

# 中华人民共和国国家标准

GB 22168—2008

## 吡嘧磺隆原药

Pyrazosulfuron-ethyl technical

2008-07-11 发布

2009-01-01 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、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

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。

本标准主要起草人:许来威、邢红、张雪冰。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

## 吡嘧磺隆原药

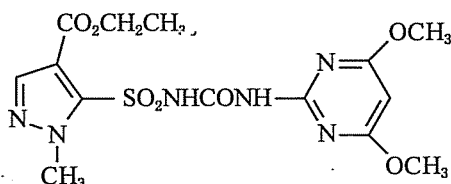
该产品有效成分吡嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：pyrazosulfuron-ethyl

CAS 登录号：[93697-74-6]

化学名称：5-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰氨基磺酰基)-1-甲基吡唑-4-羧酸乙酯

结构式：



实验式： $C_{14}H_{18}N_6O_7S$

相对分子质量：414.4(按 2005 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：181 °C~182 °C

蒸气压(20 °C)：14.7 μPa

溶解度(20 °C, g/L)：水中 0.014 5、甲醇 0.7、正己烷 0.2、苯 15.6、三氯甲烷 234.4、丙酮 31.7

稳定性：50 °C 条件下稳定 6 个月；在 pH=7 时相对稳定，在酸性或碱性介质中不稳定

### 1 范围

本标准规定了吡嘧磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由吡嘧磺隆和生产中产生的杂质组成的吡嘧磺隆原药。

### 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/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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

### 3 要求

3.1 组成和外观：本品应由吡嘧磺隆和相关的生产杂质组成，应为白色至黄色固体，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 吡嘧磺隆原药应符合表 1 要求。

表 1 吡啶磺隆原药质量控制项目指标

项 目		指 标
吡啶磺隆质量分数/%	≥	95.0
干燥减量/%	≤	1.0
pH 值范围		4.0~8.0
二氯甲烷不溶物 <sup>a</sup> /%	≤	0.5

<sup>a</sup> 二氯甲烷不溶物,每 3 个月至少测定一次。

#### 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 250 g。

##### 4.2 鉴别试验

红外光谱法——试样的红外光谱图与吡啶磺隆的标准红外光谱图(见图 1),应没有明显区别。

液相色谱法——本鉴别试验可与吡啶磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡啶磺隆色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

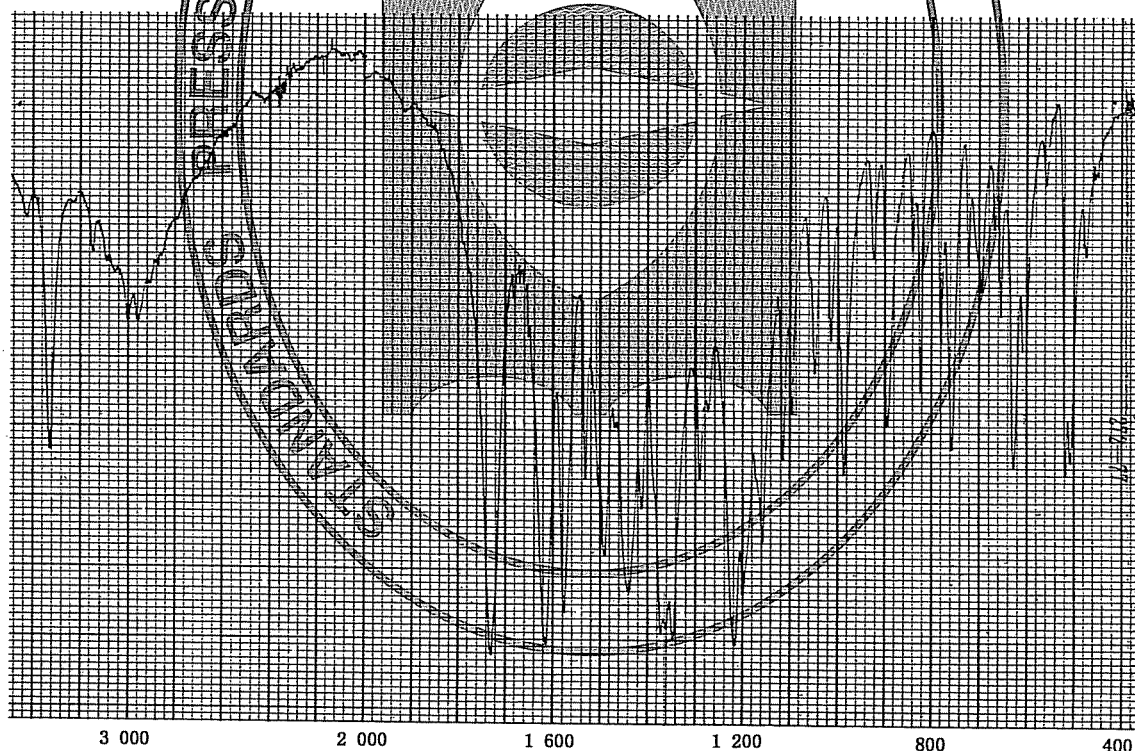


图 1 吡啶磺隆的标准红外光谱图

##### 4.3 吡啶磺隆质量分数的测定

###### 4.3.1 方法提要

试样以甲醇溶解,以甲醇-水为流动相,使用 ODS Hypersil、5 μm 为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器,对试样中的吡啶磺隆进行液相色谱分离和测定。

###### 4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

吡啶磺隆标样:已知质量分数  $w \geq 98.0\%$ 。

#### 4.3.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:4.6 mm(i. d.) $\times$ 200 mm 不锈钢柱,内装 ODS Hypersil,5  $\mu$ m 填充物(或具有相同柱效的其他反相色谱柱);

超声波浴槽;

微量进样器:不小于 50  $\mu$ L。

#### 4.3.4 液相色谱操作条件

流动相: $\psi(\text{CH}_3\text{OH}:\text{H}_2\text{O})=70:30$ (用磷酸调  $\text{pH}=3$ );

流动相流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2  $^{\circ}\text{C}$ );

检测波长:241 nm;

进样体积:10  $\mu$ L;

保留时间:吡啶磺隆约 8.0 min。

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。典型的吡啶磺隆原药的液相色谱图见图 2。

1——吡啶磺隆。

图 2 吡啶磺隆原药的液相色谱图

#### 4.3.5 测定步骤

##### 4.3.5.1 标样溶液的配制

称取吡啶磺隆标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 甲醇,放入超声波浴槽中超声溶解 5 min。取出,冷却至室温后,加入甲醇定容,摇匀;用移液管准确吸取 10.00 mL,置于一 50 mL 容量瓶中,加甲醇定容,摇匀。

##### 4.3.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 甲醇,放入超声波浴槽中超声溶解 5 min。取出,冷却至室温后,加入甲醇定容,摇匀;用移液管准确吸取 10.00 mL,置于一 50 mL 容量瓶中,加甲醇定容,摇匀。

## 4.3.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针吡啶磺隆峰面积相对变化小于1.0%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

## 4.3.6 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吡啶磺隆的峰面积分别进行平均。试样中吡啶磺隆的质量分数  $w_1$  (%)按式(1)计算:

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

式中:

$A_1$ ——标样溶液中吡啶磺隆峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中吡啶磺隆峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——吡啶磺隆标样中吡啶磺隆的质量分数,以%表示。

## 4.3.7 允许差

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。

## 4.4 干燥减量的测定

## 4.4.1 仪器和器具

称量瓶:内径50 mm,高20 mm;

烘箱:100 °C±2 °C;

干燥器。

## 4.4.2 操作步骤

将称量瓶放入100 °C±2 °C的烘箱中烘1 h,然后放入干燥器中冷却至室温称量(精确至0.000 1 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在称量瓶中称入10 g试样(铺平称量,精确至0.000 1 g)。将称量瓶放回烘箱,不加盖烘1 h,盖上盖,取出并放入干燥器内冷却0.5 h称量(精确至0.000 1 g)。重复上述操作,直至称量瓶和试样恒重为止。

## 4.4.3 计算

试样中的干燥减量  $w_2$  (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_0$ ——称量瓶恒重质量,单位为克(g);

$m_1$ ——试样和称量瓶质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样和称量瓶恒重质量,单位为克(g)。

## 4.5 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

## 4.6 二氯甲烷不溶物的测定

按GB/T 19138进行,将丙酮替换成二氯甲烷。

## 4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收,应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

## 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 吡啶磺隆原药应符合GB 3796的规定。吡啶磺隆原药应用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装,注意

不能使其直接接触金属。每桶净含量一般 50 kg 或 200 kg。

5.2 也可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 吡嘧磺隆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:本品属低毒磺酰胺类农药,吞噬和吸入均有毒。使用本品时要戴护镜和胶皮手套,穿必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.6 验收期:吡嘧磺隆原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
吡 噻 磺 隆 原 药  
GB 22168—2008

\*

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.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

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 10 千字

2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

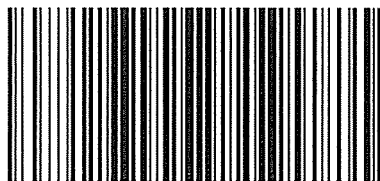
\*

书号: 155066·1-34056 定价 14.00 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



GB 22168-2008