



中华人民共和国国家标准

GB 12686—2004
代替 GB 12686—1990

GB 12686—2004

GB 12686—2004

烘箱:105℃±2℃;

吸滤瓶:500 mL。

4.6.2 测定方法

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),放入锥形瓶中,加入 100 mL 氢氧化钠溶液,用 90℃ 水浴加热 5 min,立刻通过已恒量(精确至 0.000 2 g)的坩埚过滤,再用 60 mL 水,分三次洗涤锥形瓶,并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥 2 h,取出放于干燥器中冷却,称量(精确至 0.000 2 g)。

4.6.3 计算:

试样中氢氧化钠不溶物的质量分数 w_5 (g/kg),按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——干燥后坩埚与氢氧化钠不溶物的总质量,单位为克(g);

m_0 ——恒重后坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装和贮运

5.1 草甘膦原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 草甘膦原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量为 25 kg。也可以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。

5.3 草甘膦原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全:草甘膦属低等毒性除草剂。如皮肤和眼睛接触药液时,要用大量清水冲洗。冲洗时间不小于 15 min,并请医生诊治;如有误服,应立即催吐。

5.6 验收期:草甘膦原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

草甘膦原药

Glyphosate technical



版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-22283
定价: 10.00 元

2004-12-06 发布

2005-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

典型的亚硝基草甘膦高效液相色谱图见图 3。

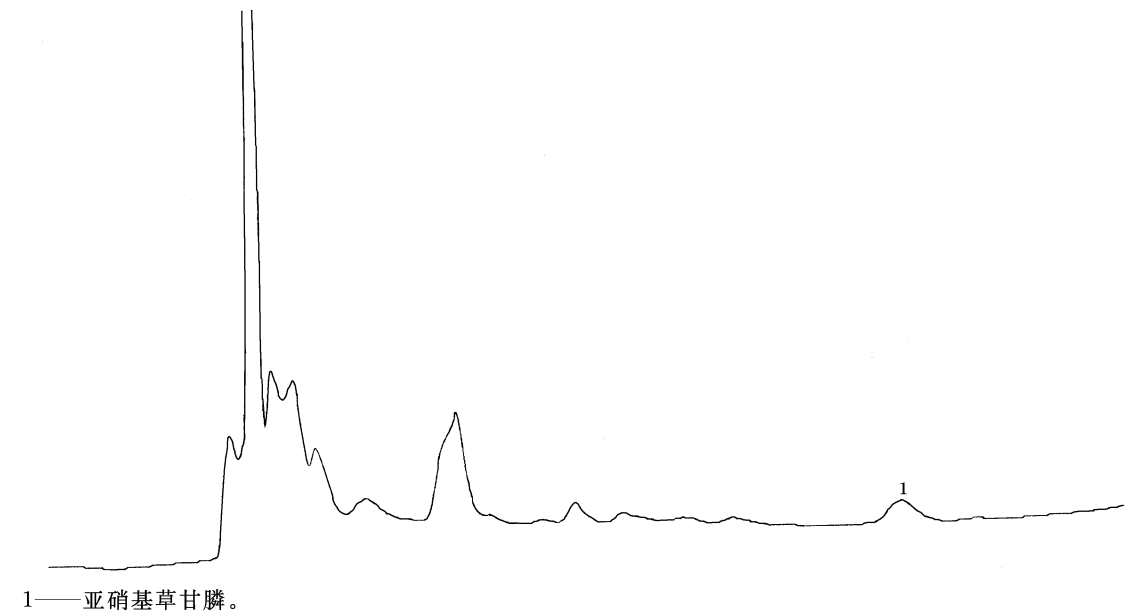


图 3 亚硝基草甘膦的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样的制备

称取 0.04 g 亚硝基草甘膦标样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管吸取上述溶液 1 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.2 试样的制备

称取 25 g 试样(精确至 0.02 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 50 mL 水,超声波振荡 10 min。冷却至室温,摇匀,过滤。

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。

4.5.6 计算

试样中亚硝基草甘膦的质量分数 w_4 (mg/kg)按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times 1\,000 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,亚硝基草甘膦峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,亚硝基草甘膦峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标中亚硝基草甘膦的质量分数,%。

4.6 氢氧化钠不溶物的测定

4.6.1 试剂和仪器

氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=40 \text{ g/L}$;

锥形瓶:250 mL;

玻璃砂芯坩埚:G3;

中华人民共和国
国家标准
草甘膦原药
GB 12686—2004

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
2005 年 2 月第一版 2005 年 2 月第一次印刷
*
书号:155066·1-22283 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

4.4.4.2 测定

称取 0.1 g 草甘膦试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,盖盖后超声波振荡 10 min 使试样溶解,取出冷却至室温,摇匀。依次用移液管吸取 10 mL 上述溶液、2 mL 乙酰丙酮溶液,置于具塞玻璃瓶中,在 100℃的沸水中加热 3 min,取出冷却至室温。以空白溶液为参比,于波长 412 nm 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。

4.4.4.3 计算

试样中甲醛的质量分数 w_3 (g/kg)按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \cdot w \cdot V}{100m_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——配制甲醛标样溶液所称取甲醛溶液的质量,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 ——甲醛溶液的质量分数,%;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 亚硝基草甘膦质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解,以 pH2.0 磷酸二氢钾水溶液和甲醇为流动相,使用以 Agilent ZORBAX SAX 为填料的不锈钢柱(强阴离子交换柱)和紫外检测器(242 nm),对试样中的亚硝基草甘膦进行阴离子交换液相色谱分离和测定。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

磷酸二氢钾;

水:新蒸二次蒸馏水;

磷酸溶液: $\varphi(\text{H}_3\text{PO}_4)=50\%$;

亚硝基草甘膦标样:已知亚硝基草甘膦质量分数。

4.5.3 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:250 mm×4.6 mm(内径)Agilent ZORBAX SAX 不锈钢柱(或与其相当的其他强阴离子交换柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

进样器:1 mL;

定量进样管:200 μL ;

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相:称取 27.2 g 磷酸二氢钾,用 850 mL 水溶解,加入 150 mL 甲醇,用磷酸溶液调 pH 至 2.0,超声波振荡 10 min;

流速:1.5 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2℃);

检测波长:242 nm;

进样体积:200 μL ;

保留时间:亚硝基草甘膦约 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。

前 言

本标准的第 3 章和第 5 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用 FAO 规格 284/TC(2000/2001)《N-膦羧基甲基甘氨酸(草甘膦原药)技术要求》《GLYPHOSATE ACID TECHNICAL》。

本标准与 FAO 规格 284/TC(2000/2001) 的主要差异为:

——本标准甲醛指标为 ≤ 0.8 g/kg,FAO 规格 284/TC(2000/2001)甲醛指标为 ≤ 1.2 g/kg,本标准该项指标严于 FAO 规格 284/TC(2000/2001)。

本标准是对 GB 12686—1990《草甘膦原药》的修订。

本标准与 GB 12686—1990 的主要差异为:

——外观由白色或微黄色粉状物改为白色粉末;

——取消了分等分级;

——草甘膦质量分数改为 $\geq 95.0\%$;

——草甘膦测定方法增加了高效液相色谱法,并作为仲裁法;

——取消了干燥减量控制项目;

——增加了甲醛控制项目;

——增加了亚硝基草甘膦控制项目;

——水不溶物控制项目改为氢氧化钠不溶物控制项目;

——保证期改为验收期。

本标准自实施之日起,代替 GB 12686—1990。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:浙江新安化工股份有限公司、上海升联化工有限公司、福建三农集团股份有限公司、江苏镇江江南化工厂。

本标准主要起草人:梅宝贵、李秀杰、陈根良、虞祥发、张秀珍、蒋方强、袁剑锋、肖华周。

本标准于 1990 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。