



Q/371602SZH

山东中禾化学有限公司企业标准

Q/371602SZH 033-2021

46%草甘膦钾盐可溶液剂

2021-04-14 发布

2021-05-14 实施

山东中禾化学有限公司 发布



前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由山东中禾化学有限公司编制

本标准主要起草人：贾淑梅、袁影。

本标准于 2018 年 04 月首次发布，2021 年 04 月第一次修订。

公开
企业标准信息公共服务平台
2021年04月14日 10点59分

公开
企业标准信息公共服务平台
2021年04月14日 10点59分



46%草甘膦钾盐可溶性液剂

该产品中各成分的其他名称，结构式和基本物化参数如下：

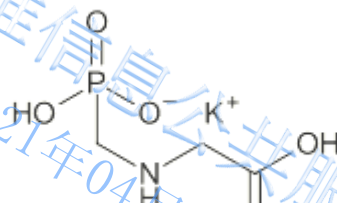
a) 草甘膦钾盐

ISO 通用名称：Glyphosate-potassium

CAS 登录号：39600-42-5

化学名称：N-膦羧甲基甘氨酸钾盐

结构式：



实验式：C₃H₇KNO₃P

相对分子量（按 2009 年国际相对原子质量计）：207.17

生物活性：除草

b) 草甘膦

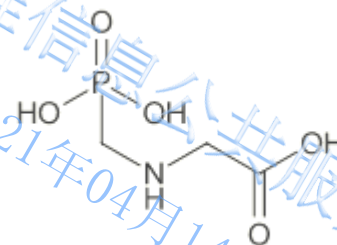
ISO 通用名称：Glyphosate

CAS 登录号：1071-83-6

CIPAC 数字代码：284

化学名称：N-膦羧甲基甘氨酸

结构式：



实验式：C₃H₈NO₃P

相对分子量（按 2009 年国际相对原子质量计）：169.07

生物活性：除草

熔点（℃）：189~190

蒸气压（20 ℃）：可忽略。

溶解度（g/L，25℃）：水中 11.6，不溶于丙酮、乙醇和二甲苯之内的普通有机溶剂，易于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。

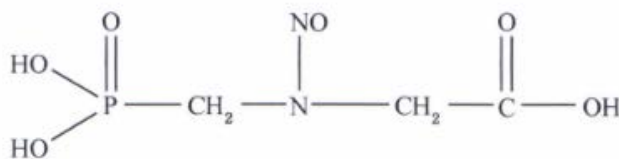
c) 亚硝基草甘膦

ISO 通用名称：N-nitrosoglyphosate

CAS 登录号：56516-72-4-

化学名称：N-亚硝基-N-膦羧甲基甘氨酸

结构式：



实验式： $\text{C}_3\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_6\text{P}$

相对分子量（按 2009 年国际相对原子质量计）：198.1。

1 范围

本标准规定了 46% 草甘膦钾盐可溶液剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由草甘膦原药、助剂溶解在适宜的水溶性溶剂中加工而成的 46% 草甘膦钾盐可溶液剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 4838 农药乳油包装

GB/T 19136 农药热贮稳定性的测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性的测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

HG/T 2467.7-2003 农药可溶液剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的草甘膦原药、水和必要的助剂制成，应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术控制指标：46% 草甘膦钾盐可溶液剂符合表 1 要求。

表 1 46% 草甘膦钾盐可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标
草甘膦钾盐质量分数，%	56.4 ± 2.5
草甘膦质量分数，%	46.0 ± 2.3
钾离子质量分数 ^a ，%	≥ 10.1
甲醛质量分数，g/Kg	≤ 0.6
亚硝基草甘膦质量分数 ^a /mg/Kg	≤ 1.0
pH 值范围	4.0~9.0
稀释稳定性（20 倍）	合格
持久起泡性（1min 后），mL	≤ 60
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^c	合格
^{a、b、c} 正常生产时，钾离子质量分数、亚硝基草甘膦质量分数、低温稳定性和热贮稳定性试验，每三个月至少进行 1 次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中 5.3.2“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。

4.2 鉴别试验

4.2.1 草甘膦鉴别试验

本鉴别试验可与草甘膦质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中草甘膦色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 钾盐鉴别试验

本鉴别试验可与钾离子质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中钾离子色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 草甘膦质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解，以 pH 值为 1.9 的磷酸二氢钾水溶液和甲醇为流动相，使用以 Hypersil SAX 为填料的不锈钢柱（强阴离子交换柱）和具有可变波长的紫外检测器，在波长 195nm 下，对试样中的草甘膦进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

磷酸二氢钾；

磷酸溶液： ψ (H_3PO_4) = 50%；

纯水：超纯水；

草甘膦标样：已知准确质量分数 $\geq 95.0\%$ 。

4.3.3 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；

超声波清洗器；

色谱柱：250mm \times 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Hypersil SAX 不锈钢柱（或与其相当的其它强阴离子交换柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

4.3.4 高效液相色谱条件

流动相：称取 0.27g（精确至 0.0002g）磷酸二氢钾，用 970mL 水溶解，加入 30mL 甲醇，用磷酸溶液调 pH 至 1.9，超声波振荡 10min；

流量：1.0mL/min；

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

检测波长：195nm；

进样体积：20 μL ；

保留时间 (min)：见附录 A。

上述色谱操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液制备

准确称取草甘膦标样 0.1g（精确至 0.0002g），置于 50mL 容量瓶中，加入流动相溶解并定容至刻度，摇匀，备用。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含草甘膦 0.1g 的试样（精确至 0.0002g），置于 50mL 容量瓶中，加入流动相溶解并定容至刻度，摇匀，过滤，备用。

4.3.5.3 测定



在上述操作条件下，待仪器基线平稳后，连续注入数针标样溶液，待相邻两针峰面积相对变化小于1.2%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。

4.3.6 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草甘膦峰面积分别进行平均。试样中草甘膦质量分数 X_1 (%) 按式 (1) 计算，草甘膦钾盐质量分数 X_2 (%) 按式 (2) 计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P_1}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2} \times \frac{207.17}{169.07} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

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，单位为克 (g)；

m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)；

P_1 ——标样中草甘膦的质量分数，%；

207.17——草甘膦钾盐摩尔质量，单位 g/mol；

169.07——草甘膦摩尔质量，单位 g/mol。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差，草甘膦应不大于 0.8%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 钾离子质量分数的测定

4.4.1 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具有电导检测器的离子色谱仪，对试样中的钾离子进行分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

甲基磺酸：分析纯；

水：超纯水；

氯化钾标样：已知准确质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

色谱数据处理机；

离子色谱仪：具有电导检测器；

超声波清洗器；

色谱柱：250mm×4.0mm (i.d.)，Dionex IonPac CS12A 阳离子分析柱。(或具有同等效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

4.4.4 高效液相色谱条件

淋洗液：甲基磺酸水溶液， c (甲基磺酸) = 12 mmol/L；

流速：1.0 mL/min；

柱温：20 $^{\circ}$ C

电导池温度：35 $^{\circ}$ C

进样体积：5 μ L；

保留时间：钾离子约 7.4min。

保留时间 (min)：见附录 B。

上述色谱操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获



得最佳效果。

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液制备

准确称取 0.08g 氯化钾标样（精确至 0.0002g），置于 100mL 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 1mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

准确称取 0.1g 试样（精确至 0.0002g），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取上述溶液 5mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针氯化钾标样溶液，待相邻两针钾离子峰面积相对变化小于 2.0% 时，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 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钾离子峰面积分别进行平均。试样中钾离子质量分数 X_3 (%) 按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{A_2 \times m_2 \times P_2}{A_1 \times m_1 \times n} \times \frac{39.10}{74.55} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- A_1 ——标样溶液中，钾离子峰面积的平均值；
- A_2 ——试样溶液中，钾离子峰面积的平均值；
- m_1 ——氯化钾标样的质量，单位为克 (g)；
- m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)；
- P ——标样中氯化钾的质量分数，%；
- n ——标样溶液与试样溶液的稀释倍数之比， $n=5$ ；
- 39.10—氯化钾对照物中钾离子的摩尔质量数值，g/mol；
- 74.55—氯化钾对照物中氯化钾的摩尔质量数值，g/mol。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之相对差不大于 3.0%。

4.5 甲醛质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用水稀释，用乙酰丙酮溶液显色，于波长 412nm 处进行分光光度测定。

4.5.2 试剂和溶液

- 乙酰丙酮：重蒸馏；
- 乙酸铵：分析纯；
- 冰乙酸：分析纯；
- 甲醛溶液： $w(\text{甲醛})=0.4$ ，按 GB/T 685 测定准确质量分数；

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

甲醛标准溶液：约 10 μ g/mL。称取约 2.7g 甲醛溶液（精确至 0.0002g），置于 1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10mL 上述溶液，置于 1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 仪器和设备

- 分光光度计；
- 具塞玻璃瓶：25mL；



比色皿：1cm；
水浴。

4.5.4 测定步骤

4.5.4.1 标样曲线的绘制

空白溶液的制备：用移液管依次吸取 10mL 水、2mL 乙酰丙酮溶液于具塞玻璃瓶中，在 100 ℃沸水中加热 3min，取出冷却至室温，摇匀。

4.5.4.2 标准曲线的绘制

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 10mL 上述溶液和 2mL 乙酰丙酮溶液，置于具塞玻璃瓶中，在 100℃的沸水中加热 3min，取出冷却至室温。以空白溶液为参比，于波长 412nm 处测定各吸光度。以甲醛标准溶液的体积为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

4.5.4.3 测定

称取约 0.2g（精确至 0.0001g）的试样，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 10mL 上述溶液和 2mL 乙酰丙酮溶液，置于具塞玻璃瓶中，在 100 ℃沸水中加热 3min，取出冷却至室温。以空白溶液为参比，于波长 412nm 处测定样品溶液的吸光度，在标准曲线上查得相应的甲醛标准溶液的体积。

4.5.5 计算

试样中甲醛的质量分数 X_4 (g/kg) 按式 (4) 计算：

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot w \cdot V}{100 \cdot m_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——配制甲醛标准溶液所称取甲醛溶液的质量，单位为克 (g)；

m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)；

V——测得试样吸光度所对应的甲醛标准溶液的体积数值，单位为毫升 (mL)；

w——甲醛溶液中甲醛的质量分数。

100——换算系数。

4.5.6 允许差

甲醛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 亚硝基草甘膦质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用衍生化试剂衍生后，以乙腈和水为流动相，使用以 C18 为填料的不锈钢柱和具有可变波长的紫外检测器，在波长 462nm 下，对试样中的亚硝基草甘膦进行反相色谱分离和测定。

4.6.2 试剂和溶液

磺胺：分析纯；

N-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐 (NED)：分析纯；

48% HBr 溶液；

浓盐酸；

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；

NED 溶液：称取约 0.435g NED 于 100mL 容量瓶中，加入 40mL 水使之溶解，加入 50mL 48% HBr 溶液，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 浓盐酸，加入 1.0g 磺胺和 3.5mL 的 30%Brij30，振荡使磺胺溶解，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 ≥89.0%。

4.6.3 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；

色谱柱：150mm×4.6mm (i.d.) 内装 C₁₈，5μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45μm；

定量进样管：200μL；

超声波清洗器。

4.6.4 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（乙腈:水）=40:60；

流速：1.0mL/min；

柱温：30℃；

检测波长：462nm；

进样体积：100μL；

保留时间（min）：见附录 C。

上述色谱操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液制备

准确称取 0.01g 亚硝基草甘膦标样（精确至 0.0002g），置于 50mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀（溶液 I）。用移液管移取 5mL 溶液 I 于 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀（溶液 II）。用移液管移取 0.1mL 溶液 II 于比色管中，加入约 3mL 水，依次用移液管加入 1mL NED 溶液、5mL 磺胺溶液，用水定容至 10mL，摇匀，置于 85℃ 浴中进行衍生化反应 25min，取出冷却至室温。

4.6.5.2 试样溶液制备

准确称取 1g 试样（精确至 0.01g），置于比色管中，加入约 3mL 水，依次用移液管加入 1mL NED 溶液、5mL 磺胺溶液，用水定容至 10mL，摇匀，置于 85℃ 浴中进行衍生化反应 25min，冷却至室温。

4.6.5.3 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，待相邻两针亚硝基草甘膦衍生后峰面积相对变化小于 10% 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

试样中亚硝基草甘膦质量分数 X₅（mg/kg）按式（5）计算：

$$X_5 = \frac{A_2 \times m_1 \times P_4}{A_1 \times m_2} \times 200 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

A₁—标样溶液中亚硝基草甘膦峰面积的平均值；

A₂—试样溶液中亚硝基草甘膦峰面积的平均值；

m₁—亚硝基草甘膦标样的质量，g；

m₂—试样的质量，g；

P₄—亚硝基草甘膦标样的纯度，%；

200—换算系数。

4.6.7 允许差



亚硝基草甘膦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。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。称取 1.0g 试样，于 100mL 烧杯中，加入 100mL 水，剧烈搅拌 1min，静置 1min。将冲洗干净的玻璃电极和饱和甘汞电极插入试样溶液中，测其 pH 值，至少平行测定三次，测定结果的绝对差值应小于 0.1，取其算术平均值即为该试样的 pH 值。

4.8 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。向量筒内加标准硬水（15℃至 25℃至 180mL 刻度线处，置量筒于天平上，称入 1.0g 样品（精确至 0.1g），加标准硬水至距量筒塞底部 9cm±0.1cm 的刻度线处，盖上塞子，以量筒中部为中心，上下 180°颠倒 30 次（每次 2s）。垂直放在试验台上，静置；记录在 1min±10s 时的泡沫体积（精确至 2mL）。重复测定 3 次，取其算术平均值，作为该样品的持久起泡性测定结果。

4.9 稀释稳定性试验

按 HG/T 2467.7-2003 中 4.9 进行。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℃ 温水浴中，静置 1h，稀释液均一，无析出物为合格。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中 2.1 “乳剂和均相液体制剂” 进行。移取 100mL 的样品置于离心管中，在制冷器中冷却至 (0±2)℃，让离心管及内容物在 (0±2)℃ 保持 1h。并每间隔 15min 搅拌一次，每次 15s，检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器，在 (0±2)℃ 继续放置 7d。7d 后，取出离心管，在室温（不超过 20℃）下静止 3h。离心分离 15min（管子顶部相对离心力为 500g-600g，g 为重力加速度）。记录管子底部离析物的体积（精确至 0.05mL）。析出物不超过 0.3mL 为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中的 2.1 “液体制剂” 进行。用注射器将约 30mL 试样置于洁净的安瓿瓶中（或在 54℃，仍能密封的具塞玻璃瓶），置此安瓿瓶于冰盐浴中制冷，用高温火焰封口（避免溶剂挥发），冷却至室温称重。将封好的安瓿瓶置于金属容器内，再将金属容器在 (54±2)℃ 的恒温箱（或恒温水浴）中放置 14d。取出，将安瓿瓶外面拭净后称量，质量未发生变化的试样，于 24h 内完成有效成分、相关杂质、其它限制性组分含量，pH 值、稀释稳定性的测定，其草甘膦质量分数的相对分解率均不大于 5%、亚硝基草甘膦、甲醛、钾离子、pH 值、稀释稳定性仍符合标准要求为合格。

4.12 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的有关规定，极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 46% 草甘膦钾盐可溶液剂的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。标签上应有产品名称和剂型、有效成分及其含量、农药登记证号、生产许可证号、农药产品标准号、净含量、商标、生产日期、批号、生产厂名称、地址及联系方式、毒性标志、产品使用说明、注意事项、保证期等。

5.2 46% 草甘膦钾盐可溶液剂采用清洁、干燥材料进行包装。也可根据用户要求或定货协议，采取用其他形式的包装，但需符合 GB 4838 的规定。

5.3 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。

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 安全：46% 草甘膦钾盐可溶液剂为低毒的除草剂产品，使用本品应带有防护手套穿干净的防护服。施药后，应立即用肥皂和水洗净。若因误服或其它原因发生中毒现象，应立即送医院治疗。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，46% 草甘膦钾盐可溶液剂的保证期，从生产日期算起为二年。



附录 A
(资料性附录)
色谱图

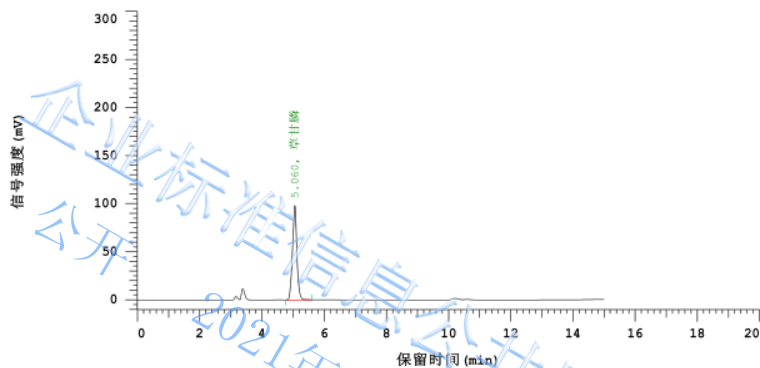


图 A.1 46%草甘膦钾盐可溶液剂试样中草甘膦典型液相色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月14日 10点59分



附录 B
(资料性附录)
色谱图

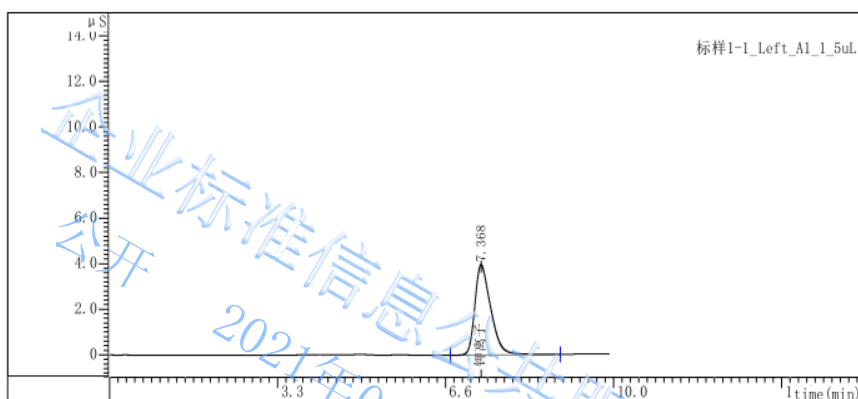
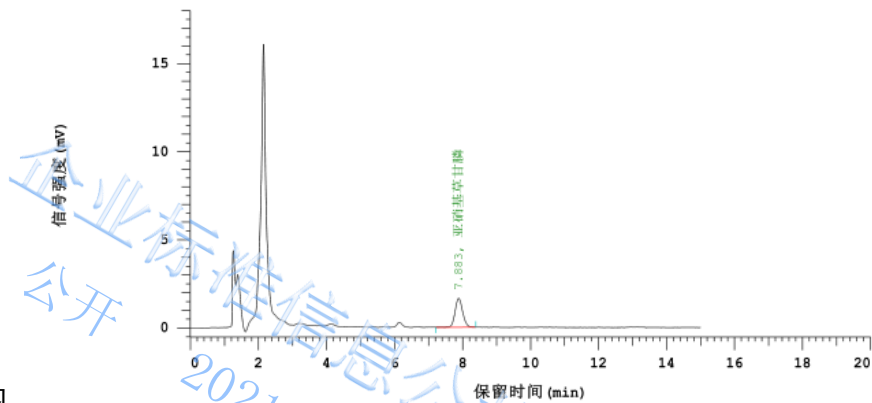


图 B.1 46%草甘膦钾盐可溶液剂的阳离子色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月14日 10点59分



附录 C
(资料性附录)



色谱图

1-亚硝基草甘膦

图 B.1 衍生化后 46%草甘膦钾盐可溶液剂中亚硝基草甘膦的色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月14日 10点59分