

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4093—2022

甲基碘磺隆钠盐原药

Iodosulfuron-methyl sodium technical material

2022-07-11 发布

中华人民共和国农业农村部

发布





中国农业出版社出版
购买正版纸质文本请联系
中国农业出版社标准质量分社
冀编辑,电话 010—59194426

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：江苏瑞邦农化股份有限公司、江苏省农药研究所股份有限公司、中科美兰(合肥)生物工程有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、拜耳作物科学(中国)有限公司。

本文件主要起草人：黎娜、刘莹、步康明、万宏剑、毛堂富、谢毅、胡俊、叶剑、郑芬。

甲基碘磺隆钠盐原药

1 范围

本文件规定了甲基碘磺隆钠盐原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于甲基碘磺隆钠盐原药产品的质量控制。

注：甲基碘磺隆钠盐的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1601 农药 pH 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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

浅黄色固体。

4.2 技术指标

应符合表 1 要求。

表 1 甲基碘磺隆钠盐原药技术指标

项 目	指 标
甲基碘磺隆钠盐质量分数，%	≥91.0
钠离子质量分数，%	≥4.0
pH	6.0~9.0
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 1 次。	

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 的规定执行。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

甲基碘磺隆钠盐原药与甲基碘磺隆钠盐标样在 $4\,000/\text{cm} \sim 400/\text{cm}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。甲基碘磺隆钠盐标样的红外光谱图见图 1。

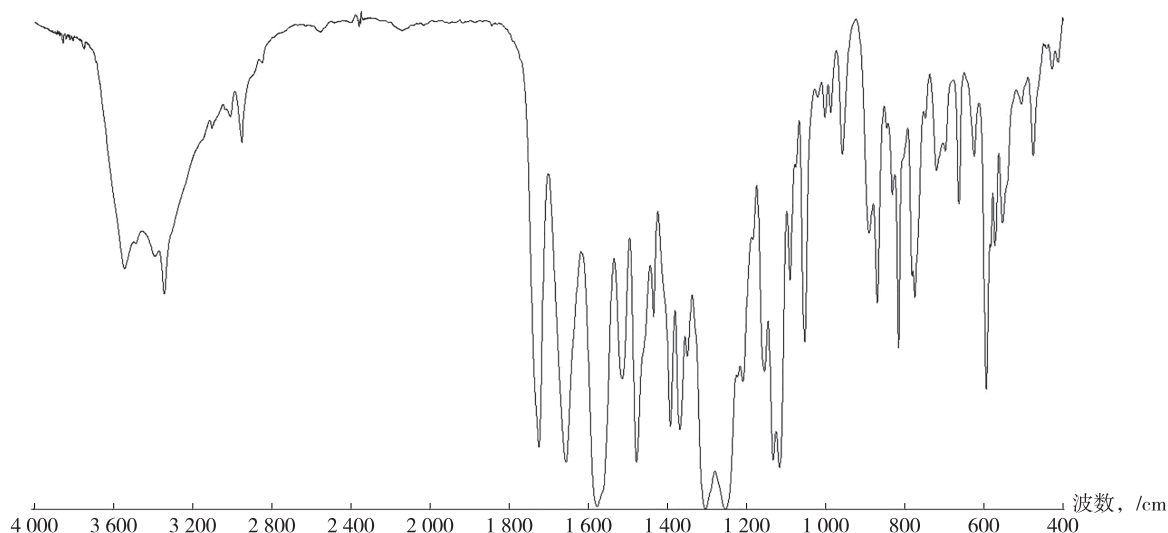


图 1 甲基碘磺隆钠盐标样的红外光谱图

5.3.2 甲基碘磺隆鉴定的液相色谱法

本鉴别试验可与甲基碘磺隆钠盐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碘磺隆的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.3.3 钠离子鉴定的离子色谱法

本鉴别试验可与钠离子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钠离子的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 甲基碘磺隆钠盐质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇 + 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 (228 nm)，对试样中的甲基碘磺隆钠盐进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 磷酸水溶液：体积分数 $\varphi_{(\text{磷酸})} = 0.1\%$ 。

5.5.2.5 甲基碘磺隆钠盐标样：已知甲基碘磺隆钠盐质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm × 4.6 mm (内径) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物 (或具同等效果的其他色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管:5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相:体积比 ϕ (甲醇:0.1%磷酸水溶液)=65:35。

5.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长:228 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL 。

5.5.4.6 保留时间:甲基碘磺隆约 7.4 min。

5.5.4.7 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。典型的甲基碘磺隆钠盐原药高效液相色谱图见图 2。

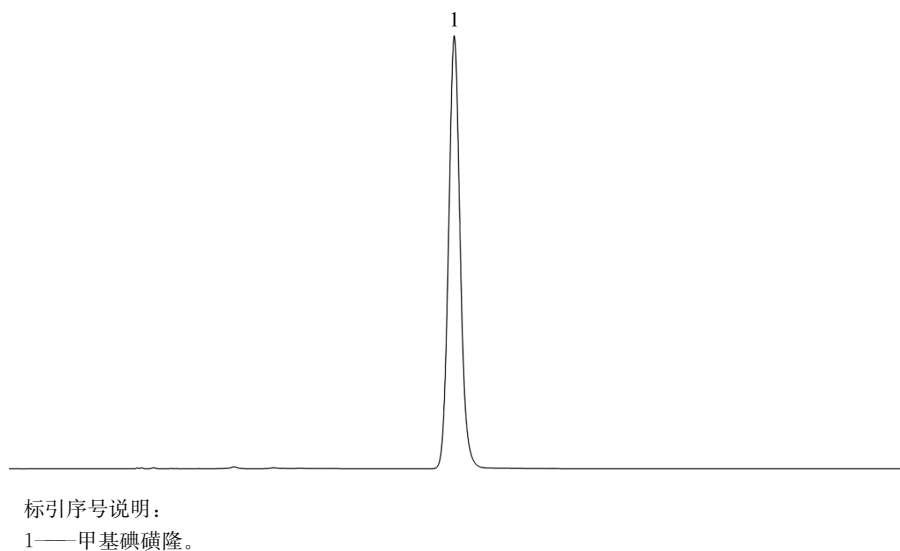


图 2 甲基碘磺隆钠盐原药的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)甲基碘磺隆钠盐标样,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含甲基碘磺隆钠盐 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.5.3 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,直至相邻两针甲基碘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。

5.5.6 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甲基碘磺隆峰面积分别进行平均,试样中甲基碘磺隆钠盐的质量分数按公式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω_1 ——甲基碘磺隆钠盐的质量分数,单位为百分号(%);
 A_2 ——试样溶液中甲基碘磺隆峰面积的平均值;
 m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);
 ω_{bl} ——标样中甲基碘磺隆钠盐的质量分数,单位为百分号(%);
 A_1 ——标样溶液中甲基碘磺隆峰面积的平均值;
 m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g);

5.5.7 允许差

2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。

5.6 钠离子质量分数的测定

5.6.1 方法提要

试样用水溶解,以甲基磺酸水溶液为流动相,使用阳离子分析柱和带有电导检测器的离子色谱仪,对试样中的钠离子进行分离,外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 甲基磺酸。

5.6.2.2 水:超纯水。

5.6.2.3 氯化钠标样:已知氯化钠质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 离子色谱仪:具有电导检测器。

5.6.3.2 色谱柱:250 mm×4.0 mm(内径),丙烯酸阳离子分析柱(或具同等效果的其他阳离子色谱柱)。

5.6.3.3 定量进样器:5 μ L。

5.6.4 离子色谱操作条件

5.6.4.1 淋洗液:甲基磺酸水溶液, $C_{\text{(甲基磺酸)}} = 12 \text{ mmol/L}$ 。

5.6.4.2 流速:1.0 mL/min。

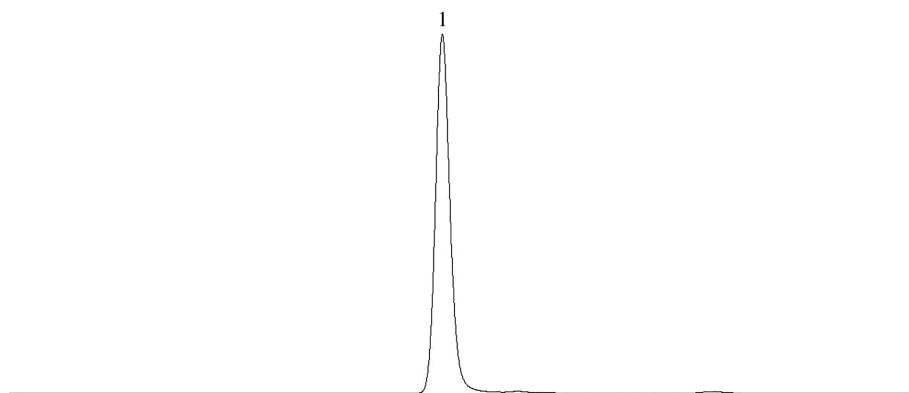
5.6.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于2℃)。

5.6.4.4 电导池温度:35℃。

5.6.4.5 进样体积:5 μ L。

5.6.4.6 保留时间:钠离子约5.7 min。

5.6.4.7 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。典型的甲基碘磺隆钠盐原药的离子色谱图见图3。



标引序号说明:
 1——钠离子。

图3 甲基碘磺隆钠盐原药的离子色谱图

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氯化钠标样于 100 mL 容量瓶中,加入超纯水,振摇使之溶解,并用超纯水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)甲基碘磺隆钠盐原药试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入超纯水,振摇使之溶解,并用超纯水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针氯化钠标样溶液,直至相邻两针钠离子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。

5.6.6 计算

试样中钠离子的质量分数按公式(2)计算。

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_{b2}}{A_3 \times m_4 \times n} \times \frac{22.99}{58.44} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ω_2 —— 钠离子的质量分数,单位为百分号(%);
- A_4 —— 试样溶液中钠离子峰面积的平均值;
- m_3 —— 氯化钠标样质量的数值,单位为克(g);
- ω_{b2} —— 氯化钠标样的质量分数,单位为百分号(%);
- A_3 —— 标样溶液中钠离子峰面积的平均值;
- m_4 —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- n —— 标样溶液的稀释倍数, $n=10$;
- 22.99 —— 钠离子的相对分子质量的数值;
- 58.44 —— 氯化钠的相对分子质量的数值。

5.6.7 允许差

2 次平行测定结果之相对差应不大于 3.0%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 的规定执行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为表 1 中除丙酮不溶物以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每 3 个月至少进行 1 次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按第 4 章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下,甲基碘磺隆钠盐原药的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

甲基碘磺隆钠盐原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;甲基碘磺隆钠盐原药采用清洁、干燥内衬塑料袋的编织袋或内衬保护层的铁桶或纸板桶包装。每袋净含量一般为 20 kg,每桶净含量一般 50 kg、100 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。

8.2 储运

甲基碘磺隆钠盐原药包装件应储存在通风、干燥的库房中;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。

附 录 A

(资料性)

甲基磺隆钠盐的其他名称、结构式和基本物化参数

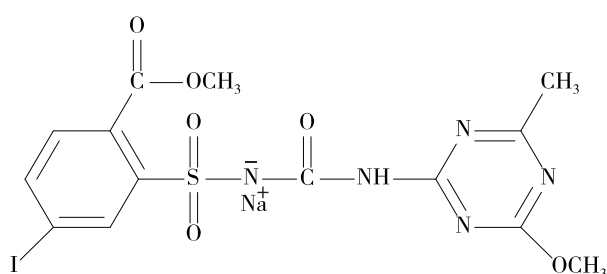
ISO 通用名称:Iodosulfuron-methyl-sodium。

CAS 登录号:144550-36-7。

CIPAC 数字代码:634。

化学名称:4-碘代-2-[3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲磺酰基]苯甲酸甲酯钠盐。

结构式:

实验式: $C_{14}H_{13}IN_5NaO_6S$ 。

相对分子质量:529.2。

生物活性:除草。

熔点:152℃。

蒸气压(20℃): 2.6×10^{-6} mPa。

溶解度(20℃~25℃):水中 0.16 g/L(pH 5);25 g/L(pH 7);60 g/L(pH 7.6);65 g/L(pH 9)。乙腈中 52 g/L,乙酸乙酯中 23 g/L,正庚烷中 0.0011 g/L,正己烷中 0.0012 g/L,异辛烷中 4.4 g/L,甲醇中 12 g/L,甲苯中 2.1 g/L。

稳定性(20℃):水中 4 d(pH 4),31 d(pH 5),大于等于 362 d(pH 5~9)。