

离子色谱法测定草甘膦铵中铵离子含量

应用领域： 农药、第三方检测

关键词： 离子色谱法、除草剂、草甘膦、农药

背景介绍： 草甘膦（N-(膦酸甲基)甘氨酸），又称膦甘酸、镇草宁、农达，是一种非选择性、无残留、灭生性除草剂，主要抑制植物体内的烯醇丙酮基莽草素磷酸合成酶，从而抑制莽草素向苯丙氨酸、酪氨酸及色氨酸的转化，使蛋白质合成受到干扰，导致植物死亡。原药草甘膦在水中溶解度小，不利于植物吸收。为提高药效，一般将草甘膦与不同物质反应制成相应的盐水剂或可溶性粉（粒）剂，以草甘膦钠盐、钾盐、铵盐、二甲胺盐、异丙胺盐为主。农业部提供的试验数据表明除草活性次序为：草甘膦钾盐 > 草甘膦异丙胺盐 > 草甘膦铵盐 > 草甘膦钠盐。因此，不同草甘膦酸盐类除草剂的售价不同。一些厂家为追求利益，以低价的草甘膦铵盐替代高价的草甘膦异丙胺盐。新公布的标准《GB/T 20684-2017 草甘膦水剂》、《GB/T 20686-2017 草甘膦可溶性粉（粒）剂》，引入离子色谱法，开始检测阳离子，将使以次充好的事情无所遁形。

目的： 本方法以草甘膦铵盐可溶性粉剂为例，采用盛瀚 CIC-120 离子色谱仪，参照 GB/T 20684-2017、GB/T 20686-2017 建立，适用于草甘膦钠盐、钾盐、铵盐、二甲胺盐、异丙胺盐水剂和可溶粉（粒）剂。

样品： 草甘膦铵盐



仪器配置：

CIC-D120 离子色谱仪（青岛盛瀚色谱技术有限公司），包含组件：

- 高压低脉冲双柱塞输液泵
- 数控电磁进样阀
- 自再生电解微膜抑制器
- 控温双极电导检测器
- 超声波清洗器
- 色谱柱

试剂：

超纯水：电阻率大于 $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ；

氯化铵标样：已知氯化铵质量分数， $\omega \geq 99.99\%$ ；

色谱条件

淋洗液：甲烷磺酸； 浓度：3.0 mM

流速：1.0 mL/min； 柱温：40 °C；

进样量：25 μL ； 检测方式：抑制电导检测

实验步骤

1 氯化铵标准溶液制备

称取氯化铵标准样品 0.208g（精确至 0.001g），加超纯水溶解后，置 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取上述溶液 1mL 至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

2 试样溶液配制

称取试样 0.0967g，加超纯水溶解后，置 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取上述溶液 5mL 置 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。试样检测前使用 0.45μm 微孔滤膜过滤。

3 样品检测：

在上述色谱条件下，连续注入数针氯化铵标准溶液，直至相邻两针铵离子峰面积相对变化小于 2% 后，按照标准溶液、试样溶液的顺序进行测定。

样品谱图：

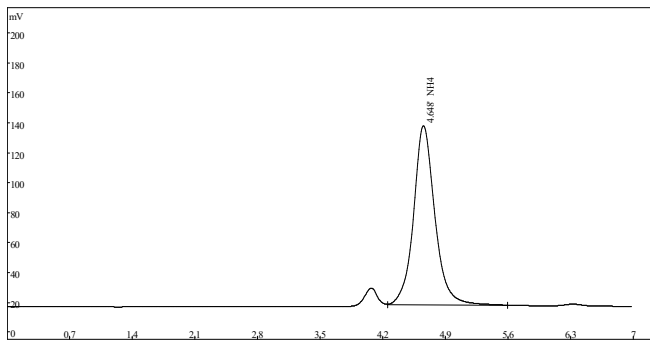


图 1. 氯化铵标准溶液

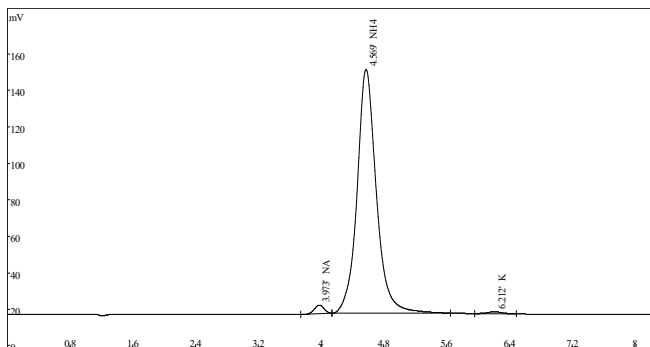


图 2 草甘膦铵盐试样样品谱图

实验结果与讨论

1 实验结果

本次实验采用外标单点定量法，测定溶液中铵离子的浓度，计算得出草甘膦铵盐试样中铵离子的质量分数。(表 1)

表 1：试样检测计算结果

样品	铵根	钠盐	钾盐
溶液中浓度(mg/l)	8.045	0.126	0.073
样品中含量(%)	8.32	0.13	0.075

2 多种阳离子同时分离测定

采用盛瀚 CIC-D120 离子色谱仪，采用上述色谱条件，可以同时分离、测定草甘膦盐中多种阳离子(图 3)。

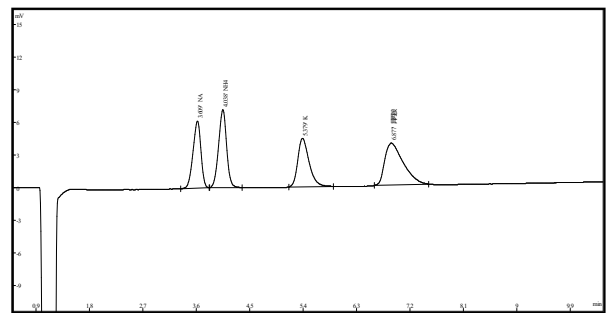


图 3. 草甘膦异丙胺盐 铵盐 钾盐 钠盐混合样品谱图

3 定量方法

本实验采用外标单点定量法，测定方法简单快速。同时，多次实验结果数据显示实验结果符合要求。(表 2)

编号	1	2	3	4	5
样品中含量(%)	8.32	8.21	8.45	8.28	8.51
标准偏差(RSD)	1.5%				

表 2. 草甘膦铵盐试样五次进样试样结果

结论

本文采用离子色谱法配备抑制电导检测器，外标法定量，快速、简单、准确的测定草甘膦铵盐中铵离子的质量分数。方法快速、简单、灵敏，适用于草甘膦钠盐、钾盐、铵盐、二甲胺盐、异丙胺盐水剂和可溶粉(粒)剂中阳离子含量的测定。