



中华人民共和国国家标准

GB/T 29382—XXXX
代替 GB 29382—2012

硝磺草酮原药

Mesotrione technical material

征求意见稿

(本稿完成日期：2025 年 11 月)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB 29382-2012《硝磺草酮原药》，与 GB 29382-2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了硝磺草酮质量分数技术指标(见4.2，2012版的3.2)；
- 删除了干燥减量指标(见4.2，2012版的3.2)；
- 增加了水分指标(见4.2)；
- 更改了硝基咕吨酮的分析方法(见5.6，2012版的4.6)；
- 删除了产品验收(见2017版的第5章)；
- 增加了检验规则(见第6章)；
- 增加了验收和质量保证期(见第7章)。

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

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：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2012年首次发布为 GB 29382-2012；
- 本次为第一次修订。

硝磺草酮原药

1 范围

本文件规定了硝磺草酮原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了硝磺草酮原药的试验方法。

本文件适用于硝磺草酮原药产品的质量控制。

注：硝磺草酮及其相关杂质硝基咕吨酮的其他名称、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 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
- 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

类白色至黄棕色固体粉末。

4.2 技术指标

硝磺草酮原药应符合表1要求。

表 1 硝磺草酮原药技术指标

项 目	指 标
硝磺草酮质量分数/%	≥97.0
硝基咕吨酮质量分数/（mg/kg）	≤2
水分/%	≤0.5
丙酮不溶物/%	≤0.2
pH 值	3.0~6.0

5 试验方法

警告：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进行。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

硝磺草酮原药与硝磺草酮标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。硝磺草酮标样红外光谱图见图1。

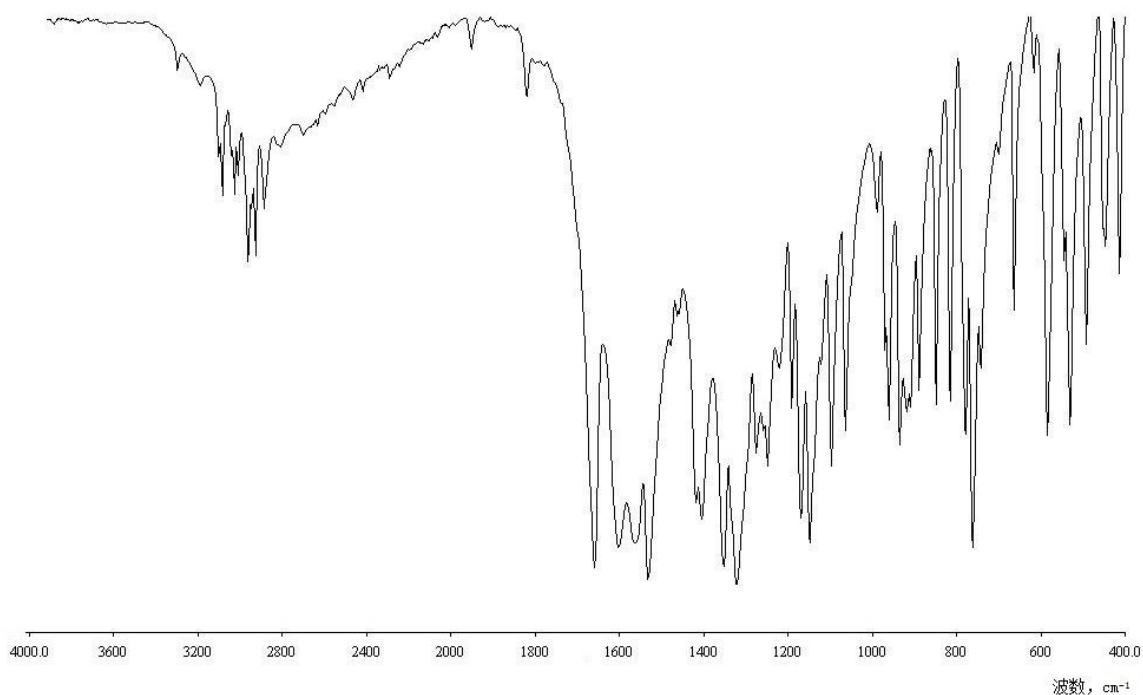


图1 硝磺草酮标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与硝磺草酮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硝磺草酮的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 硝磺草酮质量分数

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水(磷酸调pH值至3)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270 nm下，对试样中的硝磺草酮进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱纯。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 硝磺草酮标样：已知硝磺草酮质量分数且不低于 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(或具等效效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 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： ψ 乙腈：水(磷酸调 pH 值至 3)=40：60，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

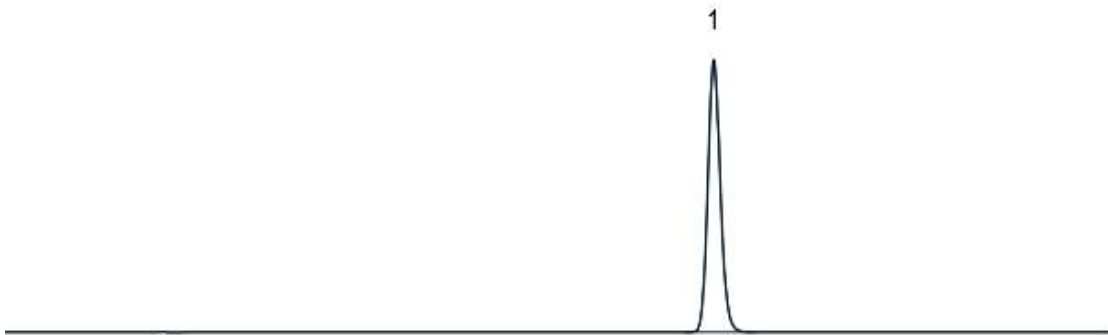
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长：270 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：硝磺草酮约 10.0 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。典型的硝磺草酮原药的高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:

1——硝磺草酮。

图 2 硝磺草酮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0.1 g(精确至0.000 1 g)硝磺草酮标样于50 mL容量瓶中,加入适量乙腈,超振荡使试样溶解,冷却至室温后用乙腈定容,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含硝磺草酮0.1 g(精确至0.000 1 g)的试样于50 mL容量瓶中,加入适量乙腈,超振荡使试样溶解,冷却至室温后用乙腈定容,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

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,直至相邻两针硝磺草酮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硝磺草酮的峰面积和分别进行平均。试样中硝磺草酮的质量分数按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_1 ——试样中硝磺草酮质量分数, %;
- A_2 ——试样溶液中硝磺草酮峰面积的平均值;
- m_1 ——硝磺草酮标样质量的数值, 单位为克(g);
- w_{b1} ——硝磺草酮标样中硝磺草酮质量分数, %;

A_1 ——标样溶液中硝磺草酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

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。

5.6 硝基咕吨酮质量分数

5.6.1 方法提要

试样用乙腈溶解，使用液相色谱串联四极杆质谱联用仪，采用多反应监测（MRM）方式，对试样中的硝基咕吨酮进行二级质谱检测，根据得到的提取离子色谱图，外标法定量。方法中硝基咕吨酮的定量限为4 μg/L，样品中硝基咕吨酮的定量限为0.2 mg/kg。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 乙腈：色谱级；

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水；

5.6.2.3 乙酸铵：色谱级；

5.6.2.4 乙酸铵溶液：称取 0.375 g（精确至 0.000 1 g）乙酸铵于 1 L 的容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，脱气；

5.6.2.5 硝基咕吨酮标样：已知质量分数且不低于 90.0%。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱-串联四极杆质谱联用仪；

5.6.3.2 色谱柱：150 mm × 4.6 mm(内径) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)；

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.22 μm；

5.6.3.4 自动进样器：5 μL；

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相： Ψ (乙腈：乙酸铵溶液) = 50 : 50，经滤膜过滤，并进行脱气；

5.6.4.2 流速：0.5 mL/min，7.0 min~10 min 进质谱；

5.6.4.3 柱温：40 ℃；

5.6.4.4 进样体积：5 μL；

5.6.4.5 保留时间：硝基咕吨酮约 8.2 min。

5.6.5 质谱操作条件

5.6.5.1 离子源：APCI(-)；

5.6.5.2 离子化电压：-4500 V

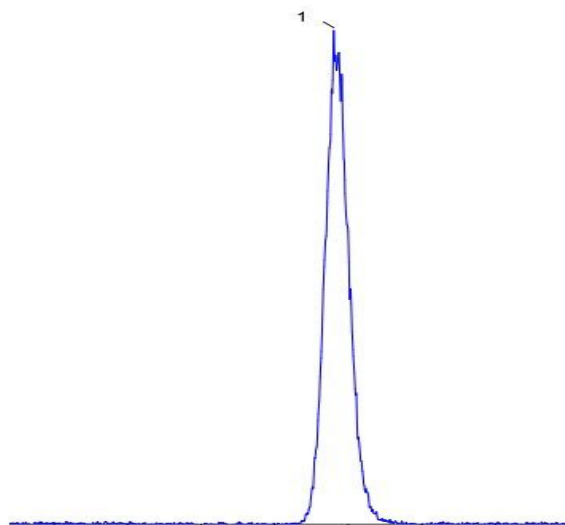
5.6.5.3 脱溶剂气温度：550 ℃；

5.6.5.4 去簇电压：-40 V；

5.6.5.5 碰撞能量：-30 V；

5.6.5.6 扫描方式：MRM, 母离子 344；子离子 207。

5.6.5.7 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果，典型的硝磺草酮原药提取离子色谱图见图 3。



标引序号说明：

1—硝基吡啶酮。

图 3 硝磺草酮原药中硝基吡啶酮的液质提取色谱图

5.6.6 测定步骤

5.6.6.1 标样溶液的制备

标样溶液的制备：称取0.01 g(精确至0.000 1 g)硝基吡啶酮标样于100 mL容量瓶中，加入适量乙腈超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀。用移液管移取上述溶液1 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。再用移液管移取上述稀释后的溶液1 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.6.6.2 试样溶液的制备

称取1.0 g(精确至0.0001 g)硝磺草酮的试样于50 mL容量瓶中，加入适量乙腈超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀，过滤。

5.6.7 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针硝基咕吨酮标样溶液，直至相邻两针硝基咕吨酮峰面积相对变化小于10%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。

5.6.8 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硝基咕吨酮峰面积分别进行平均。试样中硝基咕吨酮的质量分数按式(2)计算

$$w_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times w_{b2}}{N \times A_3 \times m_4} \times 10^4 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

w_2 ——试样中硝基咕吨酮质量分数，单位为毫克每公斤（mg/kg）；

A_4 ——试样溶液中，硝基咕吨酮峰面积的平均值；

m_3 ——硝基咕吨酮标样质量的数值，单位为克（g）；

w_{b2} ——硝基咕吨酮标样的质量分数，以%表示；

N ——标样溶液相对于试样溶液的稀释倍数， $N=5000$ ；

A_3 ——标样溶液中，硝基咕吨酮峰面积的平均值；

m_4 ——试样质量的数值，单位为克（g）。

5.6.9 允许差

硝基咕吨酮质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分

按 GB/T 1600-2021中4.2进行。

5.8 丙酮不溶物

按 GB/T 19138 进行。

5.9 pH 值

按 GB/T 1601进行。

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。出厂检验项目为外观、硝磺草酮质量分数、水分、pH值。

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个月至少进行一次。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) 质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中，任一项目不符合第4章的技术要求，则判定该批次产品不合格。

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8.2的储运条件下，硝磺草酮原药的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

硝磺草酮原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796的规定。

硝磺草酮原药容易吸潮，可采用内衬防潮塑料袋的编织袋或防潮桶包装，每桶（袋）净重25 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796的规定。

8.2 储运

硝磺草酮原药包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，应严防潮湿和日晒，不应与食物、种子和饲料混放，应避免与皮肤、眼睛接触，并防止由口鼻吸入。

附 录 A

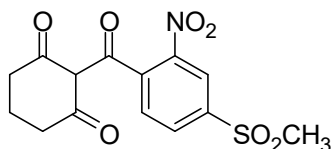
(资料性)

硝磺草酮和硝基咕吨酮的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 硝磺草酮

硝磺草酮的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Mesotrione；
- CAS登录号：104206-82-8；
- 化学名称：2-(4-甲磺酰基-2-硝基苯甲酰基)环己烷-1,3-二酮；
- 结构式：

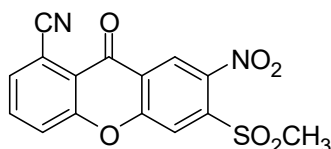


- 实验式：C₁₄H₁₃NO₇S；
- 相对分子质量：339.3；
- 生物活性：除草；
- 熔点：148.7 °C～152.5 °C；
- 溶解度(20 °C)：水中0.16 mg/L；二甲苯1.4 g/L，甲苯2.7 g/L，甲醇3.6 g/L，丙酮76.4 g/L，二氯甲烷82.7 g/L，乙腈96.1 g/L；
- 稳定性：在pH 5～9的水中稳定，原药在54 °C储存14 d性质稳定。

A.2 硝基咕吨酮

本产品中相关杂质硝基咕吨酮的名称、结构式和基本物化参数如下：

- 通用名称：硝基咕吨酮；
- 化学名称：1-氰基-6-(甲磺酰基)-7-硝基-9H-咕吨-9-酮；
- 结构式：



- 实验式：C₁₅H₈N₂O₆S；
- 相对分子质量：344.0；
- 溶解度：乙腈中10 mg/100 ml；二甲亚砜中>1 mg/ml；
- 稳定性：120 °C以上分解