

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4405—2023

萘乙酸(萘乙酸钠)原药

α -naphthylacetic acid(α -naphthylacetic acid sodium)technical material

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：鹤壁全丰生物科技有限公司、郑州郑氏化工产品有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、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、王建国、郑昊、张丹、韩枫、刘越、许伟长、唐键锋。



萘乙酸(萘乙酸钠)原药

1 范围

本文件规定了萘乙酸(萘乙酸钠)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。

本文件适用于萘乙酸(萘乙酸钠)原药产品的质量控制。

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 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

GB/T 28136—2011 农药水不溶物测定方法

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

类白色固体。

4.2 技术指标

萘乙酸原药、萘乙酸钠原药应分别符合表 1、表 2 的要求。

表 1 萘乙酸原药控制项目指标

项目	指标
萘乙酸质量分数, %	≥95.0
水分, %	≤0.2
丙酮不溶物, %	≤0.2
pH	2.0~6.0

表 2 萘乙酸钠原药控制项目指标

项目	指标
萘乙酸钠质量分数, %	≥98.0
萘乙酸质量分数, %	≥87.6
钠离子质量分数 ^a / %	≥10.0
水分, %	≤1.0

表 2 (续)

项目	指标
水不溶物, %	≤0.2
pH	7.0~10.0

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 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 萘乙酸(萘乙酸钠)鉴别的红外光谱法

萘乙酸原药、萘乙酸钠原药与萘乙酸标样在 4 000/cm⁻¹~400/cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。萘乙酸标样的红外光谱图见图 1。

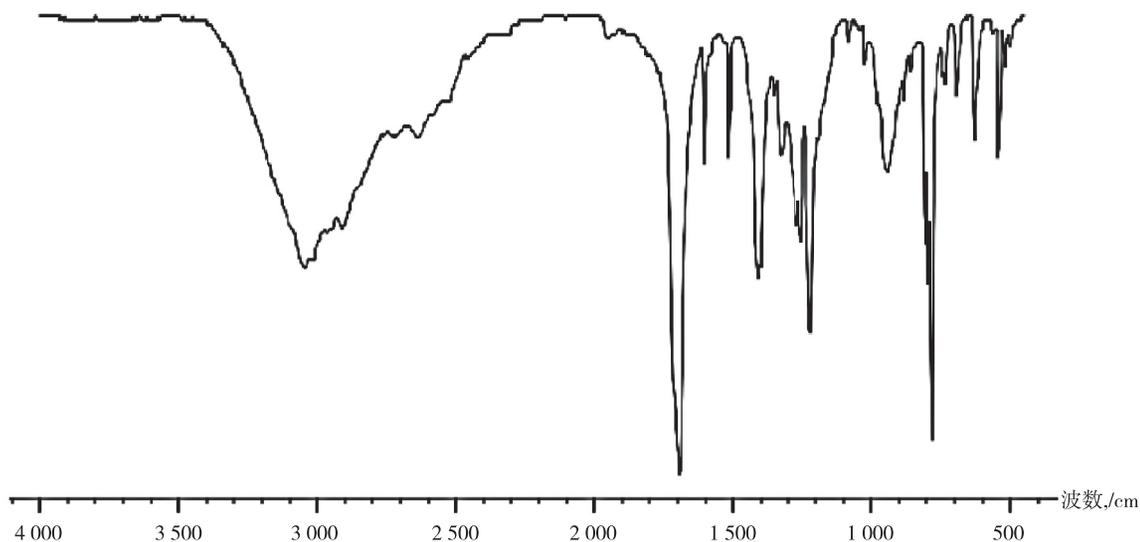


图 1 萘乙酸标样的红外光谱图

5.3.2 萘乙酸鉴别的液相色谱法

本鉴别试验可与萘乙酸(萘乙酸钠)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%。

5.3.3 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%。

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: $\phi_{\text{(磷酸:水)}}=0.5:1\ 000$ 。

5.5.2.5 萘乙酸标样:已知萘乙酸质量分数, $\omega\geq 98.0\%$ 。

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: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)。

5.5.3.3 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

5.5.3.1 流动相: $\phi_{\text{(甲醇:磷酸水溶液)}}=55:45$ 。

5.5.3.2 流速:1.0 mL/min。

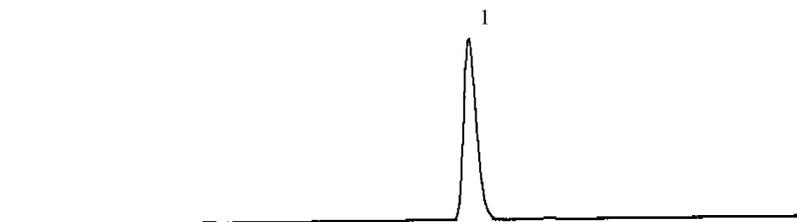
5.5.3.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.3.4 检测波长:280 nm。

5.5.3.5 进样体积:5 μL 。

5.5.3.6 保留时间:萘乙酸约 7.0 min。

5.5.3.7 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(萘乙酸钠)原药的高效液相色谱图见图 2。



标引序号说明:

1—萘乙酸。

图 2 萘乙酸(萘乙酸钠)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 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,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。

5.5.5.3 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。

5.5.6 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。

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

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

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) 。

5.5.7 允许差

萘乙酸质量分数 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,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) 阳离子分析柱,内装惰性硅胶键合羧酸或磷酸基填充物(或具同等效果的色谱柱)。
- 5.6.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。
- 5.6.3.4 定量进样管:10 μL 。
- 5.6.3.5 超声波清洗器。

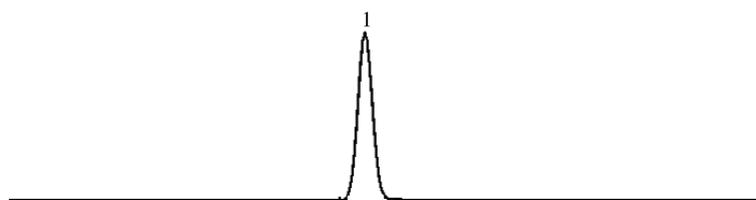
5.6.4 离子色谱操作条件

- 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:30 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6.4.4 电导池温度:35 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6.4.5 进样体积:10 μL 。
- 5.6.4.6 保留时间:钠离子约 6.0 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。典型的萘乙酸钠原药阳离子色谱图(钠离子测定)见图 3。

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 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,



标引序号说明:

1——钠离子。

图3 羧乙酸钠原药阳离子色谱图(钠离子测定)

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。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取0.2 g试样(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。用移液管吸取上述溶液1 mL于50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀、过滤。

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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中钠离子峰面积分别进行平均,试样中钠离子的质量分数按公式(3)计算。

$$\omega_3 = \frac{A_3 \times m_4 \times \omega_{b2} \times 22.99}{A_4 \times m_3 \times 58.44} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ω_3 —— 钠离子质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_3 —— 试样溶液中钠离子峰面积的平均值;
- m_4 —— 氯化钠标样质量的数值,单位为克(g);
- ω_{b2} —— 标样中氯化钠质量分数的数值,单位为百分号(%);
- 22.99 —— 氯化钠标样中钠离子摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- A_4 —— 标样溶液中钠离子峰面积的平均值;
- m_3 —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- 58.44 —— 氯化钠标样中氯化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.6.7 允许差

钠离子质量分数2次平行测定结果之差应不大于0.4%,取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分的测定

按GB/T 1600—2021中4.2的规定执行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138的规定执行。

5.9 水不溶物的测定

按GB/T 28136—2011中3.3的规定执行。

5.10 pH的测定

按GB/T 1601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,萘乙酸原药为第4章技术要求中外观、萘乙酸质量分数、水分、pH。萘乙酸钠原药为第4章技术要求中外观、萘乙酸钠质量分数、萘乙酸质量分数、水分、pH。

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(萘乙酸钠)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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

萘乙酸(萘乙酸钠)原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;萘乙酸(萘乙酸钠)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 1 kg,每桶净含量一般为 20 kg、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

萘乙酸(萘乙酸钠)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)

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

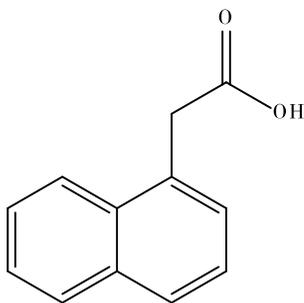
萘乙酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——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

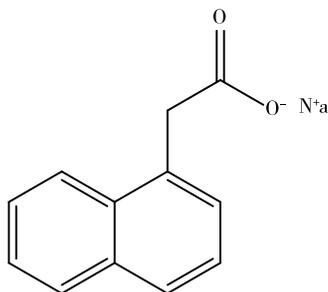
萘乙酸钠的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——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。
-