



中华人民共和国农业 行业标准

NY/T 4391—2023

代森联原药

Metiram technical material

2024 05 01 实施

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 101—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 (AS/TC 133) 归口。

本文件起草单位：河北双吉化工有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、江苏优嘉植物保护有限公司。

本文件主要起草人：孙洪峰、郑晓成、吴燕、黄东进、吕建军、于亮、吴晓骏、黄亮。

代森联原药

1 范围

本文件规定了代森联原药的技术要求、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。

本文件适用于代森联原药产品的质量控制。

注：代森联和乙撑硫脲的其他名称、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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1600—2021 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

类白色至淡黄色固体粉末。

4.2 技术指标

代森联原药应符合表 1 的要求。

表 1 代森联原药技术指标

项 目	指 标
代森联质量分数, %	≥ 85.0
锌质量分数, %	+3.0 -2.0
砷质量分数 a_1 (μg/g)	≤ 2.0
乙撑硫脲(ETU)质量分数 a_2 , %	≤ 0.5
水分, %	≤ 2.5
pH	5.0~8.0

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。

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 100g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 高效液相色谱法

本鉴别试验可与代森联质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，衍生化后的试样溶液中主色谱峰保留时间与标样溶液中代森联衍生物保留时间的相对差值应不大于 15%。

5.3.2 双硫脲比色法

5.3.2.1 试剂与仪器

5.3.2.1.1 三氯甲烷

5.3.2.1.2 冰乙酸

5.3.2.1.3 双硫脲三氯甲烷溶液 $\rho_{\text{双硫脲}} = 1 \text{ g/kg}$

5.3.2.1.4 氢氧化钠溶液 $\rho_{\text{NaOH}} = 40 \text{ g/L}$

5.3.2.1.5 双硫脲冰乙酸溶液：取双硫脲三氯甲烷溶液 2 mL，加入冰乙酸 0.25 mL，用三氯甲烷稀释至 10 mL，摇匀。

5.3.2.1.6 中速定性滤纸

5.3.2.1.7 毛细管

5.3.2.2 操作步骤

试验一：称取试样约 0.5g，加入 2 mL~3 mL 蒸馏水，充分搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲冰乙酸溶液，滴至粉点上，粉点中心及外环皆应呈粉红色。

试验二：称取试样约 0.5g，加入 2 mL~3 mL 三氯甲烷，充分搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲三氯甲烷溶液，滴至粉点上，粉点中心及外环皆应呈亮紫色。

试验三：称取试样约 0.5g，加入 2 mL~3 mL 三氯甲烷，充分搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取氢氧化钠溶液，滴至粉点上，粉点中心应呈白色，外环应无色。

代森联定性应同时满足以上 3 个试验。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 代森联质量分数的测定

5.5.1 化学法（仲裁法）

5.5.1.1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-冰乙酸溶液中分解，生成乙二胺盐、二硫化碳及干扰分析的硫化氢气体。先用乙酸铅溶液吸收硫化氢，再用氢氧化钾-甲醇溶液吸收二硫化碳，并生成甲基磺原酸钾，吸收二硫化碳的氢氧化钾-甲醇溶液用乙酸中和后立即以碘标准滴定溶液滴定。

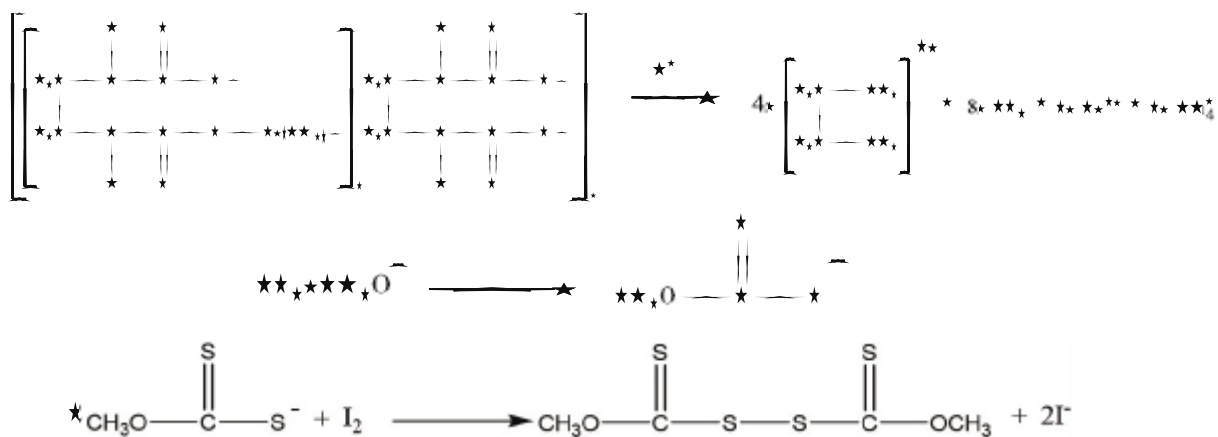
反应式如下：

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 甲醇

5.5.1.2.2 冰乙酸溶液：体积分数 $\phi_{\text{冰乙酸}} = 36\%$

5.5.1.2.3 氢碘酸溶液：体积分数 $\phi_{\text{氢碘酸}} = 45\%$



- 505010204 氢氧化钾 G 甲醇溶液 = $\rho_{\text{氧化钾}}$ = 110 g/L.
- 505010205 氢碘酸 G 冰乙酸溶液 = $\rho_{\text{碘酸:冰乙酸}}$ = 13:87 (使用前配制)。
- 505010206 乙酸铅溶液 = $\rho_{\text{铅}}$ = 100 g/L.
- 505010207 二乙基二硫代氨基甲酸钠三水合物，纯度按如下方法检查 = 溶解约 0.5 g 该物质于 100 mL 水中，以淀粉为指示剂，用碘标准滴定溶液滴定，1 mL 碘溶液 (c_{I_2}) = 0.01000 mol/L 相当于 0.02253 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠。
- 505010208 碘标准滴定溶液 = c_{I_2} = 0.01 mol/L，按 GB/T 601 配制和标定。
- 505010209 酚酞乙醇溶液 = $\rho_{\text{酚}}$ = 10 g/L，按 GB/T 603 配制。
- 5050102010 淀粉溶液 = $\rho_{\text{粉}}$ = 10 g/L，按 GB/T 603 配制。
- 5050103 代森联测定装置及装置回收率的测定
- 505010301 代森联测定装置
- 505010302 装置回收率的测定

操作步骤同 5050104，用二乙基二硫代氨基甲酸钠代替代森联样品，用来检查仪器及试剂，装置回收率应在 99%~101%。

5050104 测定步骤

称取约含代森联样品 0.2 g (精确至 0.0001 g) 的试样置于圆底烧瓶中，第一吸收管加 50 mL 乙酸铅溶液，第二吸收管加 50 mL 氢氧化钾 - 甲醇溶液，连接代森联测定装置，并检查装置的密封性，打开冷却水，开启抽气源，控制抽气速度 (抽气速度控制在加酸管无返液现象，每秒 2 个~6 个气泡)，使气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加 50 mL 氢碘酸 G 冰乙酸溶液，摇匀，同时立即加热烧瓶，小心控制防止反应液冲出，保持微沸 50 min，停止加热，拆开装置，取下第二吸收管，将内容物用 200 mL 水分 3 次洗入 500 mL 锥形瓶中，以酚酞指示液检查吸收管，洗至管内无内残物，用 3.6% 冰乙酸中和至酚酞退色，再过量 3 滴~4 滴，立即用碘标准滴定溶液滴定，同时不断摇动，近终点时加 3 mL 淀粉指示液，继续滴定至溶液呈浅灰紫色，同时作空白测定。

5050105 计算

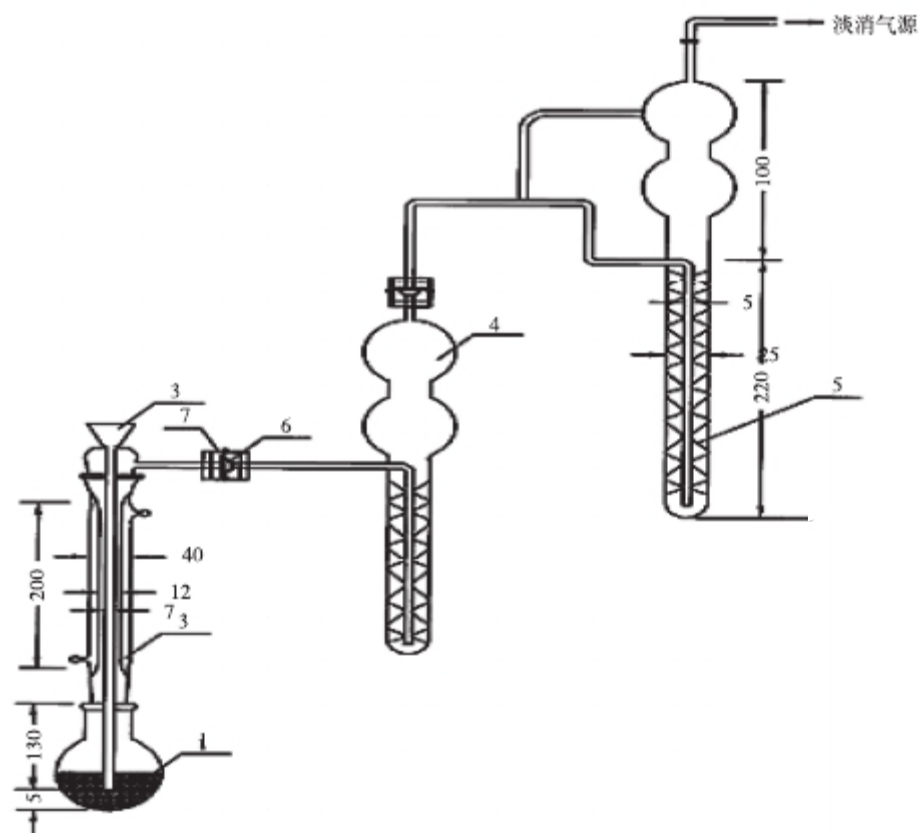
试样中代森联的质量分数按公式 A 计算

$$\omega_1 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 8}{m \times 1000} \times 100$$

1

式中：

- ω_1 ——代森联质量分数的数值，单位为百分号(%)；
- c ——碘标准滴定溶液实际浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V_1 ——滴定试样溶液消耗碘标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；



- 标引序号说明：
- 1——150 mL 烧瓶；
 - 2——直形冷凝管；
 - 3——长颈漏斗（加酸管）；
 - 4——第一吸收管；
 - 5——第二吸收管；
 - 6——球磨；
 - 7——夹子。

图1 代森联测定装置

- V_0 ——滴定空白溶液消耗碘标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- M_1 ——代森联摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1=108.87$)；
- m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；
- 1000 ——单位换算系数；
- 8 ——换算系数。

5050106 允许差

代森联质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 100%，取其算术平均值作为测定结果。

50502 高效液相色谱法

5050201 方法提要

代森联中的锌离子与螯合剂乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 在碱性条件下形成络合物和水溶性的乙撑双硫代氨基甲酸负离子 (简称代森联衍生物)。以甲醇和缓冲液为流动相，使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 282 nm 下对试样中代森联衍生物进行液相色谱分离，外标法定量。

代森联衍生化过程反应方程式如下：

5050202 试剂和溶液

- 505020201 甲醇：色谱纯。
- 505020202 四丁基硫酸氢铵。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/085300210133011141>