

# 团 体 标 准

T/CAPDA 059-2023

## 麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐

Dicamba by-product industrial salt-ammonium sulfate and potassium sulfate  
mixed salt

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

中国农药发展与应用协会 发 布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工导则 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。

本文件由中国农药发展与应用协会提出并归口。

本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司、潍坊中农联合化工有限公司。

本文件主要起草人：刘立龙、侯松岷、王福江、高姗、蒋亚辉、王小松、张琳、袁洪霞、宋倩楠、邢洪恩。



# 麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐

## 1 范围

本文件规定了麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐的技术要求、检验规则、包装、标识、运输、储存和用途，描述了麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐的试验方法。

本文件适用于麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐产品的质量控制。

## 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 535—2020 肥料级硫酸铵
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8618 制盐工业主要产品取样方法
- GB/T 20406—2017 农业用硫酸钾
- NY/T 1117 水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定
- NY/T 1978 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定
- HJ 501—2009 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非红外色散吸收法
- HJ 812—2016 水质 可溶性阳离子的测定 离子色谱法
- HJ 84—2016 水质 无机阴离子（F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>）的测定 离子色谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐** Dicamba by-product industrial salt-ammonium sulfate and potassium sulfate mixed salt

麦草畏原药生产过程中产生并经无害化处理后的硫酸铵和硫酸钾混盐。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

白色晶体，无可见的外来杂质。

### 4.2 技术指标

麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐的指标应符合表 1 和表 2 要求。

表 1 麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐技术指标

| 项 目           | 指 标         |
|---------------|-------------|
| 氮的质量分数/%      | $\geq 12.5$ |
| 硫的质量分数/%      | $\geq 20.0$ |
| 水溶性氧化钾的质量分数/% | $\geq 20.0$ |
| 氯离子的质量分数/%    | $\leq 1.0$  |
| 水分/%          | $\leq 0.50$ |
| 水不溶物/%        | $\leq 0.50$ |
| 游离酸/%         | $\leq 0.50$ |

表 2 麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐有毒有害控制指标

| 项 目                   | 指 标         |
|-----------------------|-------------|
| 汞 (Hg) 的质量分数/ (mg/kg) | $\leq 5$    |
| 砷 (As) 的质量分数/ (mg/kg) | $\leq 10$   |
| 镉 (Cd) 的质量分数/ (mg/kg) | $\leq 10$   |
| 铅 (Pb) 的质量分数/ (mg/kg) | $\leq 50$   |
| 铬 (Cr) 的质量分数/ (mg/kg) | $\leq 50$   |
| 3,6-二氯水杨酸质量分数/%       | $\leq 0.01$ |
| 2,5-二氯苯酚质量分数/%        | $\leq 0.01$ |
| 总有机碳 (简称 TOC) 质量分数/%  | $\leq 0.01$ |

## 5 试验方法

**警告：**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。

### 5.1 一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

### 5.2 取样

按GB/T 8618规定执行，最终取样量应不少于1000 g。

### 5.3 定性鉴别试验

#### 5.3.1 硫酸根的定性鉴别

色谱操作条件参照HJ 84-2016中8.1.2进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与硫酸根标准溶液中主色谱峰的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

### 5.3.2 铵离子的定性鉴别

色谱操作条件参照HJ 812-2016中8.1.1进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与铵离子标准溶液中主色谱峰的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

### 5.3.3 钾离子的定性鉴别

色谱操作条件参照HJ 812-2016中8.1.1进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与钾离子标准溶液中主色谱峰的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

## 5.4 外观

采用目测法进行。取适量样品置于洁净的烧杯中，置于白色A4纸上，在自然光线下，目测其色泽、组织形态、杂质。

## 5.5 氮质量分数

按GB/T 535-2020附录A中A.1蒸馏后滴定法（仲裁法）测定氮的质量分数。

氮的质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.01401}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_1$ ——氮的质量分数，%；

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$ ——测定时，使用氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——空白试验时，使用氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

0.01401——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 5.6 硫质量分数

按NY/T 1117-2010中5.1重量法（仲裁法）测定硫的质量分数。

硫的质量分数按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_2 - m_1) \times 250 \times 0.1374}{mV} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_2$ ——硫的质量分数，%；

$m_2$ ——测定时沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——空白试验中沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

0.1374——硫的摩尔质量与硫酸钡的摩尔质量的比值；

$m$ ——试样质量的数据，单位为克（g）；

$V$ ——吸取的试样溶液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 5.7 水溶性氧化钾质量分数

按GB/T 20406-2017中4.2四苯硼钾重量法测定水溶性氧化钾的质量分数。

水溶性氧化钾的质量分数按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m_0 \times \frac{V_0}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$w_3$ ——水溶性氧化钾的质量分数，%；

$m_1$ ——四苯硼钾沉淀质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——空白试验所得四苯硼钾沉淀质量的数值，单位为克（g）；

0.1314——氧化钾摩尔质量与四苯硼钾摩尔质量的比值；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V_0$ ——吸取的试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

500——试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 5.8 氯离子质量分数

按GB/T 535-2020中5.8.1进行。

## 5.9 水分

按GB/T 535-2020中附录C进行。

## 5.10 水不溶物

按GB/T 535-2020中附录D进行。

## 5.11 游离酸

按GB/T 535-2020中附录B进行。

## 5.12 汞、砷、镉、铅、铬质量分数

按NY/T 1978进行。

## 5.13 3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚质量分数

### 5.13.1 方法提要

试样经超声提取后，以甲醇+磷酸二氢钾/磷酸水溶液为流动相，在波长220 nm下，使用紫外检测器对提取液中的麦草畏、3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚进行液相色谱分离，外标法定量。

### 5.13.2 试剂和溶液

5.13.2.1 甲醇：色谱纯。

5.13.2.2 水：超纯水。



5.13.2.3 磷酸。

5.13.2.4 磷酸二氢钾/磷酸水溶液： $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=4\text{ mmol/L}$ ，1 L溶液中加入2 mL磷酸。

5.13.2.5 3,6-二氯水杨酸标样：已知质量分数， $w\geq 99.0\%$ 。

5.13.2.6 2,5-二氯苯酚标样：已知质量分数， $w\geq 99.0\%$ 。

### 5.13.3 仪器

5.13.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.13.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装  $\text{C}_{18}$ ，5  $\mu\text{m}$  填充物（或具同等效果的色谱柱）。

### 5.13.4 操作条件

5.13.4.1 流动相： $\psi$ （甲醇：磷酸二氢钾/磷酸溶液）=60:40，用0.45  $\mu\text{m}$ 滤膜过滤，超声10 min后备用。

5.13.4.2 柱温：30±2 °C。

5.13.4.3 检测波长：220 nm。

5.13.4.4 进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

5.13.4.5 保留时间：3,6-二氯水杨酸约9.7 min，2,5-二氯苯酚约13.4 min。

5.13.4.6 5.13.4.1~5.13.4.5的操作参数是典型的，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。典型的麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐的液相色谱图见图1（3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚质量分数的测定）。

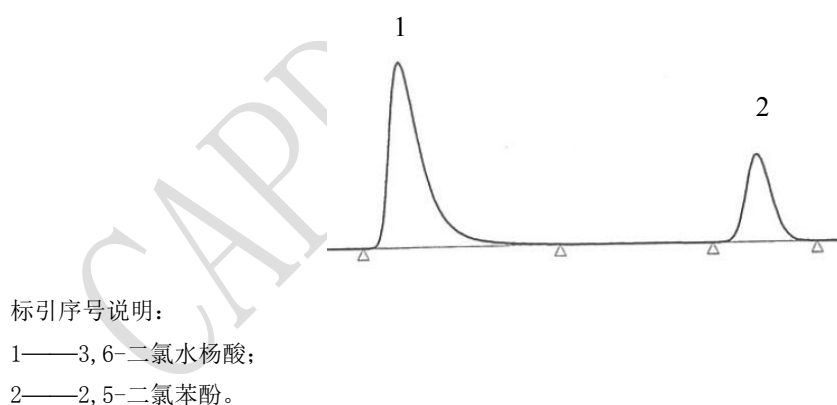


图1 麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐的液相色谱图（3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚质量分数的测定）

### 5.13.5 测定步骤

#### 5.13.5.1 标样溶液的制备

分别称取 0.02 g（精确至 0.000 1 g）3,6-二氯水杨酸和 2,5-二氯苯酚标样，置于 100mL 容量瓶中，加入 30 mL 甲醇，超声振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。取 1 mL 上述标准溶液于 10 mL 容量瓶，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

## 5.13.5.2 试样溶液的制备

称取约 10 g (精确至 0.000 1 g) 样品, 置于具塞锥形瓶中, 加入 50 mL 甲醇。盖紧瓶塞后超声提取 30 min, 用 0.45 μm 滤膜过滤并装瓶待测。

## 5.13.5.3 测定

在 5.13.4 的操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针 3,6-二氯水杨酸和 2,5-二氯苯酚的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。

## 5.13.6 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的 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 峰面积分别进行平均, 试样中 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 的质量分数按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times n} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $w_4$ ——试样中 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 的质量分数, %;
- $A_2$ ——试样溶液中, 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 峰面积的平均值;
- $m_1$ ——3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 样的质量的数值, 单位为克 (g);
- $w$ ——标样中 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 的质量分数, %;
- $A_1$ ——标样溶液中, 3,6-二氯水杨酸 (2,5-二氯苯酚) 峰面积的平均值;
- $m_2$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);
- $n$ ——标样的稀释倍数,  $n=20$ 。

## 5.14 TOC 质量分数

称取一定质量的试样, 用超纯水超声溶解。将试样溶液稀释后, 按照 HJ 501-2009 直接法进行 TOC 的测定。

试样中 TOC 的质量分数按公式 (5) 计算:

$$w_5 = \frac{X \times D \times V}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $w_5$ ——样品中 TOC 的质量分数, %;
- $X$ ——TOC 的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);
- $D$ ——试样溶液的稀释倍数;
- $V$ ——试样溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- $m$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

## 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章中氮的质量分数、硫的质量分数、水溶性氧化钾的质量分数、水分、3,6-二氯水杨酸质量分数和2,5-二氯苯酚质量分数。

## 6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中全部检验项目,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。

出厂检验和型式检验中,任一项目不符合第4章的技术要求,则判为该批次产品不合格。

## 7 包装、标识、运输、储存和用途

麦草畏副产工业盐——硫酸铵和硫酸钾混盐钠出厂时应带防水包装,不得散装。包装上注明产品名称(类别)、生产单位、本标准编号,并在醒目位置标注“禁止食用”字样。

运输时应有遮盖物,不得与能导致产品污染的货物混装,运输过程中应防潮、防晒和防包装袋破损。。

产品应贮存在阴凉、通风、干燥的仓库内,严禁与石灰、水泥等碱性物质接触或同库存放。产品存放要防止灰尘及其他杂物的污染、防止雨淋。

产品可用做化工原料和非食用类植物的肥料,严禁用于食品加工、畜牧、水产养殖、医药等领域。