

ICS 65.100
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4406—2023

萘乙酸钠可溶液剂

α -naphthylacetic acid sodium soluble concentrate aqueous solution

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 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：郑州郑氏化工产品有限公司、鹤壁全丰生物科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：杨闻翰、郑昊、张丹、王瑾、臧娅磊、周玉红、朱德涛。



萘乙酸钠可溶液剂

1 范围

本文件规定了萘乙酸钠可溶液剂的技术要求、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。

本文件适用于萘乙酸钠可溶液剂产品的质量控制。

注：萘乙酸、萘乙酸钠的其他名称、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 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 14825 农药悬浮率测定方法
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28136—2011 农药水不溶物测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

萘乙酸钠可溶液剂应符合表 1 的要求。

表 1 萘乙酸钠可溶液剂控制项目指标

项目	指标		
	5%规格	1.0%规格	0.1%规格
萘乙酸质量分数，%	$5.0^{+0.5}_{-0.5}$	$1.0^{+0.15}_{-0.15}$	$0.10^{+0.015}_{-0.015}$
萘乙酸钠质量分数，%	$5.6^{+0.6}_{-0.6}$	$1.1^{+0.16}_{-0.16}$	$0.11^{+0.016}_{-0.016}$
萘乙酸质量浓度 ^a (20℃)，(g/L)	51^{+5}_{-5}	$10^{+1.5}_{-1.5}$	$1.0^{+0.15}_{-0.15}$
萘乙酸钠质量浓度 ^a (20℃)，(g/L)	57^{+6}_{-6}	$11^{+1.6}_{-1.6}$	$1.1^{+0.16}_{-0.16}$
pH	6.0~9.0		
稀释稳定性（稀释 20 倍）	稀释液均一，无析出物		

表 1 (续)

项目	指标		
	5%规格	1.0%规格	0.1%规格
水不溶物,%	≤0.2		
持久起泡性(1min后泡沫量),mL	≤60		
低温稳定性	离心管底部析物的体积不超过0.3 mL		
热储稳定性	热储后,萘乙酸质量分数应不低于热储前测得值的95%,pH、稀释稳定性仍应符合文件的要求		
* 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。			

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 5.3.2 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 200 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 萘乙酸鉴别的液相色谱法

本鉴别试验可与萘乙酸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萘乙酸的色谱峰的保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.3.2 钠离子鉴别的离子色谱法

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氯化钠标样溶液中钠离子的色谱峰的保留时间的相对差值应不大于 1.5%,分析方法见附录 B。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 萘乙酸(萘乙酸钠)质量分数、萘乙酸(萘乙酸钠)质量浓度的测定

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+磷酸水溶液为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(280 nm),对试样中的萘乙酸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 磷酸。

5.5.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸水溶液: $\psi_{(\text{磷酸}:\text{水})} = 0.5 : 1\ 000$ 。

5.5.2.5 萘乙酸标样:已知萘乙酸质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。

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:150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

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: $\psi_{(\text{甲醇}:\text{磷酸水溶液})} = 55 : 45$ 。

- 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 ℃)。
- 5.5.4.4 检测波长:280 nm。
- 5.5.4.6 进样体积:5 μL。
- 5.5.4.7 保留时间:萘乙酸约 7.0 min。
- 5.5.4.8 上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的萘乙酸钠可溶液剂的高效液相色谱图见图 1。

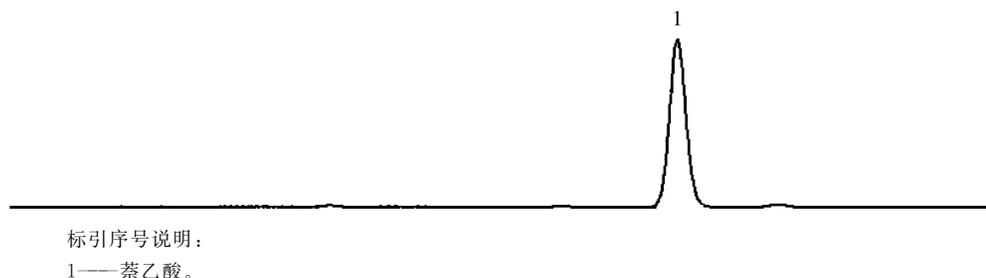


图 1 萘乙酸钠可溶液剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 萘乙酸标样(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 流动相超声振荡 5 min 使之溶解,冷却至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含萘乙酸 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.6 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,直至相邻两针萘乙酸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。

5.5.7 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萘乙酸峰面积分别进行平均,试样中萘乙酸的质量分数按公式(1)计算,萘乙酸钠的质量分数按公式(2)计算,萘乙酸质量浓度按公式(3)计算,萘乙酸钠质量浓度按公式(4)计算。

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

$$\omega_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1} \times 208.19}{A_1 \times m_2 \times 186.21} \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1} \times 208.19}{A_1 \times m_2 \times 186.21} \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ω_1 ——萘乙酸质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_2 ——试样溶液中萘乙酸峰面积的平均值;
- m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);
- ω_{b1} ——标样中萘乙酸质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_1 ——标样溶液中萘乙酸峰面积的平均值;
- m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g);
- ω_2 ——萘乙酸钠质量分数的数值,单位为百分号(%);

208.19——萘乙酸钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

186.21——萘乙酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

ρ_1 ——20℃时试样中萘乙酸质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定);

ρ_2 ——20℃时试样中萘乙酸钠质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

10——质量分数转换为质量浓度的换算系数。

5.5.8 允许差

萘乙酸质量分数 2 次平行测定结果之差,5%萘乙酸可溶液剂应不大于 0.3%;1%萘乙酸可溶液剂应不大于 0.2%,0.1%萘乙酸可溶液剂应不大于 0.02%,分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水不溶物的测定

按 GB/T 28136—2011 中 3.3 的规定执行。

5.7 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.8 稀释稳定性试验

5.8.1 试剂和仪器

5.8.1.1 标准硬水: $\rho_{(Ca^{2+}+Mg^{2+})} = 342$ mg/L,pH 6.0~7.0,按 GB/T 14825 配制。

5.8.1.2 量筒:100 mL。

5.8.1.3 恒温水浴:(30±2)℃。

5.8.2 测定步骤

用移液管吸取 5 mL 试样,置于 100 mL 量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀,将此量筒放入(30±2)℃恒温水浴中,静置 1 h。

5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定执行。

5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储时,样品应密封储存,热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

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。出厂检验项目为第 4 章技术要求中外观、萘乙酸质量分数、萘乙酸钠质量分数、萘乙酸质量浓度、萘乙酸钠质量浓度、pH、稀释稳定性、持久起泡性。

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的要求。

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 8.2 的储运条件下,萘乙酸钠可溶液剂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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

萘乙酸钠可溶液剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;萘乙酸钠可溶液剂可采用带有内塞及瓶盖的玻璃瓶或高粘度聚氨酯瓶包装,每瓶净含量一般为 50 g(mL)、100 g(mL)和 250 g(mL),外用钙塑箱、纸箱、瓦楞纸箱或木箱包装,每箱净含量应不超过 10 kg。根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

萘乙酸钠可溶液剂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)

萘乙酸、萘乙酸钠的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 萘乙酸

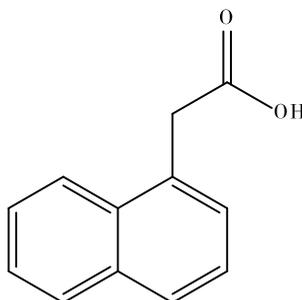
萘乙酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称： α -naphthaleneacetic acid；

——CAS 登录号：[86-87-3]；

——化学名称：1-萘乙酸；

——结构式：



——分子式： $C_{12}H_{10}O_2$ ；

——相对分子质量：186.21；

——生物活性：植物生长调节；

——熔点： $134.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 135.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

——蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)： $1.0\times 10^{-5}\text{ Pa}$ ；

——溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)：微溶于热水，易溶于丙酮、乙醚、苯、乙醇和氯仿等有机溶剂；

——稳定性：在 pH 3~6 稳定，对光、热稳定，强酸强碱条件下易分解。

A.2 萘乙酸钠

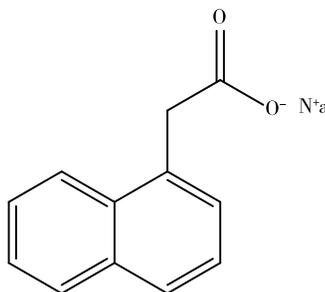
萘乙酸钠的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称： α -naphthaleneacetic acid sodium；

——CAS 登录号：[61-31-4]；

——化学名称：1-萘乙酸钠；

——结构式：



——分子式： $C_{12}H_9O_2Na$ ；

- 相对分子质量:208.19;
- 生物活性:植物生长调节;
- 溶解度(20 ℃):易溶于水,易溶于丙酮、乙醇,难溶于苯、石油醚等弱极性有机溶剂;
- 稳定性:在中性和碱性条件下稳定,对光、热稳定,在酸性条件下以酸的形式存在。

附录 B

(资料性)

离子色谱法鉴别萘乙酸钠可溶液剂中钠离子

B.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电导检测器的离子色谱仪,对试样中的钠离子进行离子色谱分离,保留时间定性。

B.2 试剂和溶液

B.2.1 甲基磺酸。

B.2.2 水:超纯水。

B.2.3 氯化钠标样:已知氯化钠质量分数, $\omega \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

B.3.1 离子色谱仪:具有电导检测器。

B.3.2 色谱柱:250 mm×4.0 mm(内径)阳离子分析柱,内装惰性硅胶键合羧酸或膦酸基填充物(或具同等效果的色谱柱)。

B.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.22 μm 。

B.3.4 定量进样管:10 μL 。

B.3.5 超声波清洗器。

B.4 离子色谱分析条件

B.4.1 淋洗液:甲基磺酸水溶液, $c_{\text{(甲基磺酸)}} = 12 \text{ mmol/L}$ 。

B.4.2 流速:1.0 mL/min。

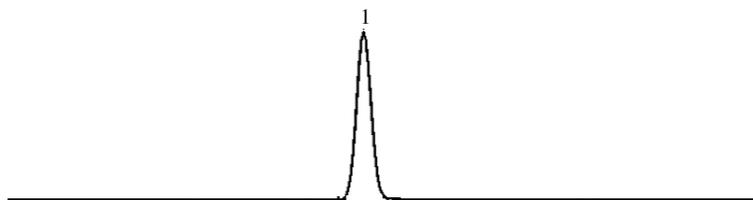
B.4.3 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

B.4.4 电导池温度:35 $^{\circ}\text{C}$ 。

B.4.5 进样体积:10 μL 。

B.4.6 保留时间:钠离子约 6.0 min。

B.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。典型的萘乙酸钠可溶液剂阳离子色谱图(钠离子测定)见图 B.1。



标引序号说明:

1——钠离子。

图 B.1 萘乙酸钠可溶液剂阳离子色谱图(钠离子测定)

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 氯化钠标样(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 80 mL 水超声振荡 5 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 1 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含钠离子 0.000 5 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,过滤。

B.5.3 钠离子的鉴别

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的色谱峰保留时间相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液的顺序进行测定。在相同的离子色谱的条件下,测定试样溶液中与标样溶液中钠离子保留时间最近的色谱峰与标样溶液中钠离子的色谱峰的保留时间的相对差。
