



农药 标准汇编

农药产品 除草剂卷

(第2版)

全国农药标准化技术委员会
中国标准出版社
中国石油和化学工业联合会

编

农 药 标 准 汇 编

农药产品 除草剂卷

(第2版)

全国农药标准化技术委员会
中 国 标 准 出 版 社 编
中国石油和化学工业联合会

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

农药标准汇编. 农药产品. 除草剂卷/全国农药标准化技术委员会, 中国标准出版社, 中国石油和化学工业联合会编. —2 版. —北京: 中国标准出版社, 2016. 10

ISBN 978-7-5066-8421-7

I. ①农… II. ①全…②中…③中… III. ①农药—标准—汇编—中国②除草剂—标准—汇编—中国 IV. ①S48-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 216049 号

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 51.75 字数 1 560 千字

2016 年 10 月第二版 2016 年 10 月第二次印刷

*

定价 260.00 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)68510107

出版说明

《农药标准汇编》收集了截至 2016 年 7 月批准发布的农药标准,分基础和通用方法卷与产品卷。其中,基础和通用方法卷 1 册,产品卷分为除草剂、杀虫剂、杀菌剂 3 册。本册为《农药标准汇编 农药产品 除草剂卷》,包括国家标准 49 项,行业标准 43 项。

本汇编收集的國家标准的属性已在目录上标明(GB 或 GB/T),年代号用四位数表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”或“规范性引用文件”中的标准属性请读者注意查对)。

本汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本汇编目录中,凡标准名称后用括号原国家标准号“(原 GB ××××—××)”的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部分标准转化行业标准的情况也照此处理。

标准号中括号内年代号,表示在该年度确认了该项标准,但没有重新出版。

编者

2016 年 8 月

第 1 版出版说明

《农药标准汇编》收集了截至 2009 年底批准发布的农药标准,分通用方法卷和产品卷,通用方法卷一册,产品卷分为上、中、下三册。产品卷共包括标准 240 项,其中国家标准 129 项,行业标准 111 项。

本汇编收集的國家标准的属性已在目录上标明(GB 或 GB/T),年代号用四位数表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”或“规范性引用文件”中的标准属性请读者注意查对)。

本汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本汇编目录中,凡标准名称后用括号原国家标准号“(原 GB××××—××)”的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部分标准转化行业标准的情况也照此处理。

标准号中括号内年代号,表示在该年度确认了该项标准,但没有重新出版。

中国标准出版社

2010 年 7 月

目 录

GB 12686—2004	草甘膦原药	1
GB 19307—2003	百草枯母药	11
GB 19308—2003	百草枯水剂	23
GB 20680—2006	10%苯磺隆可湿性粉剂	35
GB 20683—2006	苯磺隆原药	43
GB 20684—2006	草甘膦水剂	51
GB 20686—2006	草甘膦可溶粉(粒)剂	59
GB 20691—2006	乙草胺原药	69
GB 20692—2006	乙草胺乳油	79
GB 20697—2006	13%2甲4氯钠水剂	87
GB 20698—2006	56%2甲4氯钠可溶粉剂	99
GB 22167—2008	氟磺胺草醚原药	111
GB 22168—2008	吡嘧磺隆原药	119
GB 22169—2008	氟磺胺草醚水剂	127
GB 22170—2008	吡嘧磺隆可湿性粉剂	135
GB 22173—2008	噁草酮原药	143
GB 22176—2008	二甲戊灵乳油	153
GB 22177—2008	二甲戊灵原药	161
GB 22178—2008	噁草酮乳油	169
GB 22600—2008	2,4-滴丁酯原药	177
GB 22601—2008	2,4-滴丁酯乳油	187
GB 22606—2008	莠去津原药	197
GB 22607—2008	莠去津可湿性粉剂	205
GB 22608—2008	莠去津悬浮剂	213
GB 22614—2008	烯草酮原药	223
GB 22615—2008	烯草酮乳油	231
GB 22616—2008	精恶唑禾草灵原药	239
GB 22617—2008	精恶唑禾草灵水乳剂	249
GB 22618—2008	精恶唑禾草灵乳油	261
GB 23548—2009	噻吩磺隆可湿性粉剂	271
GB 23551—2009	异恶草松乳油	279
GB 23553—2009	扑草净可湿性粉剂	287
GB 23558—2009	苄嘧磺隆可湿性粉剂	295
GB 24751—2009	异恶草松原药	303
GB 24754—2009	扑草净原药	311
GB 24757—2009	苄嘧磺隆原药	321
GB 24758—2009	噻吩磺隆原药	329

GB 28127—2011	氯磺隆原药	337
GB 28129—2011	乙羧氟草醚原药	345
GB 28133—2011	绿麦隆可湿性粉剂	355
GB 28134—2011	绿麦隆原药	365
GB 28138—2011	硝磺草酮悬浮剂	375
GB 28149—2011	氯磺隆可湿性粉剂	385
GB 28150—2011	氯磺隆水分散粒剂	393
GB 28154—2011	75%烟嘧磺隆水分散粒剂	403
GB 28155—2011	烟嘧磺隆可分散油悬浮剂	413
GB 28156—2011	乙羧氟草醚乳油	425
GB 29382—2012	硝磺草酮原药	435
GB 29383—2012	烟嘧磺隆原药	445
HG/T 2213—2013	禾草丹原药	453
HG/T 2214—2013	禾草丹乳油	461
HG 2215—1991(2004)	10%禾草丹颗粒剂	468
HG/T 2848—2016	二氯喹啉酸原药	473
HG/T 2849—2016	二氯喹啉酸可湿性粉剂	481
HG 3291—2001	丁草胺原药	489
HG 3292—2001	丁草胺乳油	496
HG 3298—2002	甲草胺原药	503
HG 3299—2002	甲草胺乳油	511
HG 3624—1999	2,4-滴原药	518
HG 3701—2002	氟乐灵原药	525
HG 3702—2002	氟乐灵乳油	535
HG 3717—2003	氯嘧磺隆原药	543
HG 3718—2003	氯嘧磺隆可湿性粉剂	551
HG 3719—2003	苯噻酰草胺原药	559
HG 3720—2003	50%苯噻酰草胺可湿性粉剂	569
HG 3759—2004	喹禾灵原药	577
HG 3760—2004	喹禾灵乳油	583
HG 3761—2004	精喹禾灵原药	589
HG 3762—2004	精喹禾灵乳油	597
HG/T 3885—2006	异丙草胺·莠去津悬乳剂	605
HG/T 3886—2006	苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂	615
HG/T 4466—2012	辛酰溴苯腈原药	623
HG/T 4467—2012	辛酰溴苯腈乳油	631
HG/T 4468—2012	草除灵原药	639
HG/T 4469—2012	草除灵悬浮剂	649
HG/T 4810—2015	咪唑乙烟酸原药	659
HG/T 4811—2015	咪唑乙烟酸可湿性粉剂	667
HG/T 4812—2015	咪唑乙烟酸水剂	675
HG/T 4813—2015	氰氟草酯原药	683
HG/T 4814—2015	氰氟草酯乳油	695

HG/T 4815—2015 氟氟草酯水乳剂 707

HG/T 4929—2016 麦草畏原药 719

HG/T 4930—2016 麦草畏水剂 727

HG/T 4937—2016 2,4-滴异辛酯原药 735

HG/T 4938—2016 2,4-滴异辛酯乳油 745

HG/T 4939—2016 2,4-滴二甲胺盐水剂 755

HG/T 4940—2016 双草醚原药 769

HG/T 4941—2016 双草醚可湿性粉剂 779

HG/T 4942—2016 双草醚悬浮剂 787

HG/T 4943—2016 灭草松原药 797

HG/T 4944—2016 灭草松水剂 805

HG/T 4945—2016 灭草松可溶液剂 813



中华人民共和国国家标准

GB 12686—2004
代替 GB 12686—1990

草 甘 膦 原 药

Glyphosate technical

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

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、袁剑铎、肖华周。

本标准于 1990 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。

草 甘 膦 原 药

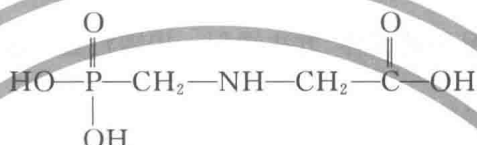
该产品有效成分草甘膦的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：glyphosate

CIPAC 数字代码：284

化学名称：N-膦羧基甲基甘氨酸

结构式：



实验式： $\text{C}_3\text{H}_8\text{NO}_5\text{P}$

相对分子质量：169.07(按 2001 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点： $189^\circ\text{C} \sim 190^\circ\text{C}$

蒸气压(20°C)：可忽略

溶解度：水 11.6 g/L(25°C)，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。

1 范围

本标准规定了草甘膦原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。
本标准适用于由草甘膦及其生产中产生的杂质组成的草甘膦原药。

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 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 草甘膦原药应符合表 1 要求。

表 1 草甘膦原药控制项目指标

项 目	指 标
草甘膦质量分数/%	≥ 95.0
甲醛质量分数/(g/kg)	≤ 0.8
亚硝基草甘膦质量分数 ^a /(mg/kg)	≤ 1.0
氢氧化钠不溶物质量分数 ^a /(g/kg)	≤ 0.2

^a 正常生产时,亚硝基草甘膦质量分数、氢氧化钠不溶物每 3 个月至少进行一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与草甘膦含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主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。

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。标样红外光谱图见图 1。

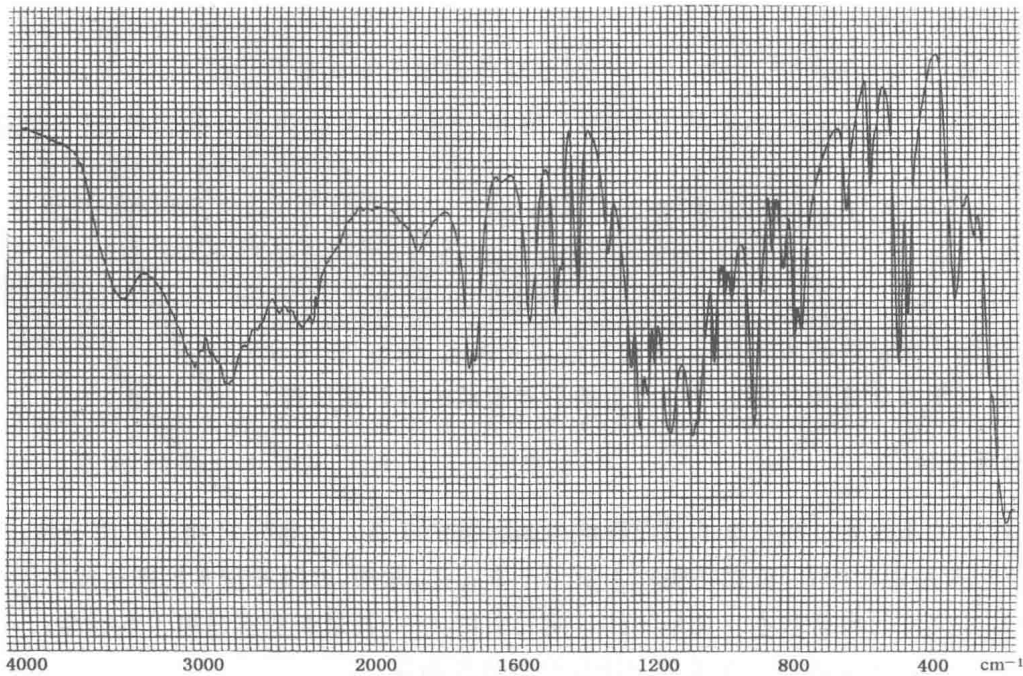


图 1 草甘膦标样的红外光谱图

4.3 草甘膦质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用流动相溶解,以 pH2.0 的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(195 nm),对试样中的草甘膦进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 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： $\varphi(\text{H}_3\text{PO}_4)=50\%$ ；
草甘膦标样：已知草甘膦质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 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 $\times$ 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 ；
微量进样器：100 μL ；
定量进样管：20 μL ；
超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相：称取 13.6 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 $^{\circ}\text{C}$)；
检测波长：195 nm；
进样体积：20 μL ；
保留时间：草甘膦约 5.7 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。
典型的草甘膦原药高效液相色谱图见图 2。

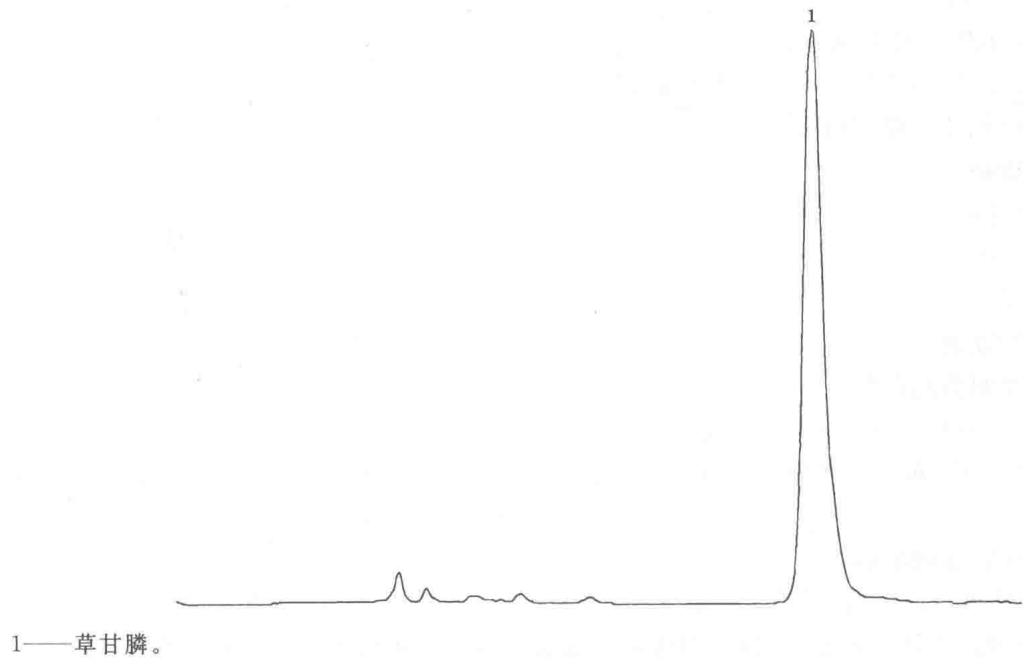


图 2 草甘膦原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 草甘膦标样(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，超声波振

荡 10 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含草甘膦 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针草甘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。

4.3.1.6 计算

试样中草甘膦的质量分数 $w_1(\%)$,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

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 ——标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中草甘膦的质量分数,%。

4.3.1.7 允许差

草甘膦质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 分光光度法

4.3.2.1 方法提要

试样溶于水后,在酸性介质中与亚硝酸钠反应生成亚硝基草甘膦,于波长 242 nm 处测定吸光度,求算草甘膦质量分数。

4.3.2.2 试剂和溶液

- 硫酸溶液: $\varphi(\text{H}_2\text{SO}_4)=50\%$;
- 溴化钾溶液: $\rho(\text{KBr})=250\text{ g/L}$;
- 亚硝酸钠溶液: $\rho(\text{NaNO}_2)=14\text{ g/L}$,使用时配制;
- 草甘膦标样:已知草甘膦质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器和设备

- 紫外分光光度计;
- 石英比色皿:1 cm。

4.3.2.4 测定步骤

4.3.2.4.1 溶液的配制

4.3.2.4.1.1 空白溶液的配制

用移液管移取 7 mL 水于 100 mL 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。放置 20 min 后,用水稀释至刻度,摇匀。打开塞子,放置 15 min。

4.3.2.4.1.2 标准溶液的配制

称取 0.1 g 草甘膦标准品(精确至 0.000 2 g),置于 100 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。用移液管移取 2 mL 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。放置 20 min 后用水稀释至刻度,摇匀。打开塞子,放置 15 min。

4.3.2.4.1.3 试样溶液的配制

称取含 0.1 g 草甘膦的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 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。用移液管移取 2 mL 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。放置 20 min 后,用水稀释至刻度,摇匀。打开塞子,放置 15 min。

注:亚硝基化反应温度不能低于 15℃。

4.3.2.4.2 测定

以空白溶液为参比,在 242 nm 处,用石英比色皿分别测定标样溶液和试样溶液的吸光度。

4.3.2.5 计算

草甘膦质量分数 $w_2(\%)$,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \cdot A_2 \cdot w}{m_2 \cdot A_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- A_1 ——标样溶液的吸光度;
- A_2 ——试样溶液的吸光度;
- 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 ——标样中草甘膦的质量分数,%。

4.3.2.6 允许差

草甘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。

4.4 甲醛质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用热水溶解,用乙酰丙酮显色,于波长 412 nm 处进行分光光度测定。

4.4.2 试剂和溶液

- 乙酰丙酮:重蒸馏;
- 乙酸铵;
- 冰乙酸;
- 甲醛溶液: $w(\text{甲醛})=0.4$,按 GB 602—1988 附录 A2 测定准确质量分数;
- 乙酰丙酮溶液:称取乙酸铵 25 g 于 100 mL 棕色容量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 3 mL 冰乙酸和 0.5 mL 乙酰丙酮试剂,用水稀释至刻度,摇匀;
- 甲醛标准溶液:约 10 $\mu\text{g/mL}$ 。称取约 2.7 g 甲醛溶液(精确至 0.000 2 g),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.4.3 仪器和设备

- 分光光度计;
- 具塞玻璃瓶:25 mL;
- 比色皿:1 cm;
- 水浴。

4.4.4 测定步骤

4.4.4.1 标准曲线的绘制

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

标准曲线的绘制:用移液管吸取 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 甲醛标准溶液分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。分别用移液管依次吸取 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。

4.4.4.2 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:

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

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。

典型的亚硝基草甘膦高效液相色谱图见图 3。

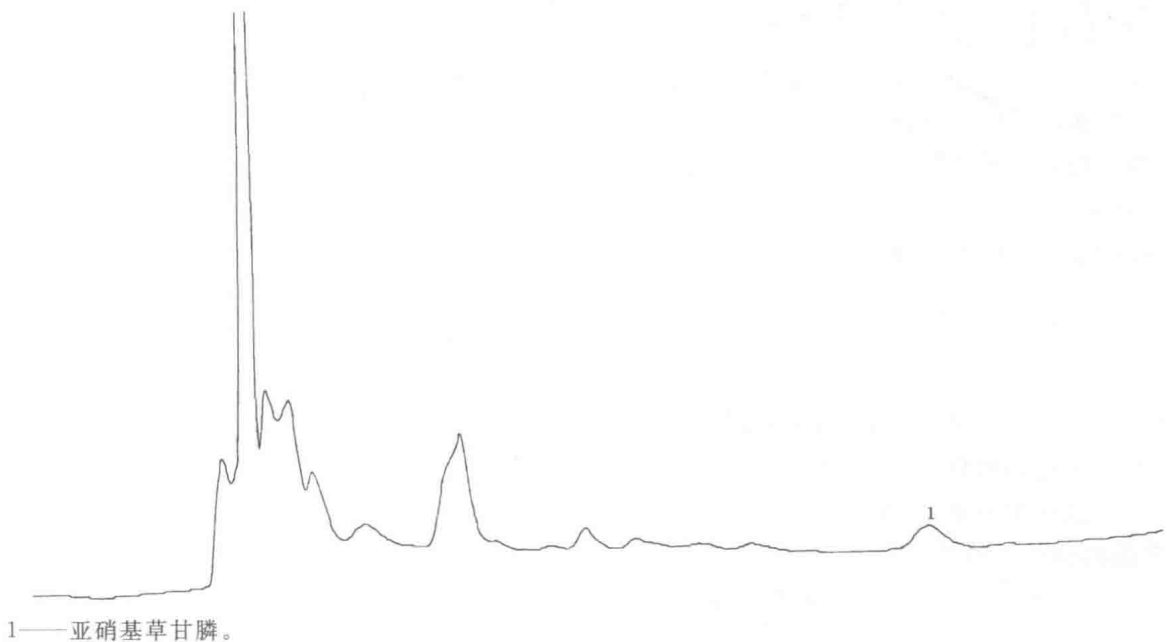


图 3 亚硝基草甘膦的高效液相色谱图

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 ——标样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;