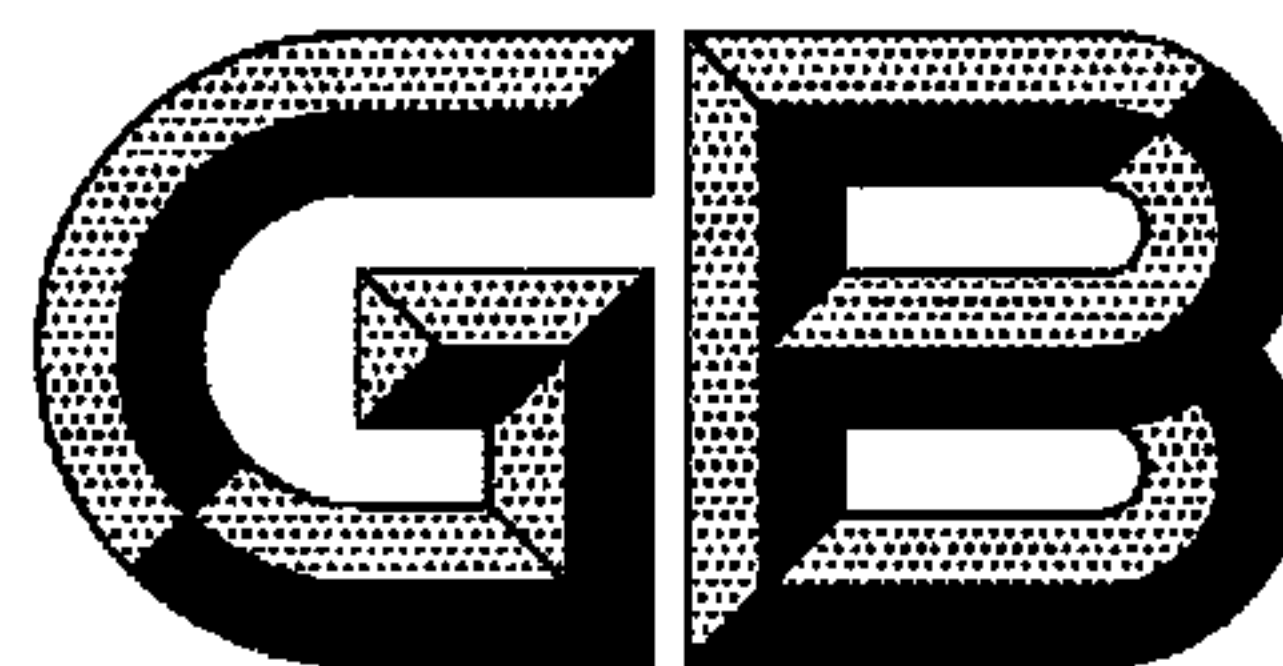




中华人民共和国国家标准

GB 24758—2009

噻吩磺隆原药

Thifensulfuron-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章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用 FAO 规格 452.201/TC/S(2000)《噻吩磺隆原药》。

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 452.201/TC/S(2000)《噻吩磺隆原药》的主要技术差异:

——本标准规定噻吩磺隆质量分数 $\geq 95.0\%$,FAO 规格规定噻吩磺隆质量分数 $\geq 960\text{ g/kg}$;

——本标准规定噻吩磺隆原药水分 $\leq 0.5\%$,FAO 规格没有规定;

——本标准规定噻吩磺隆原药 pH 值范围 3.0~7.0,FAO 规格没有规定;

——本标准规定噻吩磺隆原药 *N,N*-二甲基甲酰胺不溶物 $\leq 0.3\%$,FAO 规格没有规定。

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:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:安徽丰乐农化有限公司、江苏省激素研究所有限公司。

本标准主要起草人:吴进龙、胡琴、陈铁春、金劲松、孔繁蕾、于荣、李国平。

噻吩磺隆原药

本产品有效成分噻吩磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

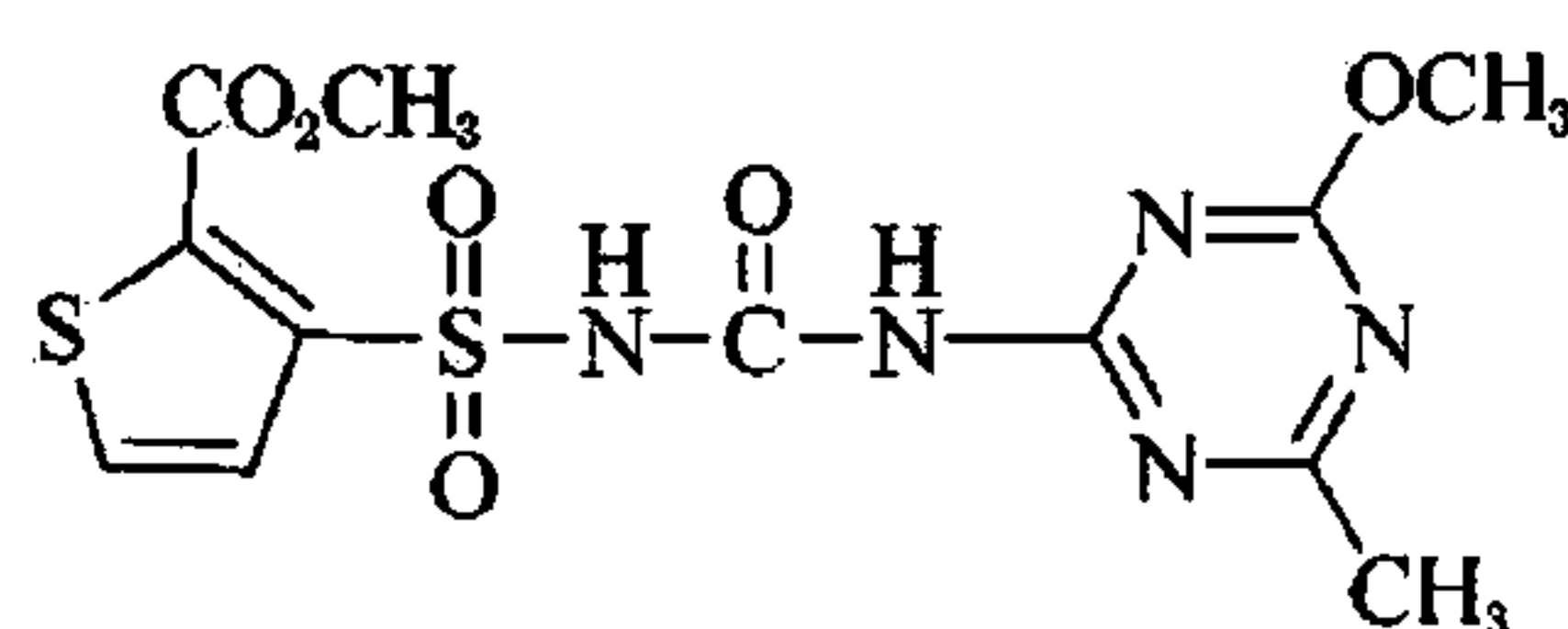
ISO 通用名称：thifensulfuron-methyl

CIPAC 数字代号：452

CA 登记号：79277-27-3

化学名称：3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基噻吩-3-基)-磺酰脲

结构式：



实验式： $C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$

相对分子质量：387.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：176 °C(原药 171 °C)

蒸气压(25 °C)： 1.7×10^{-8} Pa

溶解度(g/L, 25 °C)：水中 0.223(pH 5), 2.240(pH 7), 8.830(pH 9)；正己烷 < 0.1, 邻二甲苯 0.212, 乙酸乙酯 3.3, 甲醇 2.8, 乙腈 7.7, 丙酮 10.3, 二氯甲烷 23.8

稳定性：在中性、弱碱性水溶液中较稳定，在偏酸性水溶液中水解加速 DT_{50} 4~6 d(pH 5)

1 范围

本标准规定了噻吩磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻吩磺隆及其生产中产生的杂质组成的噻吩磺隆原药。

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 1600 农药水分测定方法

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

3 要求

3.1 外观：本品应为类白色至淡黄色疏松粉末，无可见外来杂质。

3.2 噻吩磺隆原药还应符合表 1 要求。

表 1 噻吩磺隆原药控制项目指标

项 目		指 标
噻吩磺隆质量分数/%	≥	95.0
水分/%	≤	0.5
pH 值范围		3.0~7.0
N,N-二甲基甲酰胺不溶物 ^a /%	≤	0.3
^a 正常生产时,N,N-二甲基甲酰胺不溶物每 3 个月至少进行 1 次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001“商品原药采样”进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噻吩磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某色谱峰的保留时间与噻吩磺隆标样溶液中的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图,应没有明显的差异。噻吩磺隆标样的红外光谱图见图 1。

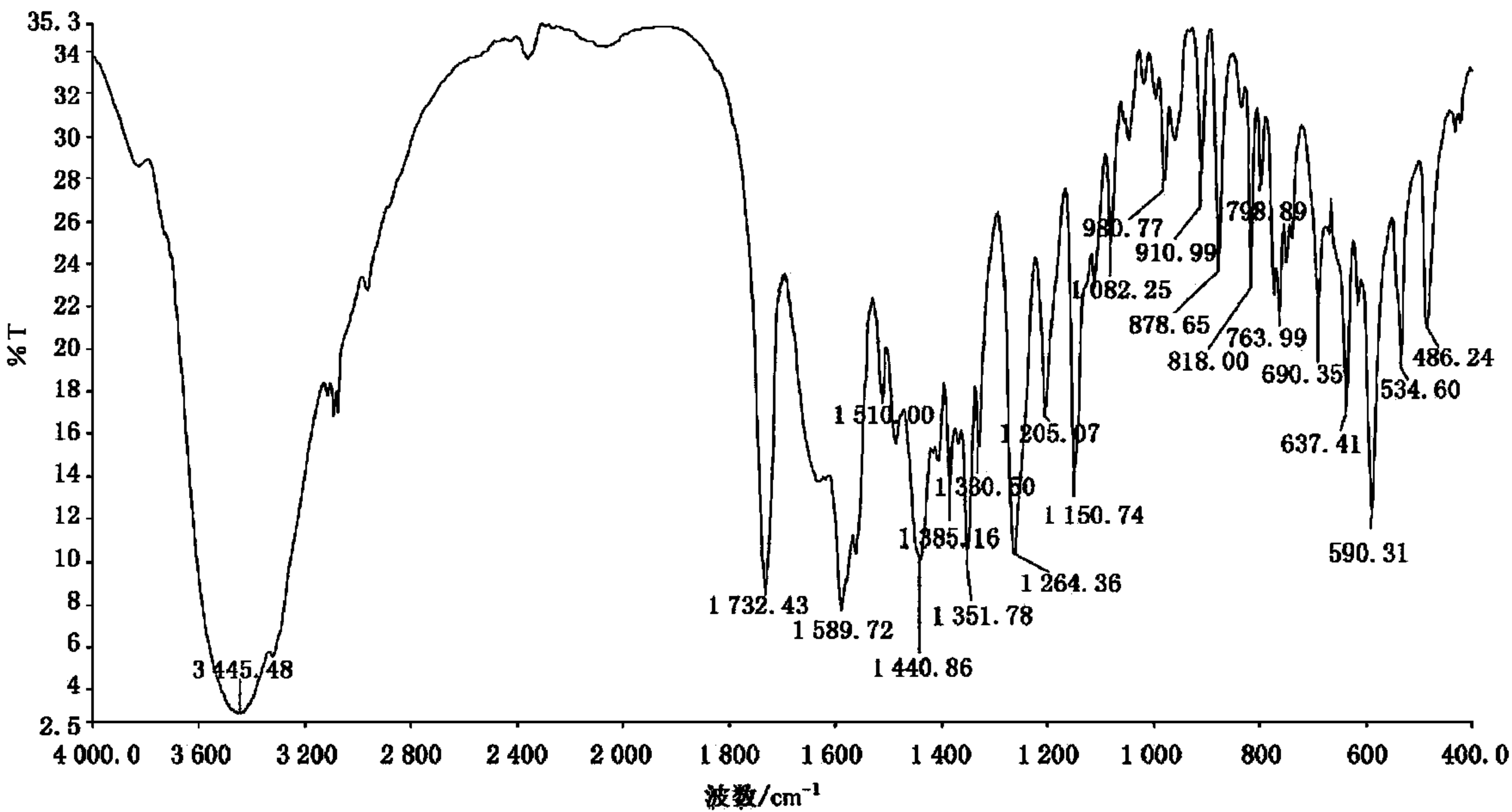


图 1 噻吩磺隆标样的红外光谱图

4.3 噻吩磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(250 nm),以外标法对试样中的噻吩磺隆进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

磷酸:分析纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

噻吩磺隆标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;

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 ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物(或其他同等效果色谱柱);

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。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:Ψ(甲醇:水)=65:35,其中水用磷酸调 pH=3,经滤膜过滤,并进行脱气;

流动相流量:1.0 mL/min;

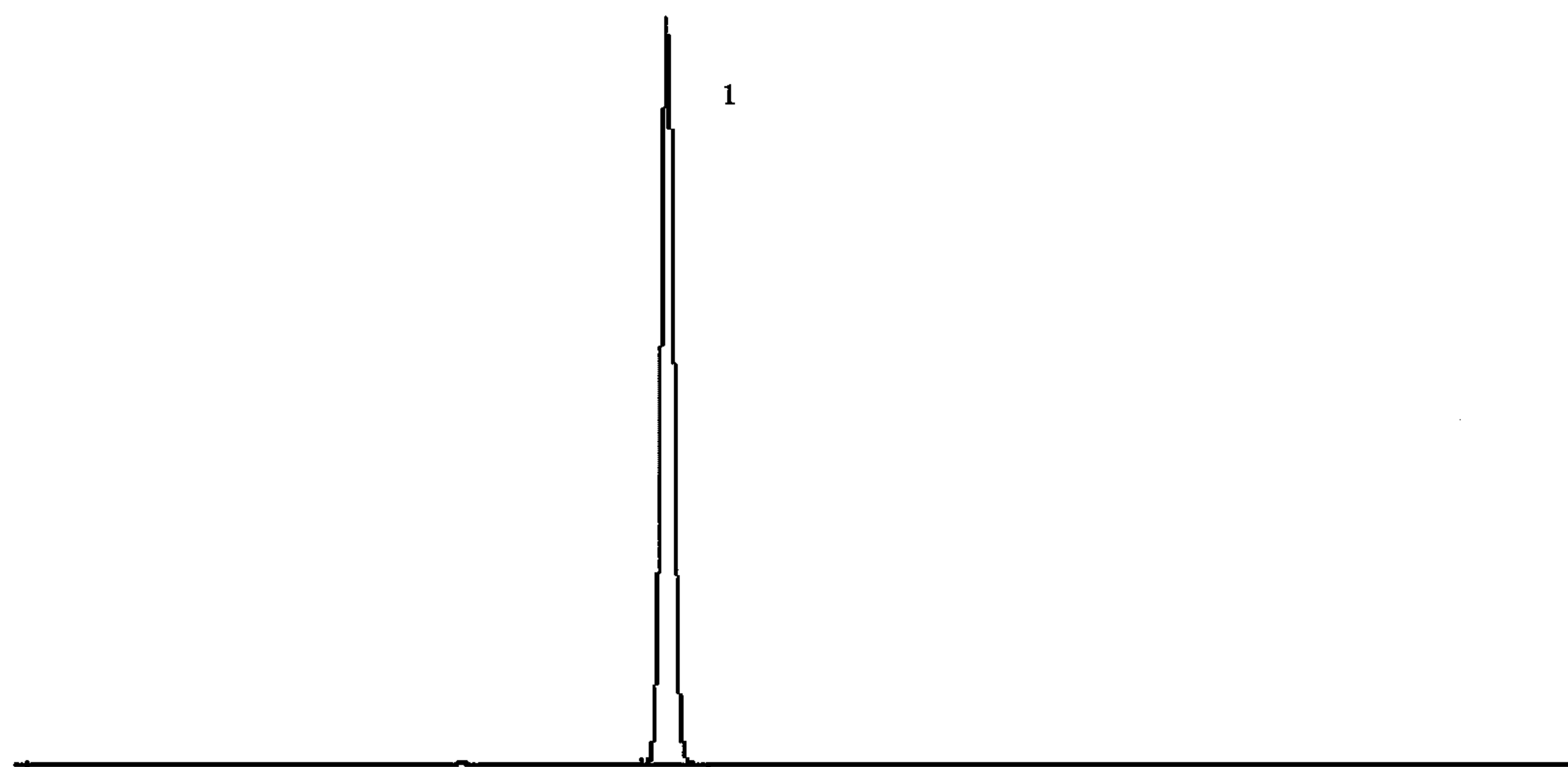
柱温:30 ℃;

检测波长:250 nm;

进样体积:5.0 μL;

保留时间:噻吩磺隆约 4.0 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的噻吩磺隆原药高效液相色谱图见图 2。



1——噻吩磺隆。

图 2 噻吩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

称取噻吩磺隆标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含噻吩磺隆 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,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,直至相邻两针噻吩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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中噻吩磺隆峰面积分别进行平均。试样中噻吩磺隆的质量分数 $w_1(\%)$,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,噻吩磺隆峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中,噻吩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 ——标样中噻吩磺隆的质量分数,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 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 N,N-二甲基甲酰胺不溶物的测定

4.6.1 方法提要

适量样品用 N,N-二甲基甲酰胺加热溶解,不溶物趁热过滤并干燥,N,N-二甲基甲酰胺不溶物含量以固体不溶物占样品的质量分数计算。

4.6.2 试剂

N,N-二甲基甲酰胺。

4.6.3 仪器

标准具塞磨口锥形瓶:250 mL;回流冷凝管;玻璃砂心坩埚漏斗 G₃ 型;锥形抽滤瓶:500 mL;烘箱;玻璃干燥器;油浴锅。

4.6.4 测定步骤

将玻璃砂心坩埚漏斗烘干(110 ℃,约 1 h)至恒重(精确至 0.000 2 g),放入干燥器中冷却待用。称取 10 g 样品(精确至 0.000 2 g),置于锥形瓶中,加入 150 mL N,N-二甲基甲酰胺并摇振,尽量使样品溶解。然后装上回流冷凝器,在油浴中加热至 120 ℃左右,保持 5 min 后停止加热。装配砂心坩埚漏斗抽滤装置,在减压条件下尽快使热溶液快速通过漏斗。用 60 mL 热 N,N-二甲基甲酰胺分 3 次洗涤,抽干后取下玻璃砂心坩埚漏斗,将其放入 160 ℃烘箱中干燥 30 min(使达到恒重),取出放入干燥器中,冷却后称重(精确至 0.000 2 g)。

4.6.5 计算

N,N-二甲基甲酰胺不溶物的质量分数 $w_2(\%)$,按式(2)计算:

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

式中:

- m_0 ——恒重后玻璃砂心坩埚漏斗的质量,单位为克(g);
- m_1 ——干燥后玻璃砂心坩埚漏斗与 N,N-二甲基甲酰胺不溶物的总质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.7 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 噻吩磺隆原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 噻吩磺隆原药应用清洁、干燥的内衬塑料袋的铁桶、纸板桶、塑料桶或塑料袋包装,每件净含量一般为 25 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 的规定。

5.3 噻吩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:本品属低毒除草剂农药。中毒症状对眼睛、皮肤有刺激作用,一般不会引起全身中毒。使用本品应戴防护手套、口罩和护目镜,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,避免皮肤和眼睛接触药液。如果误服,应立即催吐、洗胃,也可用活性炭与轻泻剂,对症治疗。

5.6 验收期:噻吩磺隆原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内,完成产品质量验收,其各项指标应符合本标准要求。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
噻 吩 磺 隆 原 药
GB 24758—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

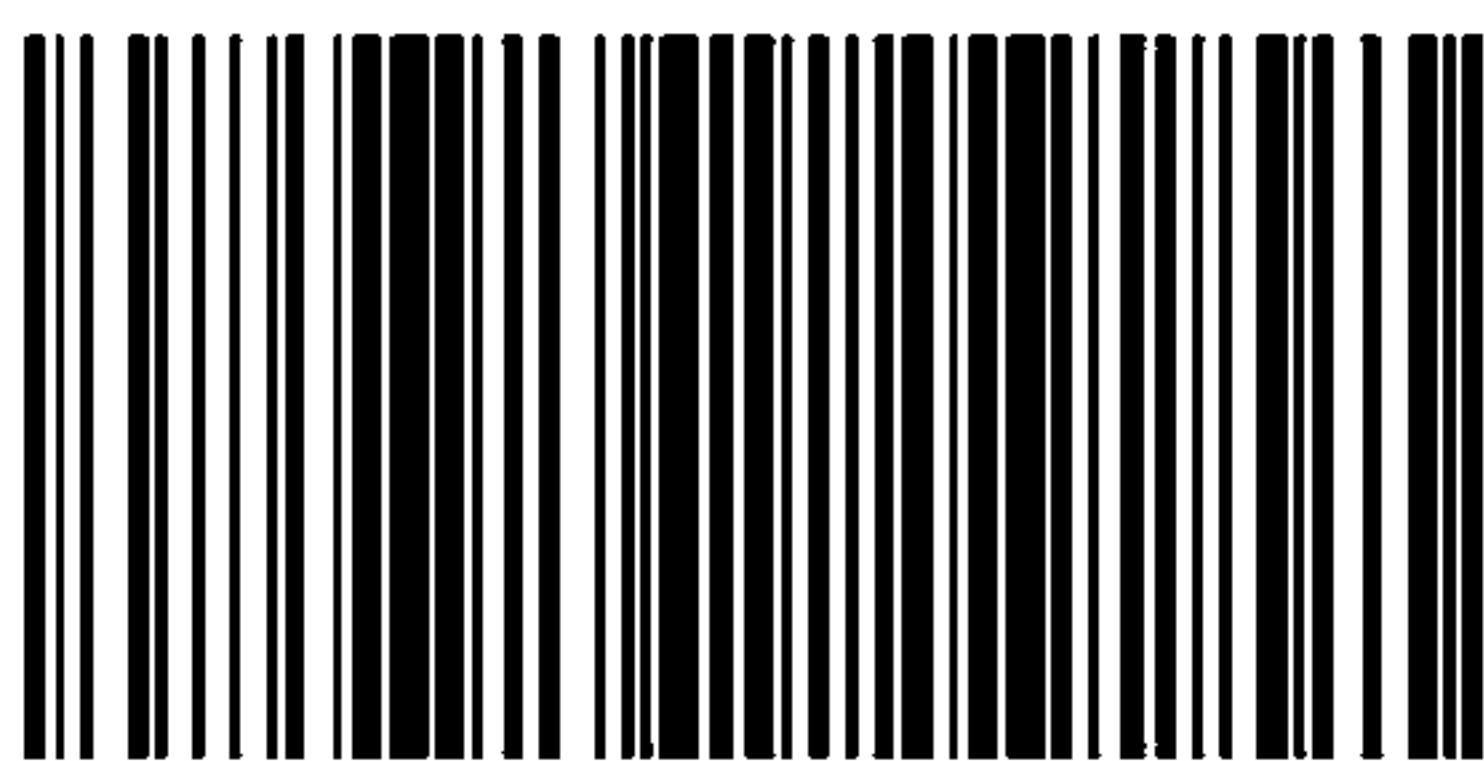
*

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: 155066·1-39743

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 24758—2009