

# 团 体 标 准

T/CCPIA 185—2022

---

## 精草铵磷原药

Glufosinate-P technical material

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 实施

---

中国农药工业协会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：利尔化学股份有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、农业农村部农药检定所、四川省农业农村厅农药检定所。

本文件主要起草人：石凯威、陈银银、黄伟、段又生、刘晓伟、赵霞、姜友法、史卫莲。



# 精草铵磷原药

## 1 范围

本文件规定了精草铵磷原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于精草铵磷原药产品的质量控制。

注：精草铵磷的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 28136—2011 农药水不溶物测定方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

类白色或白色固体粉末，无可见外来杂质。

### 4.2 技术指标

精草铵磷原药应符合表1要求。

表1 精草铵磷原药控制项目指标

项 目	指 标
精草铵磷质量分数/%	≥90.0
精草铵磷比例/%	≥96
水分/%	≤1.0
pH值	2.0~6.0
水不溶物 <sup>a</sup> /%	≤0.5

<sup>a</sup> 正常生产时，水不溶物每3个月至少测定一次。

## 5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

### 5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

### 5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.1进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于100 g。

### 5.3 鉴别试验

#### 5.3.1 红外光谱法

试样与精草铵磷标样在 $4000\text{ cm}^{-1}$ ~ $650\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱应没有明显区别，精草铵磷标样红外光谱图见图1。



#### 5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与精草铵磷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精草铵磷的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

### 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 精草铵磷质量分数的测定

#### 5.5.1 草铵磷酸质量分数的测定

##### 5.5.1.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以ZORBAX SAX为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长195 nm下对试样中的草铵磷酸进行高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 5.5.1.2 试剂和溶液

###### 5.5.1.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.1.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 磷酸二氢钾。

5.5.1.2.4 草铵膦酸标样：已知草铵膦酸质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱：250 mm×mm： mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ZORBAX SAX（强阴离子交换柱）、5  $\mu\text{m}$  填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.1.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.1.3.4 定量进样管：20  $\mu\text{L}$ 。

5.5.1.3.5 超声波清洗器。

### 5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相：称取 5.8 g 磷酸二氢钾，用 850 mL 水溶解，加入 150 mL 乙腈，超声波振荡 20 min，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.1.4.2 流速：1.0 mL/min。

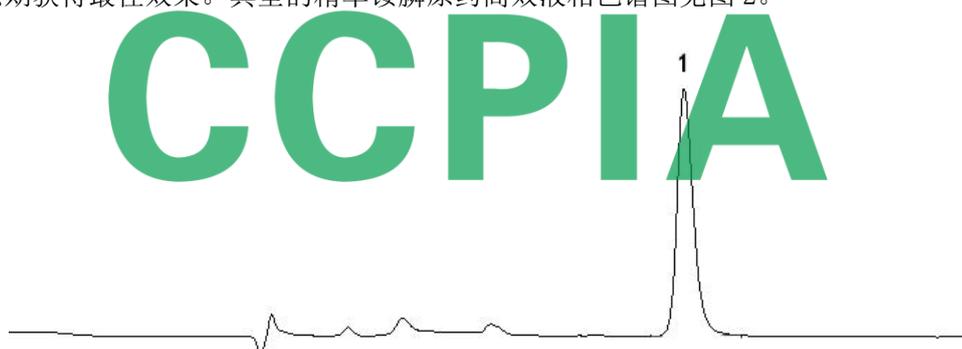
5.5.1.4.3 柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.4.4 检测波长：195 nm。

5.5.1.4.5 进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

5.5.1.4.6 保留时间：草铵膦酸约 8.4 min。

5.5.1.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的精草铵膦原药高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明：  
1——草铵膦酸。

图 2 精草铵膦原药高效液相色谱图

### 5.5.1.5 测定步骤

#### 5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）草铵膦酸标样，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 流动相，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

#### 5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）草铵膦酸的试样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL流动相，超声波振荡5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.5.1.5.3 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，直至相邻两针草铵膦酸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。

#### 5.5.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中草铵膦酸峰面积分别进行平均，试样中草铵膦酸质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- $\omega_1$ ——试样中草铵膦酸的质量分数，以%表示；
- $A_2$ ——试样溶液中草铵膦酸峰面积的平均值；
- $m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- $\omega$ ——标样中草铵膦酸的质量分数，以%表示；
- $A_1$ ——标样溶液中草铵膦酸峰面积的平均值；
- $m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

#### 5.5.1.7 允许差

草铵膦酸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。

### 5.5.2 精草铵膦比例的测定（衍生化法）

#### 5.5.2.1 方法提要

试样用水溶解，加入手性衍生化试剂反应处理，以乙腈+乙酸铵溶液为流动相，使用以 $C_{18}$ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长335 nm下对试样中的精草铵膦和*R*-草铵膦酸进行高效液相色谱分离和测定。也可采用手性柱法测定精草铵膦比例，色谱操作条件见附录B。

#### 5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2.2 水：新蒸二测蒸馏水或超纯水。

5.5.2.2.3 邻苯二甲醛。

5.5.2.2.4 *N*-乙酰-*L*-半胱氨酸。

5.5.2.2.5 十水合四硼酸钠。

5.5.2.2.6 氢氧化钠。

5.5.2.2.7 无水乙醇。

5.5.2.2.8 乙酸铵。

5.5.2.2.9 硼酸缓冲液：称取 1.2 g 硼酸和 14.4 g 十水合四硼酸钠，用 400 mL 水溶解，超声波振荡 20 min，用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 9.8，转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.2.10 衍生化试剂：称取 0.2 g 邻苯二甲醛和 0.24 g *N*-乙酰-*L*-半胱氨酸，加入 20 mL 无水乙醇和 80 mL 硼酸缓冲液，超声波振荡 20 min。该溶液应现配现用。

5.5.2.2.11 乙酸铵溶液：称取 3.8 g 乙酸铵，用 1000 mL 水溶解，用磷酸调节 pH 至 5.7，超声波振

荡 20 min。

5.5.2.2.12 草铵膦酸标样：已知草铵膦酸质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C<sub>18</sub>、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.2.3.4 定量进样管：10 μL。

5.5.2.3.5 超声波清洗器。

### 5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

5.5.2.4.1 流动相： $\Psi_{\text{（乙腈:乙酸铵溶液）}} = 5 : 95$ 。

5.5.2.4.2 流速：1.0 mL/min。

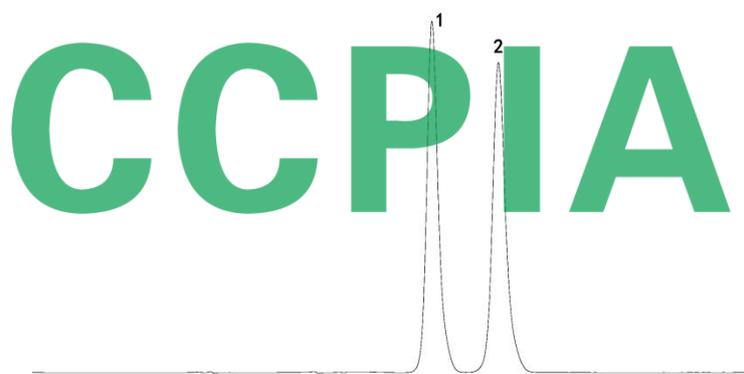
5.5.2.4.3 柱温：35 °C ± 2 °C。

5.5.2.4.4 检测波长：335 nm。

5.5.2.4.5 进样体积：10 μL。

5.5.2.4.6 保留时间：精草铵膦生物约 6.9 min，R-草铵膦酸生物约 8.2 min。

5.5.2.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的草铵膦酸标样和精草铵膦原药衍生生化拆分高效液相色谱图见图 3、图 4。

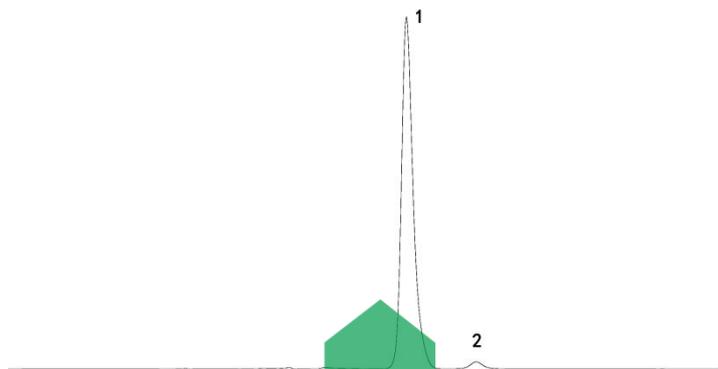


标引序号说明：

1——精草铵膦生物；

2——R-草铵膦酸生物。

图 3 草铵膦酸标样衍生生化拆分高效液相色谱图



标引序号说明：  
1——精草铵磷衍生物；  
2——*R*-草铵磷酸衍生物。

图4 精草铵磷原药衍生生化拆分高效液相色谱图

### 5.5.2.5 测定步骤

#### 5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）草铵磷酸标样，置于25 mL容量瓶中，加入20 mL水，超声波振荡5 min，冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于25 mL容量瓶中，用另一支移液管加入1 mL衍生生化试剂，反应5 min，用水稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）精草铵磷的试样，置于25 mL容量瓶中，加入20 mL水，超声波振荡5 min，冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于25 mL容量瓶中，用另一支移液管加入1 mL衍生生化试剂，反应5 min，用水稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 5.5.2.5.3 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，直至相邻两针精草铵磷衍生物、*R*-草铵磷酸衍生物峰面积之和相对变化小于1.2%后，注入两针试样溶液。

#### 5.5.2.6 计算

试样中精草铵磷比例按式（2）计算：

$$K = \frac{A_S}{A_S + A_R} \times 100 \quad (2)$$

式中：

$K$ ——试样中精草铵磷比例，以%表示；

$A_S$ ——两针试样溶液中精草铵磷衍生物峰面积的平均值；

$A_R$ ——两针试样溶液中*R*-草铵磷酸衍生物峰面积的平均值。

### 5.5.3 精草铵磷质量分数的计算

试样中精草铵磷质量分数按式（3）计算：

$$\omega_2 = \omega_1 \times K \quad (3)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中精草铵磷的质量分数，以%表示；

$\omega_1$ ——试样中草铵磷酸的质量分数，以%表示；

$K$ ——试样中精草铵磷比例。

## 5.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

## 5.8 水不溶物的测定

称取10 g（精确至0.01 g）试样，按 GB/T 28136—2011 中3.2进行。

## 6 检验规则

### 6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标中除水不溶物以外的所有项目。

### 6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

### 6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

## 7 验收和质量保证期

### 7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

### 7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，精草铵磷原药的质量保证期，从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 标志、标签和包装

精草铵磷原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定；精草铵磷原药采用干燥、清洁、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量一般为25 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796 的规定。

### 8.2 储运

精草铵磷原药包装应储存在通风、干燥的库房中。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。

## 附录 A

(资料性)

### 精草铵磷的其他名称、结构式和基本物化参数

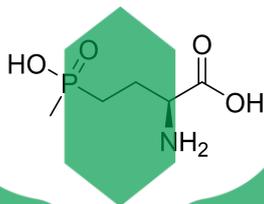
本产品有效成分精草铵磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Glufosinate-P；

——CAS登录号：[35597-44-5]；

——化学名称：(2*S*)-2-氨基-4-[羟基(甲基)磷酰基]丁酸；

——结构式：



——分子式：C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>NO<sub>4</sub>P；

——相对分子质量：181.1；

——生物活性：除草。

# CCPIA

附 录 B  
(规范性)  
精草铵膦比例的测定(手性柱法)

### B.1 方法提要

试样用流动相溶解,以异丙醇+硫酸铜溶液为流动相,使用以OA-5000L为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长254 nm下对试样中的精草铵膦和R-草铵膦酸进行高效液相色谱分离和测定。

### B.2 试剂和溶液

B.2.1 异丙醇: 色谱级。

B.2.2 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

B.2.3 硫酸铜。

B.2.4 0.05%硫酸铜溶液: 称取0.5 g硫酸铜,用1000 mL水溶解,超声波振荡20 min,经滤膜过滤,并进行脱气。

B.2.5 草铵膦酸标样: 已知草铵膦酸质量分数,  $\alpha \geq 98.0\%$ 。

### B.3 仪器

B.3.1 高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器。

B.3.2 色谱柱: 250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装OA-5000L、5 μm填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

B.3.3 过滤器: 滤膜孔径约0.45 μm。

B.3.4 定量进样管: 10 μL。

B.3.5 超声波清洗器。

### B.4 高效液相色谱操作条件

B.4.1 流动相:  $\Psi$  (异丙醇:0.05%硫酸铜溶液) = 0.5:99.5。

B.4.2 流速: 1.0 mL/min。

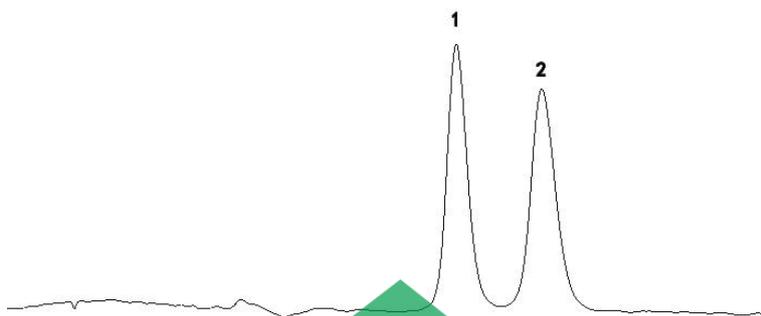
B.4.3 柱温: 25 °C±2 °C。

B.4.4 检测波长: 254 nm。

B.4.5 进样体积: 10 μL。

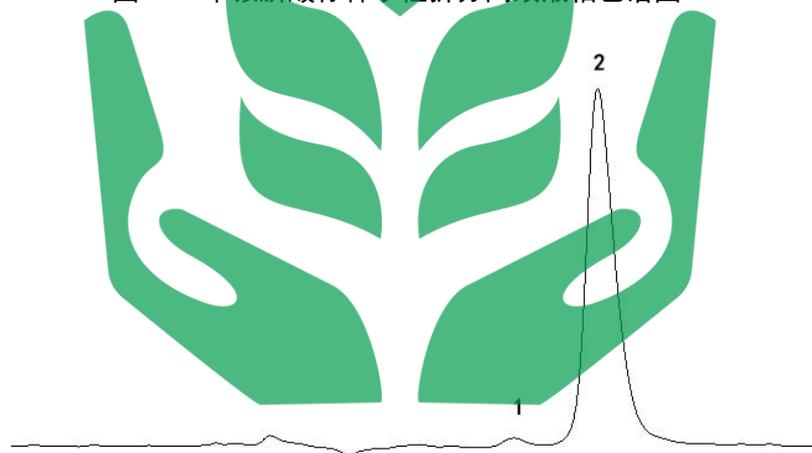
B.4.6 保留时间: R-草铵膦酸约8.3 min, 精草铵膦约9.7 min。

B.4.7 上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的草铵膦酸标样和精草铵膦原药手性拆分高效液相色谱图见图B.1、图B.2。



标引序号说明：  
1——*R*-草铵膦酸；  
2——精草铵膦。

图 B.1 草铵膦酸标样手性拆分高效液相色谱图



标引序号说明：  
1——*R*-草铵膦酸；  
2——精草铵膦。

图 B.2 精草铵膦原药手性拆分高效液相色谱图



## B.5 测定步骤

### B.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）草铵膦酸标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL流动相，超声波振荡5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

### B.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）精草铵膦的试样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL流动相，超声波振荡5 min，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

### B.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针精草铵膦、*R*-草铵膦酸峰面积相对变化小于1.2%后，注入两针试样溶液。

## B.6 计算

试样中精草铵膦比例按式（B.1）计算：

$$K = \frac{A_S}{A_S + A_R} \times 100 \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

$K$ ——试样中精草铵磷比例，以%表示；

$A_S$ ——两针试样溶液中精草铵磷峰面积的平均值；

$A_R$ ——两针试样溶液中 $R$ -草铵磷酸峰面积的平均值。



中华人民共和国  
团体标准  
精草铵磷原药  
T/CCPIA 185—2022

\*

中国农药工业协会  
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)  
(邮政编码: 100125 网址: [www.ccpia.org.cn](http://www.ccpia.org.cn))

\*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换  
联系电话: (010) 84885183