



中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—XXXX

甲基二磺隆原药

Mesosulfuron-methyl technical material

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2019-11）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国农业农村部

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业农村部种植业管理司提出。

本标准由全国农业技术推广服务中心归口。

本标准起草单位：XXX。

本标准主要起草人：XXX。

甲基二磺隆原药

1 范围

本标准规定了甲基二磺隆原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本标准适用于由甲基二磺隆及其生产中产生的杂质组成的甲基二磺隆原药。
注：甲基二磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 农药水分的测定方法
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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

类白色至淡黄色粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

甲基二磺隆原药还应符合表1的要求。

表1 甲基二磺隆原药控制项目指标

项 目	指 标
甲基二磺隆质量分数/% ≥	95.0
水分/% ≤	0.5
pH范围	4.0~7.0
丙酮不溶物 ^a / % ≤	0.5
^a 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。	

4 试验方法

安全提示：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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.1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。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与甲基二磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中甲基二磺隆色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

红外光谱法——试样与标样在 4000 cm^{-1} ~ 650 cm^{-1} 波数范围内的红外光谱图应没有明显差异。甲基二磺隆标样的红外标准谱图见图1。

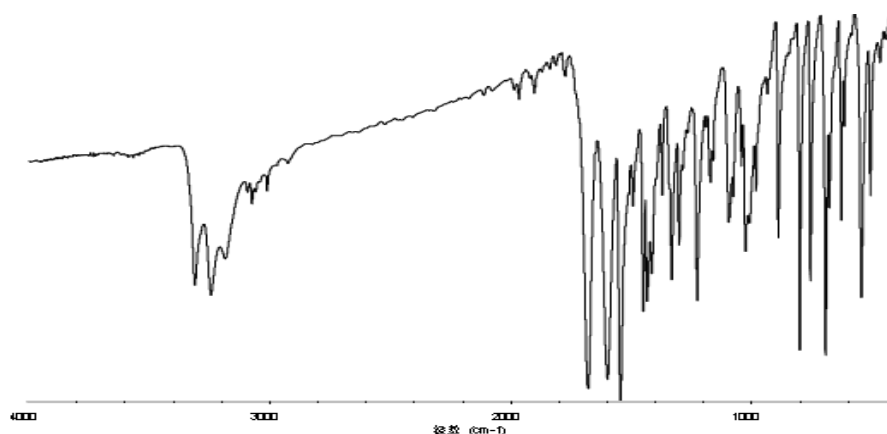


图1 甲基二磺隆标样红外光谱图

4.4 甲基二磺隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中甲基二磺隆进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

甲基二磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
色谱数据处理机或色谱工作站。
色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.)不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm填充物（或同等效果的色谱柱）。
过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。
微量进样器：50 μL。
定量进样管：5 μL。
超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相A：乙腈。
流动相B：水+磷酸=1000 mL+1 mL混匀，超声脱气。

时间/min	流动相 A	流动相 B	流速/mL/min
0	40	60	1.0
8	40	60	1.0
8.1	100	0	1.0
14	100	0	1.0
14.1	40	60	1.0
18	40	60	1.0

柱温：室温（温差变化应不大于2 ℃）。
检测波长：236 nm。
进样体积：5 μL。
保留时间（min）：甲基二磺隆约6.4。
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。
典型的甲基二磺隆原药高效液相色谱图见图2。

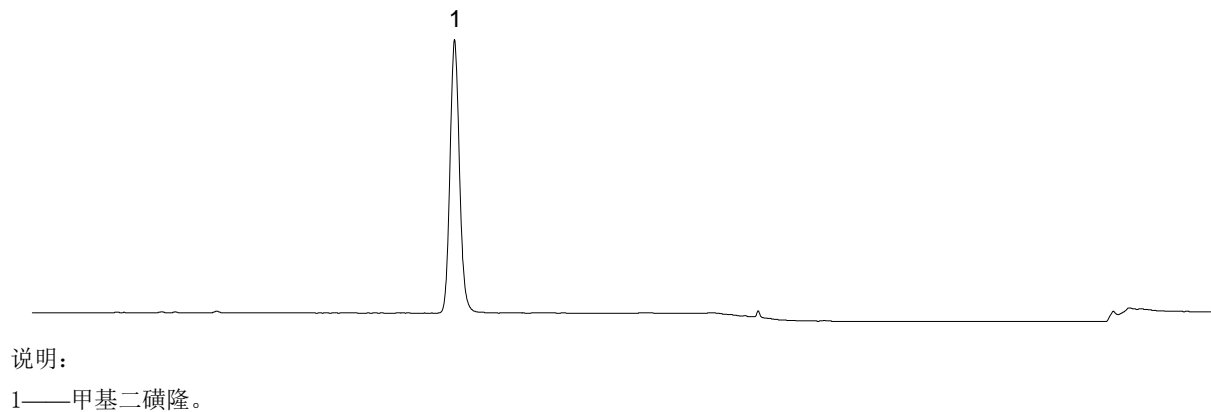


图2 甲基二磺隆原药高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.06 g（精确至0.000 1 g）甲基二磺隆标样于50 mL容量瓶中，加乙腈25 mL，超声振荡5 min，取出恢复至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液2 mL于10 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.06 g（精确至0.000 1 g）甲基二磺隆的试样于50 mL容量瓶中，加乙腈25 mL，超声振荡5 min，取出恢复至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液2 mL于10 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针甲基二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。

4.4.5.4 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甲基二磺隆峰面积分别进行平均。试样中甲基二磺隆质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中甲基二磺隆质量分数，以%表示；
 A_2 ——试样溶液中甲基二磺隆峰面积的平均值；
 m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；
 ω ——标样中甲基二磺隆质量分数，以%表示；
 A_1 ——标样溶液中甲基二磺隆峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

甲基二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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，甲基二磺隆原药的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

甲基二磺隆原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

甲基二磺隆原药采用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装，每袋（桶）净含量一般为20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的有关规定。

6.2 储运

甲基二磺隆原药储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中。堆放方式应符合安全、储运方便的原则。

附 录 A

(资料性附录)

甲基二磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分甲基二磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

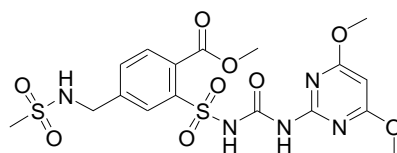
ISO通用名称: Mesosulfuron-methyl

CAS登录号: 208465-21-8

CIPAC数字代号: 663

化学名称: 2-[3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-脲磺酰]-4-甲磺酰胺甲基苯甲酸甲酯

结构式:



实验式: $C_{17}H_{21}N_5O_9S_2$

相对分子质量: 503.5

生物活性: 除草

熔点: 165.4 °C

蒸气压 (25 °C): 1.1×10^{-11} Pa

溶解度 (20 °C~25 °C, g/L): 水 7.24×10^{-3} (pH 5), 0.483 (pH 7), 15.39 (pH 9), 丙酮13.7, 乙腈8.37, 二氯甲烷3.8, 乙酸乙酯2, 正己烷<0.2, 异丙醇0.096, 甲苯0.013

稳定性: 对光稳定, 无菌水 DT_{50} (d, 25 °C) 3.5 (pH 4), 253 (pH 7), 319 (pH 9)