性（1min 后泡沫量）/mL　≤	60
稀释稳定性（20 倍）	合格
低温稳定性[a]	合格
热储稳定性[a]	合格
[a]正常生产时，异丙胺离子、二甲胺离子、游离苯酚、甲醛、亚硝基草甘膦、低温稳定性、热储稳定性试验每 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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行。

4.2　抽样

按照 GB/T 1605 中的“液体制剂采样”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 200mL。

4.3　鉴别试验

4.3.1　草甘膦、2,4-滴的鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与草甘膦、2,4-滴质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液主峰的保留时间与标样溶液草甘膦、2,4-滴色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.3.2　二甲胺离子、异丙胺离子的鉴别试验

离子色谱法——本鉴别试验可与二甲胺离子、异丙胺离子质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液主峰的保留时间与标样溶液二甲胺离子、异丙胺离子色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

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 草甘膦、草甘膦异丙胺盐质量分数的测定

4.4.1 高效液相色谱法（仲裁法）

4.4.1.1 方法提要

试样用流动相磷酸二氢钾缓冲溶液溶解，使用 Partisil SAX(10μm)或相当的强阴离子交换树脂填充物的不锈钢柱和紫外检测器，以外标法对试样中的草甘膦进行液相色谱分离和测定。

4.4.1.2 试剂和溶液

甲醇：HPLC 级或优级纯；

磷酸二氢钾；

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水；

磷酸：85%；

草甘膦标样：已知草甘膦质量分数，ω≥99.0%(称量前在 105℃干燥 2h)。

4.4.1.3 仪器和设备

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；

微量注射器：100μL；

色谱柱：250mm×4.6mm（i.d.）不锈钢柱内装 Partisil SAX(10μm)或相当的强离子交换树脂为填充物；

pH 计：配有玻璃电极的 pH 计，用缓冲溶液在 pH 2.0 标定；

超声波清洗器。

4.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相：溶解 0.8437g 磷酸二氢钾于 960mL 水中，加入 40mL 甲醇，混匀。使用在 pH2.0 标定过的 pH 计，用 85%磷酸调节溶液 pH 至 1.9。流动相在用之前必须过滤和脱气；

流量：1.5 mL/min；

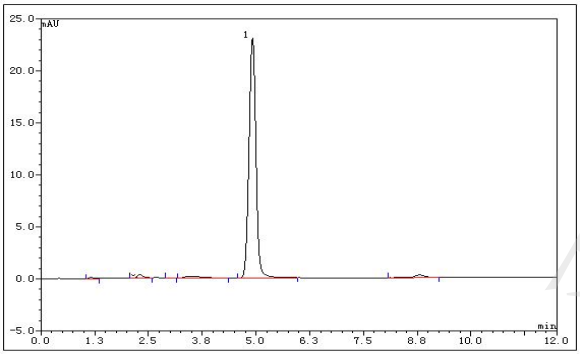
柱温：室温（温差变化应不大于 2℃）；

检测波长：195 nm；

进样体积：20μL；

保留时间：草甘膦约 5 min。

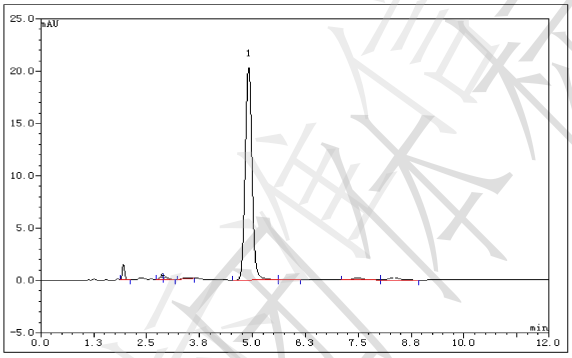
上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，典型的草甘膦标样、43%滴胺·草甘膦可溶液剂高效液相色谱图见下图 1、图 2。



说明：

1——草甘膦。

图 1　草甘膦标样高效液相色谱图



说明：

1——草甘膦。

图 2　43%滴胺·草甘膦可溶液剂高效液相色谱图

4.4.1.5　测定步骤

4.4.1.5.1　标样溶液的配制

称取草甘膦标样约 0.1g（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.1.5.2　试样溶液的配制

称取约含草甘膦 0.1g 的试样（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.1.6　测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针的峰面积变化小于 1.5%时，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。

4.4.1.7　计算

试样中草甘膦的质量分数 ω_1，数值以%表示，按式（1）计算：

$$A_2 \times m_1 \times \omega$$

$$\omega_1 = \frac{\quad}{A_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω_1——草甘膦的质量分数，单位为百分数（%）

A_1——标样溶液中草甘膦峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中草甘膦峰面积的平均值；

m_1——草甘膦标样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω——标样中草甘膦的质量分数的数值，单位为百分数（%）。

4.4.1.8 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 紫外分光光度法

4.4.2.1 方法提要

试样溶于水后，在酸性介质中与亚硝酸钠作用生成草甘膦亚硝基衍生物，该化合物在 242nm 处有最大吸收峰，通过测定吸光度可定量。

4.4.2.2 试剂和溶液

硫酸溶液：Φ（H2SO4）=50%；

溴化钾溶液：ρ（KBr）=250g/L；

亚硝酸钠溶液：ρ（NaNO2）=14g/L 使用时现配；

草甘膦标样：已知草甘膦质量分数，ω≥99.0%(称量前在 105℃干燥 2h)。

4.4.2.3 仪器和设备

紫外分光光度计；

石英比色皿：1 cm；

刻度吸量管：1 mL，2mL，5 mL；

容量瓶：100 mL，250 mL。

4.4.2.4 测定步骤

4.4.2.4.1 空白溶液的配制

用移液管移取 7 mL 蒸馏水于 100mL 容量瓶中，依次加入 0.5 mL 硫酸溶液、0.1 mL 溴化钾溶液、0.5 mL 亚硝酸钠溶液后，将塞子塞紧，充分摇匀(反应温度不能低于 15℃)。放置 20min 后，用水稀释至刻度，摇匀。打开塞子，放置 15 min。

4.4.2.4.2 标样溶液的配制

称取约 0.18 g 草甘膦标准品（精确至 0.0001g），置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，超声波振荡使其完全溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取 2mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中，依次加入 5 mL 水、0.5 mL 硫酸溶液、0.1 mL 溴化钾溶液、0.5 mL 亚硝酸钠溶液后，将塞子塞紧，充分摇匀(反应

温度不能低于 15℃)。放置 20min 后，用水稀释至刻度，摇匀。打开塞子，放置 15 min。

4.4.2.4.3 试样溶液（亚硝化试样溶液和空白试样溶液）的配制

称取含草甘膦约 0.18g 的试样（精确至 0.0001g），置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，超声波振荡使其完全溶解，冷却至室温，摇匀。分别用移液管移取 2mL 上述溶液于两个 100mL 容量瓶中。

亚硝基化试样溶液的配制：于上述一个容量瓶中依次加入 5mL 水、0.5mL 硫酸溶液、0.1mL 溴化钾溶液、0.5mL 亚硝酸钠溶液后，将塞子塞紧，充分摇匀(反应温度不能低于 15℃)。放置 20min 后，用水稀释至刻度，摇匀。打开塞子，放置 15min。

空白试样溶液的配制：于上述另一个容量瓶用水稀释到刻度，摇匀。

4.4.2.4.4 测定

以空白溶液为参比，在 242nm 处，用石英比色皿分别测定标样溶液和亚硝基化试样溶液的吸光度；同样条件下，以蒸馏水为参比测定空白试样溶液的吸光度。

4.4.2.5 计算

试样中草甘膦的质量分数以 ω_2 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 \times (A_2 - A_0) \times \omega}{m_2 \times A_1} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A1——标样溶液的吸光度；

A2——试样溶液的吸光度；

A0——空白试样溶液的吸光度；

m1——标样的质量的数值，单位为克（g）；

m2——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ω——标样中草甘膦的质量分数的数值，单位为百分数（%）。

计算结果表示到小数点后两位。

4.4.2.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4.3 草甘膦异丙胺盐质量分数的计算

试样以草甘膦异丙胺盐计的质量分数 ω_3，数值以%表示，按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{\omega \times 228.18}{169.07} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

ω_3——草甘膦异丙胺盐的质量分数的数值，单位为百分数（%）；

ω——试样中草甘膦质量分数的数值，单位为百分数（%）；

228.18——草甘膦异丙胺盐摩尔质量；

169.07——草甘膦摩尔质量。

4.5 2,4-滴、2,4-滴二甲胺盐质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样以流动相溶解，采用 Nova-pak C18 不锈钢填充柱或相当的不锈钢填充柱和可变波长紫外检测器，以外标法对试样中的 2,4-滴进行液相色谱分离和测定。

4.5.2 试剂和溶液

乙腈：HPLC 级或优级纯；

水：经二次蒸馏；

磷酸：85%；

2,4-滴标样：已知 2,4-滴质量分数，$\omega \geqslant 97.0\%$。

4.5.3 仪器和设备

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；

超声波清洗器；

色谱柱：150mm×3.9mm（i.d.）Nova-pak C_{18} 不锈钢填充柱（或具有相当柱效的不锈钢填充柱）；

微量注射器：50μL；

微孔过滤器：0.22μm。

4.5.4 色谱操作条件

流动相：Φ（乙腈+水+磷酸）=50+50+0.1，流动相在用之前必须过滤和脱气；

流量：1.0mL/min；

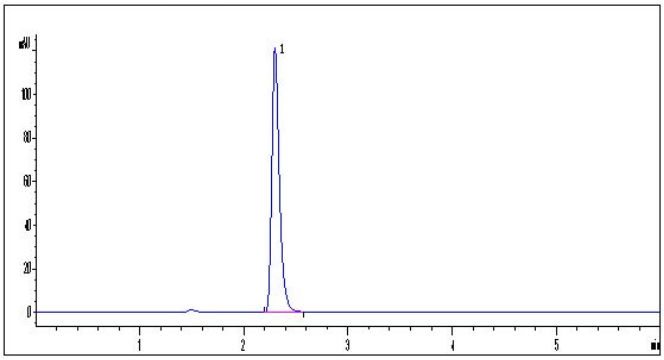
柱温：室温；

检测波长：292nm；

进样量：5μL；

保留时间：2，4-滴约 2.3min。

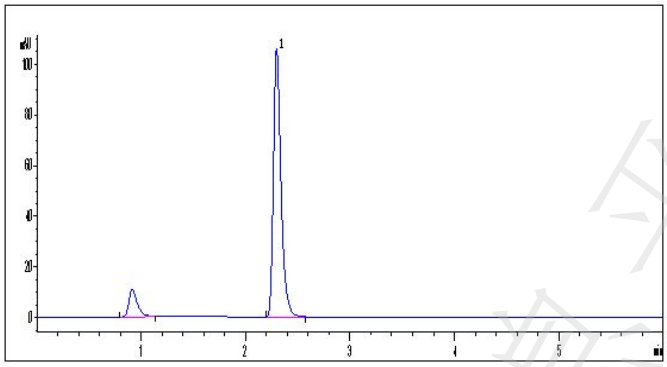
上述条件参数是典型的，可根据仪器特点对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，典型的 2，4-滴标样、43%滴胺·草甘膦可溶液剂高效液相色谱图见图 3，图 4。



说明：

1——2,4-滴。

图 3　2,4-滴标样高效液相色谱图



说明：

1——2,4-滴。

图 4　43%滴胺·草甘膦可溶液剂高效液相色谱图

4.5.5　测定步骤

4.5.5.1　标样溶液的制备

称取 2,4-滴标样约 0.05g（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2　试样溶液的制备

称取约含 2,4-滴 0.05g（精确至 0.0001g）的试样，置于 100mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，进样前使用微孔滤膜过滤。

4.5.6　测定

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 2,4-滴峰面积值，分别进行平均。

2,4-滴的质量分数 ω_4，数值以%表示，按式（4）计算；2,4-滴二甲胺盐的质量分数 ω_5，数值以%表示，按式（5）计算：

$$\omega_4 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (4)$$

$$\omega_5 = \frac{\omega_4 \times 266.12}{221.04} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

ω_4——2,4-滴的质量分数，单位为百分数(%)；

ω_5——2,4-滴二甲胺盐的质量分数，单位为百分数(%)；

A_1——标样溶液中，2,4-滴峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，2,4-滴峰面积的平均值；

m_1——2,4-滴标样质量的数值，单位为克(g)；

m_2——试样质量的数值，单位为克(g)；

ω——标样溶液中 2,4-滴质量分数的数值，单位为百分数(%)；

266.12——2,4-滴二甲胺盐的摩尔质量；

221.04——2,4-滴的摩尔质量。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 异丙胺离子、二甲胺离子质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用去离子水溶解，使用 Ion Pac SCG1 Separator 色谱柱对试样中的阳离子进行分离和测定，外标法定量。

4.6.2 设备与试剂

离子色谱仪：带有色谱工作站；

微孔过滤器：0.22 μm；

C18 型前处理柱：SPE-C_{18}，300 mg；

甲基磺酸：≥99.5%；

二甲胺水溶液：已知质量分数 40.0%；

异丙胺：已知质量分数≥99.0%；

水：去离子水导电率≥18.2 MΩ·cm。

4.6.3 色谱条件

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）Ion Pac SCG1 Separator；

保护柱：50 mm×4 mm（i.d.） RFIC Ion Pac SCG1；

淋洗液：3mmol/L 甲基磺酸水溶液；

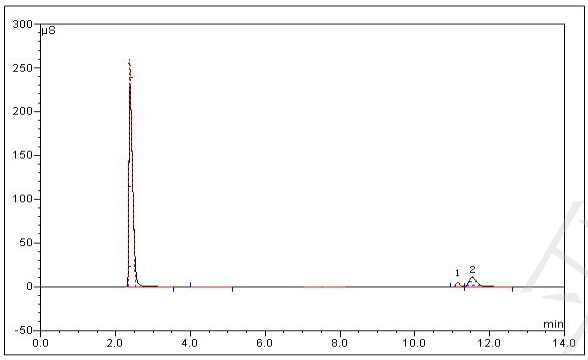
进样量：25 μL；

柱温：30℃；

流速：1.0 mL/min；

保留时间：二甲胺离子约 11 min，异丙胺离子约 11.5 min。

上述操作参数是典型的，可根据仪器特点对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，典型的二甲胺离子和异丙胺离子标样色谱图、43%滴胺•草甘膦可溶液剂色谱图见图 5、图 6。

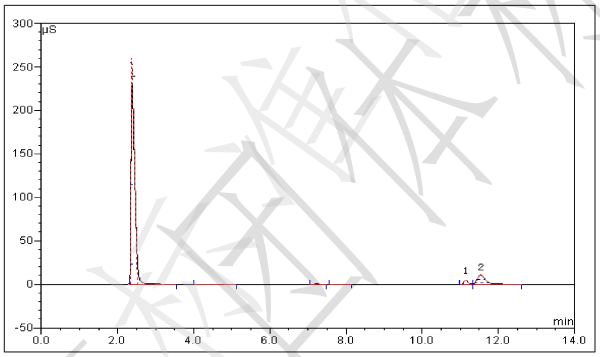


说明：

1——二甲胺离子；

2——异丙胺离子。

图 5　二甲胺离子和异丙胺离子标样色谱图



说明：

1——二甲胺离子；

2——异丙胺离子。

图 6　43%滴胺・草甘膦可溶液剂色谱图

4.6.4　样品测定

4.6.4.1　异丙胺、二甲胺标样溶液的制备

准确称取二甲胺水溶液 0.02g、异丙胺 0.1g（精确至 0.0001g）于 250 mL 容量瓶中，用水溶解稀释至刻度。移取 2 mL 溶液至 100 mL 容量瓶，此溶液的二甲胺浓度约为 0.4 mg/L、异丙胺浓度约为 8 mg/L。分析前用 0.22 μm 微孔过滤器过滤。

4.4.6.2　样品溶液的制备

移取 2mL 4.4.2.5（a）中样品溶液至 50mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。分析前用 C18 型前处理柱加 0.45 μm 微孔过滤器过滤。

4.6.5　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标准溶液。计算各针相对响应值，待相邻两针的

相对响应值小于 1.5%时，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。

4.6.6 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二甲胺离子(或异丙胺离子)峰面积值，分别进行平均。

试样中二甲胺（或异丙胺离子）的质量分数 ω_6，数值以%表示，按式（6）计算：

$$\omega_6 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega \times M_2}{A_1 \times m_2 \times M_1 \times 2} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

A_1——标样溶液中，二甲胺离子(或异丙胺离子)峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，二甲胺离子(或异丙胺离子)峰面积的平均值；

m_1——二甲胺(或异丙胺)标样质量的数值，单位为克(g)；

m_2——试样质量的数值，单位为克(g)；

ω——标样中二甲胺水溶液(或异丙胺)质量分数的数值，单位为百分数(%)；

M_1——二甲胺（或异丙胺）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），[M_1（二甲胺）=45.09、M1（异丙胺）=59.11]；

M_2——二甲胺离子（或异丙胺离子）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），[M_2（二甲胺）=46.09、M_2（异丙胺）=60.12]；

2——标样溶液与样品溶液稀释倍数之比。

4.7 游离酚质量分数的测定

4.7.1 方法提要

将试样溶于乙醇中，加入氨水、4-氨基安替比林和铁氰化钾溶液显色，于波长 520nm 处测定吸光度，由标准曲线查出相同吸光度下标样的体积，计算游离酚质量分数。

4.7.2 试剂和溶液

2,4-二氯苯酚标样：已知 2,4-二氯苯酚质量分数≥98%；

氨溶液：c（$NH_3 \cdot H_2O$）=0.1mol/L；

乙醇；

异丙醇；

乙醇异丙醇水溶液：Φ（乙醇+异丙醇+水）=2+1+3；

2,4-二氯苯酚标样溶液：称取 2,4-二氯苯酚标样 0.1g（精确至 0.0001g），置于 1000mL 容量瓶中，加入少量乙醇使之溶解，用乙醇稀释至刻度，摇匀，取 1mL 到 100mL 容量瓶，乙醇稀释到刻度，摇匀；

4-氨基安替比林溶液：2g/L 水溶液；

铁氰化钾溶液：4g/L 水溶液。

4.7.3 仪器和设备

紫外分光光度计；

微量滴定管：2mL；

具塞比色管：30mL；

石英比色皿：1cm。

4.7.4 测定步骤

4.7.4.1 校正

用微量滴定管依次吸取 0.2mL、0.5mL、0.8mL、1.0mL、1.2mL、1.5mL、2.0mL2,4-二氯苯酚标准溶液，加入 7 个具塞比色管中，用乙醇补加至 10mL，再依次加入 5mL 异丙醇、5mL 氨溶液，4-氨基安替比林溶液和 5mL 铁氰化钾溶液。每加一次都需摇匀，最后一次剧烈振摇 1min，静置 50min 后，用 1cm 比色皿，用乙醇异丙醇水溶液为参比，测定该溶液在 520nm 下的吸光度。

吸取 10mL 乙醇，按上述操作步骤依次加入各溶液，测得试剂空白的吸光度。

从酚溶液测得的吸光度减去试剂空白值的吸光度，对相应的酚溶液的体积作图，得校准曲线。

4.7.4.2 测定

称取 1.0g 试样（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，加入少量乙醇使之溶解，用乙醇稀释至刻度。用移液管移取 1mL 该溶液至具塞比色管中，用乙醇补加至 10mL，依次加入 5mL 异丙醇、5mL 氨溶液，4-氨基安替比林溶液和 5mL 铁氰化钾溶液。每加一次都需摇匀，最后一次剧烈振摇 1min，静置 50min 后，用 1cm 比色皿，用乙醇异丙醇水溶液为参比，测定该溶液在 520nm 下的吸光度。减去试剂的空白吸光度后，由校正曲线查出该处吸光度对应于 2,4-二氯苯酚标准溶液的体积。

4.7.4.3 计算

游离酚的质量分数 ω_7，数值以g/kg表示，按式（7）计算：

$$\omega_7 = \frac{V \times m_1 \times \omega}{m_2} \times 10 \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

V——测得试样吸光度所对应的体积，单位为毫升（mL）；

m_1——2,4-二氯苯酚标样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中2,4-二氯苯酚的质量分数，单位为百分数(%)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

10——单位转换系数。

4.8 甲醛质量分数的测定

4.8.1 方法提要

试样用水溶解，用乙酸铵和乙酰丙酮显色，于波长 412nm 处进行分光光度测定。

4.8.2 试剂和溶液

乙酰丙酮：重蒸馏；

乙酸铵；

冰乙酸；

甲醛溶液：ω(甲醛)=0.37，按 GB/T 685 的规定，测定甲醛溶液的质量分数；

乙酰丙酮溶液：将 25g 乙酸铵，于 100mL 棕色容量瓶中，加水 50mL 水溶解，加 3mL 冰乙酸及 0.5mL 乙酰丙酮试剂，用水稀释至刻度，摇匀；

甲醛标准溶液：约 10μg/mL。称取约 2.7g 甲醛溶液（精确至 0.0001g）,用水稀释至 1000mL，摇匀。用移液管移取 10mL 上述溶液，用水稀释至 1000mL，摇匀。

4.8.3 仪器和设备

分光光度计；

水浴锅；

玻璃比色皿：1cm；

具塞玻璃瓶：50mL。

4.8.4 测定步骤

4.8.4.1 标准曲线的绘制

4.8.4.1.1 空白溶液的配制

用移液管依次吸取 20mL 水、4.0mL 乙酰丙酮溶液于具塞玻璃瓶中，放入（40～60）℃的恒温水浴中恒温 30min，取出冷却至室温，摇匀。

4.8.4.1.2 标准溶液的配制

用移液管吸取 1mL、2mL、5mL、10mL、20mL 甲醛标准溶液分别置于 5 个 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。分别用移液管依次吸取 20mL 上述溶液、4mL 乙酰丙酮溶液于具塞玻璃瓶中，放入（40～60）℃的恒温水浴中恒温 30min，取出冷却至室温，摇匀。

4.8.4.1.3 分光光度测定

接通分光光度计的电源，启开灯预热 20min。调整波长在 412nm 处，以空白溶液作参比，用玻璃比色皿进行吸光度测量。

4.8.4.1.4 绘制标准曲线

以吸光度为纵坐标，相应的标准溶液样的体积为横坐标，确定各点连成直线。

4.8.4.2 甲醛的测定

称取 0.2g 试样（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，盖上塞子后用超声波振荡 10min，使试样溶解，取出冷却至室温，摇匀。分别用移液管依次吸取 20mL 上述溶液、4mL 乙酰丙酮溶液于具塞玻璃瓶中，放入（40～60）℃的恒温水浴中恒温 30min，取出冷却至室温，摇匀。以空白溶液作参比，于波长 412nm 处测定试样溶液的吸光度，在标准曲线上查得相应的甲醛标准溶液的体积。

4.8.5 计算

甲醛的质量分数 ω_8，数值以 g/kg 表示，按式（8）计算：

$$\omega_8=\frac{m_1\times\omega\times V}{100\times m_2} \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：

ω_8——甲醛的质量分数，单位为克每千克（g/kg）；

m_1——配制甲醛标准溶液所称取中甲醛质量的数值，单位为克(g)；

m_2——试样质量的数值，单位为克(g)；

V——测得试样吸光度所对应甲醛标样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

ω——甲醛溶液质量分数的数值，单位为百分数（%）。

4.9 亚硝基草甘膦质量分数的测定

4.9.1 方法提要

试样用衍生化试剂衍生后，以乙腈+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外可见检测器（462nm），对试样中的亚硝基草甘膦进行反相色谱分离和测定（本方法最低量限 0.1mg/kg）。

4.9.2 试剂和溶液

磺胺；

N-（1-萘基）乙二胺二盐酸盐（NED）；

48% HBr 溶液；

浓盐酸；

聚氧乙烯月桂醚（Brij30)或性质相当的其他表面活性剂；

乙腈：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水；

NED 溶液：称取约 0.435gNED 于 100mL 容量瓶中，加入 40mL 水使之溶解，加入 50mL48% HBr,然后用水稀释至 100mL。

磺胺溶液：在 100mL 容量瓶中，加入 50mL 水，再加入 10mL 浓 HCl，加入 1.0g 磺胺和 3.5mL30% Brij30，振摇使磺胺溶解，用水稀释至 100mL，摇匀。亚硝基草甘膦标样：已知亚硝基草甘膦质量分数，ω ≥95.0%。

4.9.3 仪器和设备

高效液相色谱仪：具有可调波长紫外可见检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：150mm×4.6mm（i.d.），不锈钢柱，内装 C_{18} 5μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径为 0.45μm；

进样器：500μL；

定量进样管：100μL；

超声波清洗器。

4.9.4 高效液相色谱操作条件

流动相：Φ（乙腈：水）=40:60；

流量：1.0mL/min；

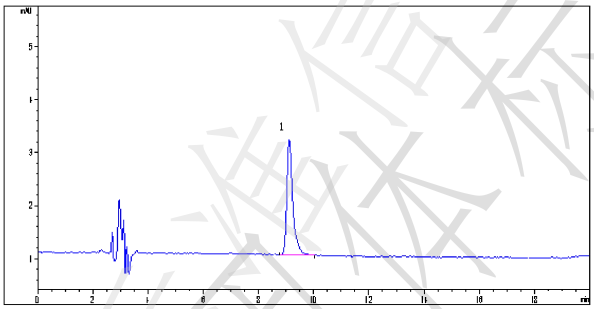
柱温：30℃±2℃；

检测波长：462nm；

进样体积：100μL；

保留时间：亚硝基草甘膦约 9min。

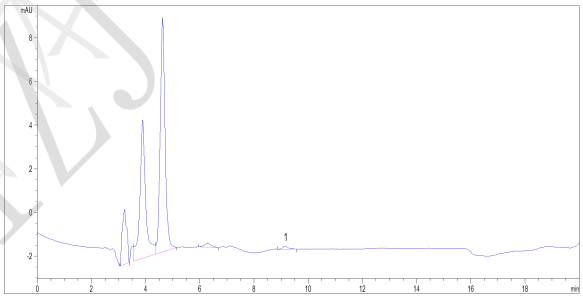
上述操作参数是典型的，可根据仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，典型的衍生化后的亚硝基草甘膦标样、43%滴胺·草甘膦可溶液剂高效液相色谱图见图 7、图 8。



说明：

1——亚硝基草甘膦。

图 7 亚硝基草甘膦标样的高效液相色谱图



说明：

1——亚硝基草甘膦。

图 8 43%滴胺·草甘膦可溶液剂的高效液相色谱图

4.9.5 测定步骤

4.9.5.1 标样溶液的制备

称取 0.01g 亚硝基草甘膦标样（精确至 0.00001g），置于 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，超声波振荡 10min 使试样溶解，冷却至刻度，摇匀（溶液Ⅰ）。用移液管吸取溶液Ⅰ5mL 于 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀（溶液Ⅱ）。用移液管吸取溶液Ⅱ0.1mL 于比色管中，加入约 3mL 水，依次用加

入 1mLNED 溶液、5mL 磺胺溶液，用水定容至 10mL，摇匀，置于 85℃水浴中进行衍生化反应 25min，取出冷却至室温。

4.9.5.2 试样溶液的制备

称取 1g 试样（精确至 0.0001g），置于比色管中，加入约 3mL 水，依次用加入 1mL NED 溶液、5mL 磺胺溶液，振摇使之溶解，用水定容至 10mL，摇匀，置于 85℃水浴中进行衍生化反应 25min，取出冷却至室温。

4.9.5.3 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，直至相邻两针亚硝基草甘膦峰面积相对变化小于 10％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。

4.9.6 计算

试样中亚硝基草甘膦的质量分数 ω_g，数值以mg/kg表示，按式（9）计算：

$$\omega_g = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \times 200 \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：

ω_g——亚硝基草甘膦的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）；

r_1——标样溶液中，亚硝基草甘膦峰面积的平均值；

r_2——试样溶液中，亚硝基草甘膦峰面积的平均值；

m_1——标样质量的数值，单位为克（g）；

m_2——试样质量的数值，单位为克（g）；

ω——标样中亚硝基草甘膦质量分数的数值，单位为百分数（％）；

200——标样溶液与样品溶液的实际稀释倍数之比的数值。

4.9.7 允许差

两次平行测定结果的相对差值应不大于 20%，取其算术平均值作为测定结果。

4.10 pH 值的测定

试样不经稀释，按GB/T 1601进行测定。

4.11 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

4.12 稀释稳定性试验

4.12.1 试剂和溶液

标准硬水：ρ（Ca^{2+}＋Mg^{2+}）=342mg / L。

4.12.2 仪器、设备

量筒：100mL；
恒温水浴：30℃±2℃。

4.12.3 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀，将此量筒放入 30℃±2℃恒温水浴中，静置 1h。如稀释液均一、无析出物为合格。

4.13 低温稳定性

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。析出固体的体积不超过 0.3mL 为合格。

4.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热储后，2,4-滴（2,4-滴二甲胺盐）、草甘膦（草甘膦异丙胺盐）的质量分数应不低于储前的 95%，游离苯酚、甲醛、亚硝基草甘膦、pH 值、稀释稳定性指标仍符合标准要求。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 有关规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，43%滴胺·草甘膦可溶液剂的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。

6 标志、标签、包装和储运

6.1 标志、标签、包装

43%滴胺·草甘膦可溶液剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。43%滴胺·草甘膦可溶液剂应采用塑料瓶包装，每瓶净含量 200g（mL）、500g（mL）g 或 1kg（L）等，外包装用纸箱、钙塑箱或瓦楞纸板箱，每箱净含量不超过 15kg；也可根据用户要求或订货协议，可以采用其它形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 储运

43%滴胺·草甘膦可溶液剂存放干燥、阴凉、通风、防雨处；置于儿童接触不到的地方，并加锁。不能与食品、饮料、粮食、饲料等混合储存。在装卸、运输时轻拿轻放。

附 录 A

（资料性附录）

2,4-滴及盐、草甘膦及盐、2,4-二氯苯酚、甲醛和亚硝基草甘膦的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分 2,4-滴及盐的其他名称、结构式和基本物化参数

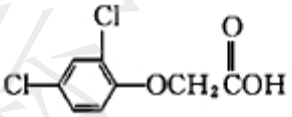
ISO 通用名称：(2,4-didichlorophenoxy)acetic acid

CAS 登录号：[94-75-7]

CIPAC 数字代号：1

化学名称：2,4—二氯苯氧乙酸

结构式：



实验式：$C_8H_6Cl_2O_3$

相对分子质量：221.04

生物活性： 除草/植物生长剂

熔点（℃）：138

蒸气压（160℃）：0.053kPa

溶解度：微溶于水，微溶于油类，溶于乙醇等

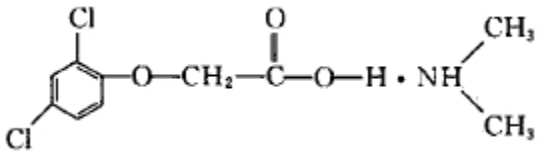
本产品有效成分 2,4-滴二甲胺盐的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称：2,4-D dimethyl amine salt

CAS 登录号：[217-915-8]

化学名称：2,4—二氯苯氧乙酸二甲基胺盐

结构式：



实验式：$C_{10}H_{13}Cl_2O_3N$

相对分子质量：266.12

生物活性： 除草/植物生长剂

熔点（℃）：140.5

蒸气压(160℃)：53Pa

溶解度：25℃以下水中溶解度为620mg/L,可溶于乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂，不溶于石油

A.2 本产品有效成分草甘膦及盐的其他名称、结构式和基本物化参数

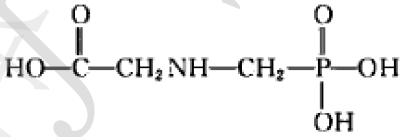
ISO 通用名称：glyphosate

CAS 登录号：[1071-83-6]

CIPAC 数字代号：284

化学名称 ：*N*-膦羧基甲基甘氨酸

结构式：



实验式：$C_3H_8NO_5P$

相对分子质量：169.07

生物性质：除草

熔点（℃）：189～190

蒸气压（25℃）：可忽略

溶解度（g/L，35℃）：水 11.6g/L(25℃)，不溶于丙酮、乙醇和二甲苯之类的普通有机试剂，易与碱溶液反应生成水溶性盐

稳定性：稳定性好，无光化学降解，在空气中稳定

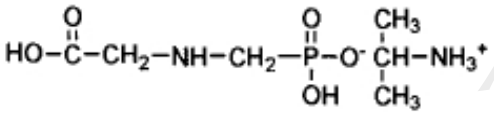
本产品有效成分草甘膦异丙胺盐的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称：glyphosate-isopropylammonium

CAS 登录号：[40465-66-5]

化学名称：*N*-膦羧基甲基甘氨酸异丙胺盐

结构式：



实验式：$C_3H_{11}N_2O_5P$

相对分子质量：228.18

生物活性： 除草

溶解度：它比草甘膦更优越的特点是完全溶于水，基本不溶于有机溶剂

稳定性：在常温下，储存稳定，在空气中易吸潮，不可燃、不易爆，对光稳定不分解

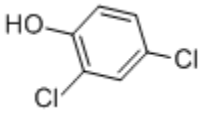
A.3 2,4-二氯苯酚的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称：2,4-Dichlorophenol

CAS 登录号：[120-83-2]

化学名称：2,4-二氯苯酚

结构式：



实验式：$C_6H_4Cl_2O$

相对分子质量：163.0

熔点（℃）：45

相对水密度：1.38

蒸气压（53℃）：0.13kPa

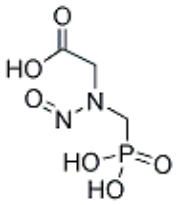
溶解度：微溶于水，溶于醇、乙醚、苯、四氯化碳

A.4 亚硝基草甘膦的其他名称、结构式和基本物化参数

CAS 登录号：[56516-72-4]

化学名称：*N*-亚硝基-*N*-（膦酸甲基）甘氨酸

结构式：



实验式：$C_3H_7N_2O_6P$

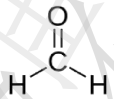
相对分子质量：198.07

A.5 甲醛的其他名称、结构式和基本物化参数

CAS 登录号：[50-00-0]

化学名称：甲醛

结构式：



实验式：CH_2O

相对分子质量：30.03

熔点（℃）：-92

沸点（℃）：-19.5

溶解度：易溶于水和乙醇

全国医药标准信息平台 团体标准