

ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 24757—2009

苯嘧磺隆原药

Bensulfuron-methyl technical

2009-11-30 发布

2010-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准修改采用FAO规格502/TC(2002)《苜蓿磺隆原药》。

本标准修改采用国外先进标准的方法为重新起草法。

本标准与FAO规格502/TC(2002)《苜蓿磺隆原药》的主要技术差异:

——本标准规定苜蓿磺隆质量分数 $\geq 96.0\%$,FAO规定苜蓿磺隆质量分数 $\geq 975\text{ g/kg}$ 。

——本标准规定干燥减量指标,FAO规格未控制该项指标。

——本标准规定pH值范围指标,FAO规格未控制该项指标。

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(SAC/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:江苏快达农化股份有限公司、江苏省激素研究所有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、邢君、陈杰、孔繁蕾。

苜嘧磺隆原药

该产品有效成分苜嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

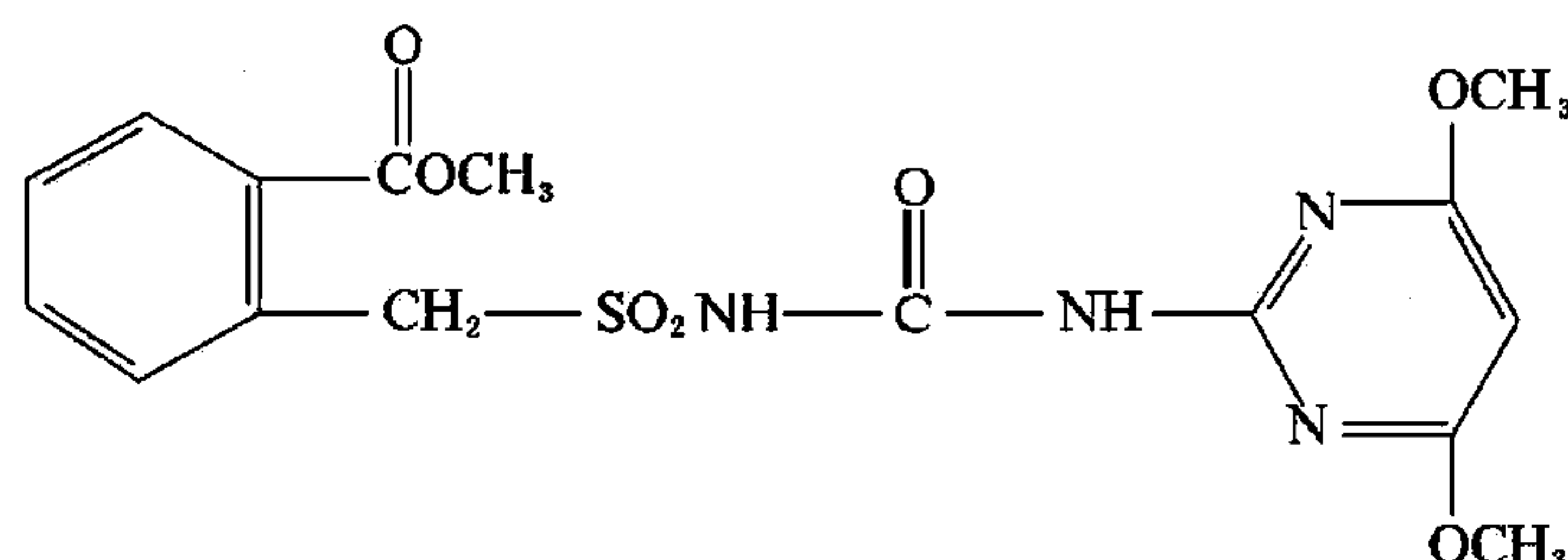
ISO 通用名称：Bensulfuron-methyl

CAS 登录号：83055-99-6

CIPAC 数字代码：502

化学名称：3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-甲氧基乙酰基苜基)磺酰脲

结构式：



实验式： $C_{16}H_{18}N_4O_7S$

相对分子质量：410.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：约 185 °C ~ 188 °C

蒸气压(25 °C)：2.8 mPa

溶解度(20 °C, g/L)：丙酮 1.38；乙腈 5.38；二氯甲烷 11.7；乙酸乙酯 1.66；己烷 0.31；二甲苯 0.28；水中 2.9 mg/L(25 °C, pH5)、120 mg/L(25 °C, pH7)

稳定性：在微碱性(pH 8)水溶液中稳定，在微酸性水溶液中缓慢分解， DT_{50} 11d(pH 5)，143d(pH 7)

1 范围

本标准规定了苜嘧磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由苜嘧磺隆和生产中产生的杂质组成的苜嘧磺隆原药。

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

3 要求

3.1 外观

白色至浅黄色粉末。

3.2 苄嘧磺隆原药应符合表 1 要求。

表 1 苄嘧磺隆原药质量控制项目指标

项 目	指 标
苄嘧磺隆质量分数/%	≥ 96.0
干燥减量/%	≤ 0.5
pH 值范围	4~7

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

红外光谱法——试样与苄嘧磺隆标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。苄嘧磺隆标样红外光谱图见图 1。

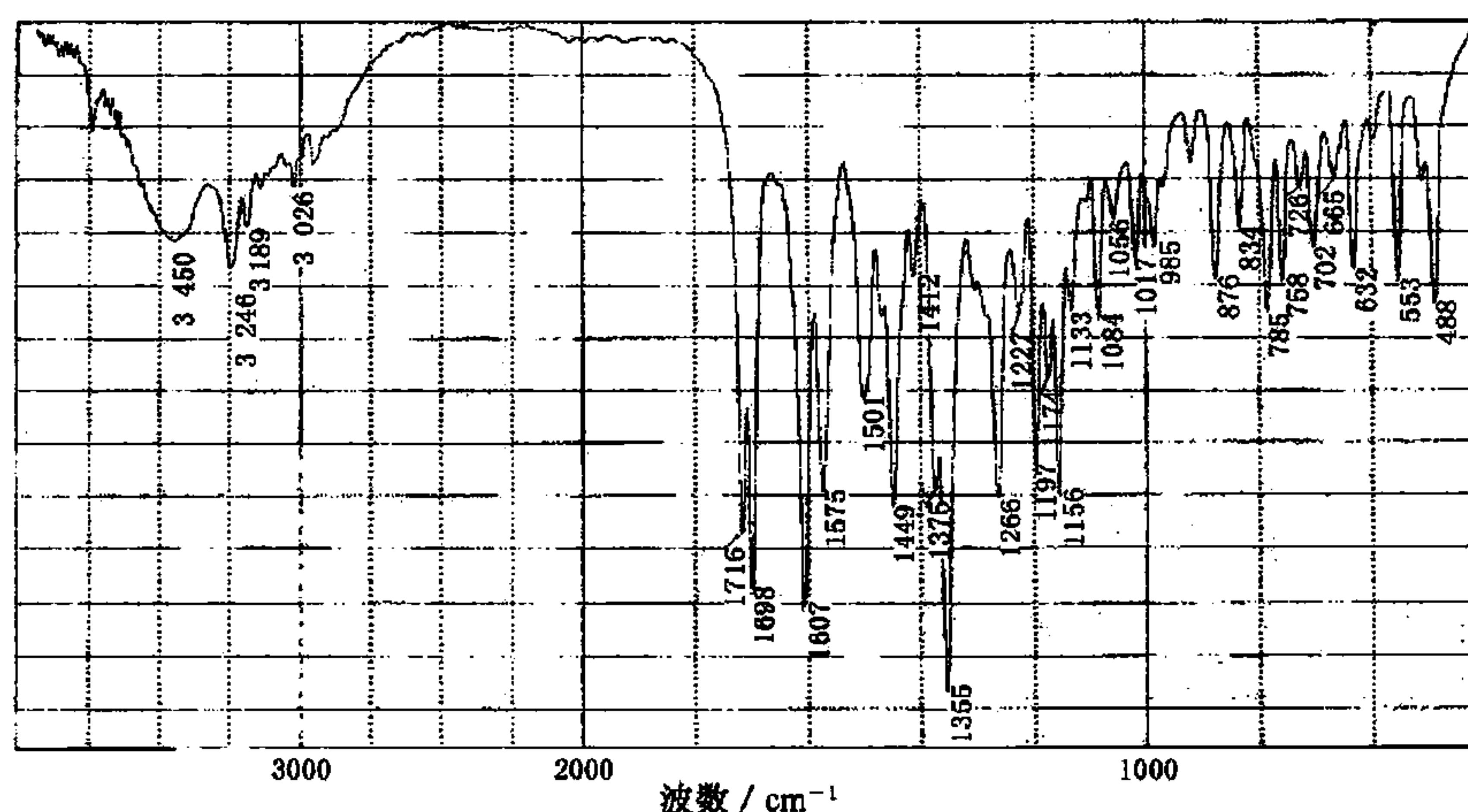


图 1 苄嘧磺隆标样红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与苄嘧磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中苄嘧磺隆的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 苄嘧磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解,以乙腈+水+冰乙酸为流动相,使用以 μBondapak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(235 nm),对试样中的苄嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

- 乙酸;
- 乙腈:色谱纯;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 氨水:w(NH₃)=26%~30%;

氨水溶液： Ψ (氨水：水)=1：300；

氨水甲醇溶液： Ψ (氨水溶液：甲醇)=1：4；

苄嘧磺隆标样：已知苄嘧磺隆质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：150 mm×4.6 mm(i. d.) 不锈钢柱，内装 μ Bondapak C₁₈ 5 μ m 填充物(或同等效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：50 μ L；

定量进样管：5 μ L；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ (乙腈：水：冰乙酸)=50：50：0.16；

流速：1.0 mL/min；

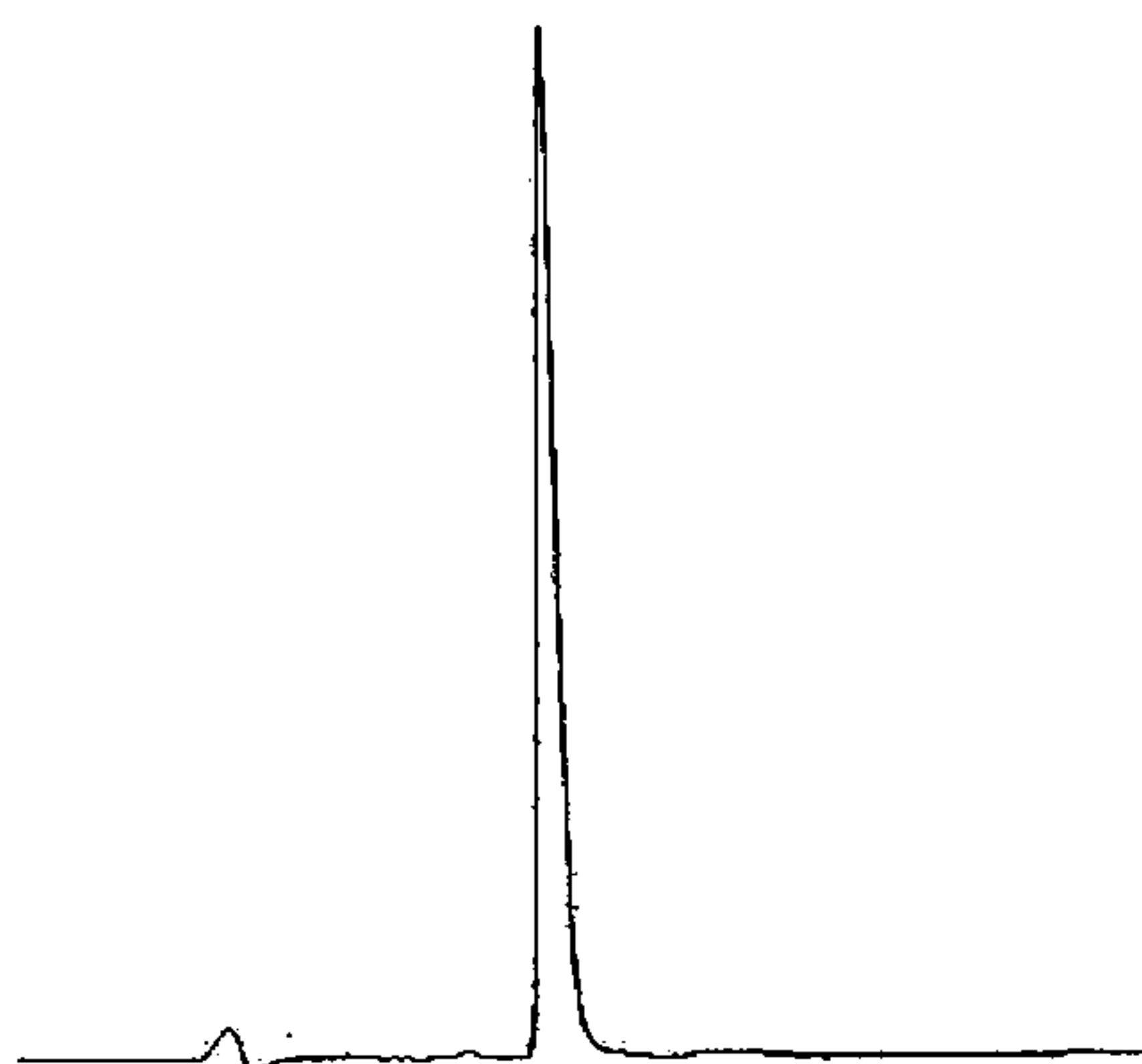
柱温：室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)；

检测波长：235 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：苄嘧磺隆约 4.6 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。典型的苄嘧磺隆原药高效液相色谱图见图 2。



1——苄嘧磺隆。

图 2 苄嘧磺隆原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 苄嘧磺隆标样(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用氨水甲醇溶液稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含苄嘧磺隆 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用氨水甲醇溶液稀释至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

4.3.5.3 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，直至相邻两针苄嘧磺隆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。

4.3.6 计算

试样中苜蓿磺隆的质量分数 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，苜蓿磺隆峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中，苜蓿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 ——苜蓿磺隆标样的质量分数，以%表示。

4.3.7 允许差

苜蓿磺隆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。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

恒温烘箱：105℃±2℃；

称量瓶：内径 50 mm，高 20 mm；

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入恒温烘箱中烘 1.0 h，然后放入干燥器内冷却至室温称量(精确至 0.000 2 g)。重复上述步骤，直至称量瓶恒重为止。称取 5 g 试样(精确至 0.0002 g)，在瓶内放置，铺平。将称量瓶放回烘箱，不加盖烘 1 h 后，盖上盖，取出放入干燥器内冷却至室温后称量(精确至 0.000 2 g)。重复上述步骤，直至称量瓶和试样恒重为止。

干燥减量 w_2 (%)按式(2)计算：

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

式中：

m ——试样的质量，单位为克(g)；

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量，单位为克(g)；

m_2 ——试样和称量瓶烘干恒重后的质量，单位为克(g)。

4.4.3 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 20%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 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 苜蓿磺隆原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 苜蓿磺隆原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋、每桶净含量一般为 25 kg 或 50 kg。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 苜蓿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:本品属低毒类除草剂。吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触,施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。
- 5.6 验收期:苄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本标准要求。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
苜 蓿 磺 隆 原 药
GB 24757—2009

*

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

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

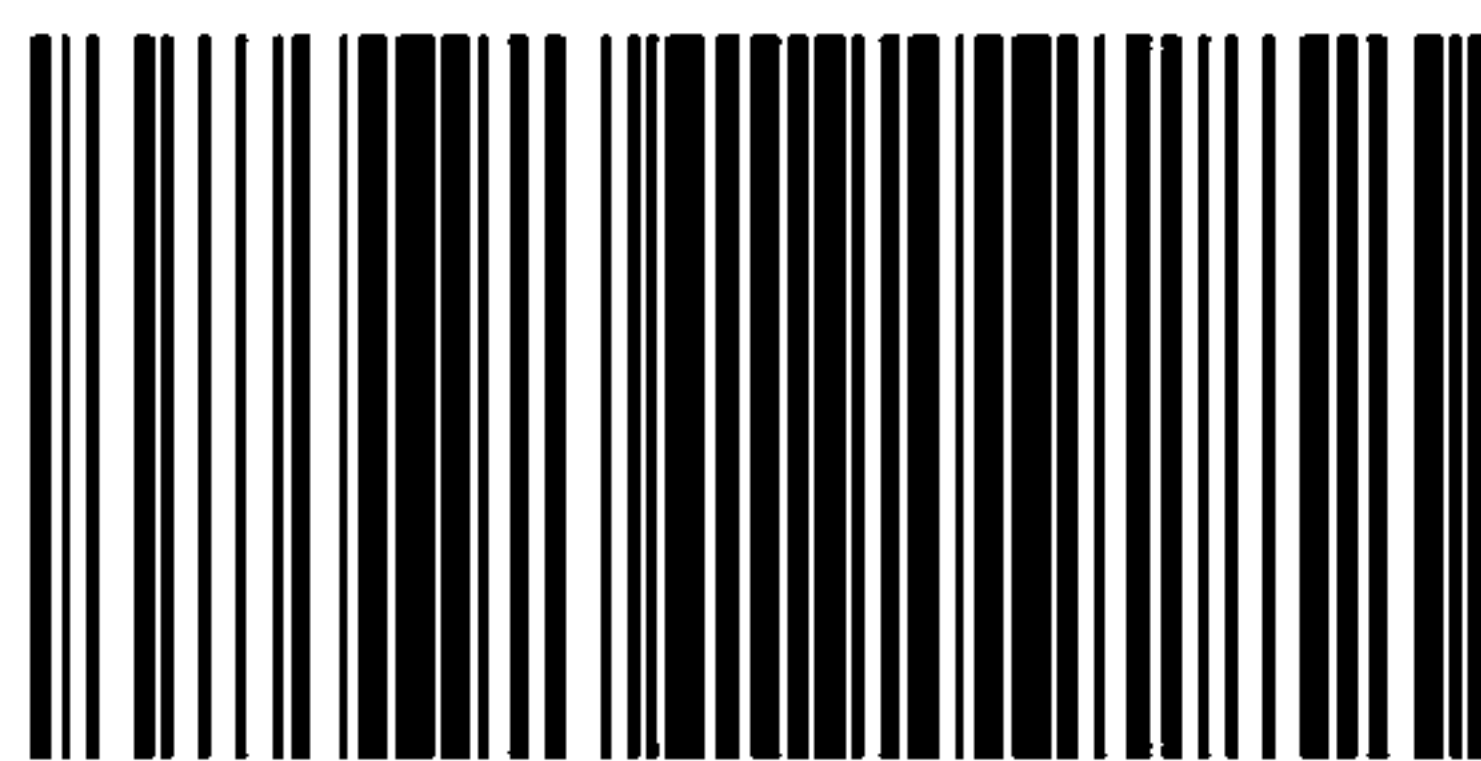
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39742

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 24757—2009