

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4553—2025

矮壮素原药

Chlormequat chloride technical material

2025-01-09 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：绍兴东湖高科股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、黄骅市鸿承企业有限公司、鹤壁全丰生物科技有限公司。

本文件主要起草人：张丹、季小英、刘坤、徐雪松。



矮壮素原药

1 范围

本文件规定了矮壮素原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装、储运,描述了矮壮素原药的试验方法。

本文件适用于矮壮素原药产品的质量控制。

注:矮壮素、1,2-二氯乙烷的其他名称、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/T1600—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 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
矮壮素原药应符合表 1 的要求。

表 1 矮壮素原药技术指标

项 目	指 标
矮壮素质量分数, %	≥98.0
游离氯离子质量分数, %	≥22.0
1,2-二氯乙烷质量分数, %	≤0.01
水分, %	≤0.5
水不溶物, %	≤0.2
pH	3.0~7.0

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数,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

矮壮素原药与矮壮素标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。矮壮素标样的红外光谱图见图 1。

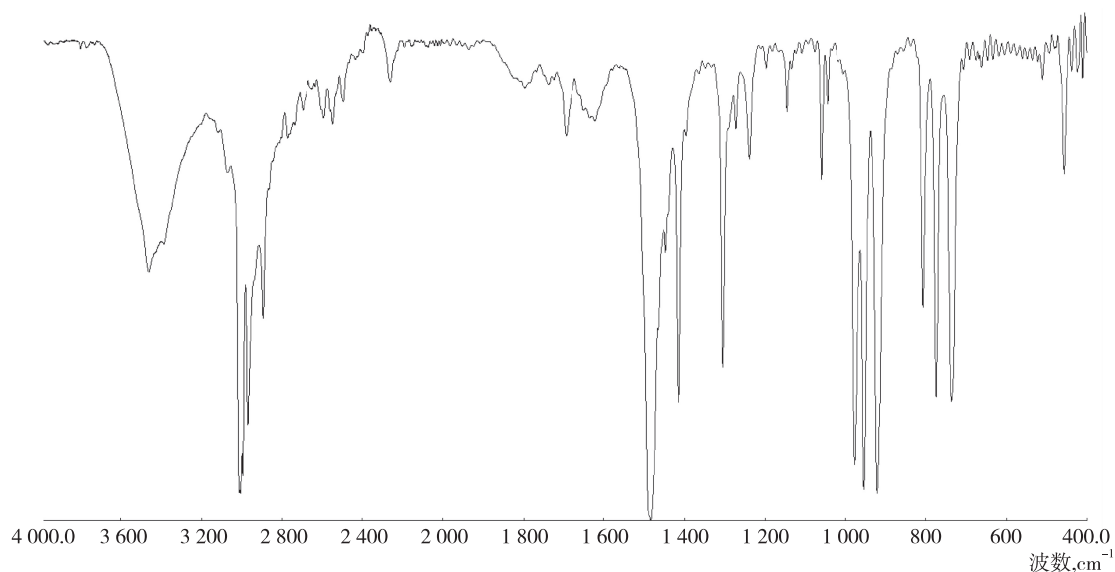


图 1 矮壮素标样的红外光谱图

5.3.2 离子色谱法

本鉴别试验可与矮壮素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矮壮素阳离子的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 矮壮素质量分数

5.5.1 离子色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用水溶解,以甲基磺酸溶液为淋洗液,使用阳离子分析柱和电导检测器,对试样中的矮壮素进行离子色谱分离,外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 甲基磺酸:优级纯。

5.5.1.2.2 水:超纯水。

5.5.1.2.3 矮壮素标样:已知质量分数, $w\geq 99.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 离子色谱仪:具有电导检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:250 mm×4.0 mm(内径)阳离子分析柱,内装二乙烯基苯-乙基苯乙烯共聚物具有羧基功能团填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.22 μm。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 离子色谱操作条件

5.5.1.4.1 淋洗液:甲基磺酸水溶液, $c_{(\text{甲基磺酸})} = 11 \text{ mmol/L}$ (或根据其他仪器及色谱柱类型, 选择适合的淋洗液)。

5.5.1.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.5.1.4.4 电导池温度:35 ℃。

5.5.1.4.5 进样体积:10 μL。

5.5.1.4.6 抑制器电流:50 mA。

5.5.1.4.7 保留时间:矮壮素阳离子约 7.2 min。

5.5.1.4.8 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。典型的矮壮素原药的离子色谱图见图 2。



图 2 矮壮素原药的离子色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 矮壮素标样, 置于 100 mL 容量瓶中, 加超纯水振摇使之溶解, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于另一 100 mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含矮壮素 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 的试样, 置于 100 mL 容量瓶中, 加超纯水振摇使之溶解, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于另一 100 mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。

5.5.1.5.3 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, 直至相邻两针矮壮素阳离子的峰面积相对变化小于 1.5% 后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

5.5.1.6 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矮壮素阳离子的峰面积分别进行平均。试样中矮壮素的质量分数按公式(1)计算。

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{h1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中矮壮素质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中,矮壮素阳离子峰面积的平均值;

m_1 ——矮壮素标样质量的数值,单位为克(g);

w_{b1} ——标样中矮壮素质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中矮壮素阳离子峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.1.7 允许差

矮壮素质量分数 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。

5.5.2 化学滴定法

5.5.2.1 方法提要

矮壮素质量分数用有机氯的量计算。试样用氢氧化钠溶液水解,有机氯的量等于矮壮素水解后测得的总氯的量与水解前测得的游离氯的量之差。滴定溶液为硝酸银标准滴定溶液。

5.5.2.2 试剂

5.5.2.2.1 乙醇:色谱级。

5.5.2.2.2 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

5.5.2.2.3 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=2\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制。

5.5.2.2.4 硝酸溶液: $\psi(\text{硝酸:水})=1:3$ 。

5.5.2.2.5 二氯荧光黄指示剂:二氯荧光黄乙醇溶液, $\rho=2\text{ g/L}$,按 GB/T 603 制备。

5.5.2.2.6 酚酞指示剂:酚酞乙醇溶液, $\rho=10\text{ g/L}$,按 GB/T 603 制备。

5.5.2.2.7 淀粉指示剂:淀粉水溶液, $\rho=10\text{ g/L}$,按 GB/T 603 制备。

5.5.2.3 测定步骤

5.5.2.3.1 试样溶液的制备

称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 250 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.3.2 游离氯的测定

用移液管吸取 25 mL 试样溶液于 250 mL 三角瓶中,加入 15 mL 水,加入 3 滴二氯荧光黄指示剂和 10 mL 淀粉指示剂,立即用硝酸银标准滴定溶液滴定至刚刚出现粉红色为终点。记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积。

5.5.2.3.3 总氯的测定

用移液管吸取 25 mL 试样溶液于 250 mL 三角瓶中,加入 15 mL 氢氧化钠溶液,装上回流冷凝器加热回流 15 min(从沸腾开始计时)后,用水冲洗冷凝管及三角瓶内壁,冷却至室温,加 1 滴酚酞指示剂,用硝酸溶液调至红色刚刚消失,加入 3 滴二氯荧光黄指示剂和 10 mL 淀粉指示剂,立即用硝酸银标准滴定溶液滴定至刚刚出现粉红色为终点,记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积。

5.5.2.4 计算

矮壮素的质量分数按公式(2)计算。

$$w_1 = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times M_1 \times n_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中矮壮素质量分数的数值,单位为百分号(%);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定总氯所消耗的硝酸银标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定游离氯所消耗的硝酸银标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M_1 ——矮壮素毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol), $M_1=0.1581$;

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

n_1 ——试样溶液的稀释倍数, $n_1 = 10$ 。

5.5.2.5 允许差

矮壮素质量分数 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 游离氯离子质量分数

5.6.1 方法提要

试样用水溶解, 以氢氧化钾溶液为淋洗液, 使用阴离子分析柱和电导检测器, 对试样中的游离氯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 氢氧化钾: 优级纯。

5.6.2.2 水: 超纯水。

5.6.2.3 氯化钠标样: 已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

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) 阴离子分析柱, 内装二乙烯基苯-乙基苯乙烯共聚物具有烷基季铵盐功能团填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.6.3.3 过滤器: 滤膜孔径约 0.22 μm。

5.6.3.4 超声波清洗器。

5.6.4 离子色谱操作条件

5.6.4.1 淋洗液: $c(\text{KOH}) = 10.0 \text{ mmol/L}$ 。

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 °C)。

5.6.4.4 电导池温度: 35 °C。

5.6.4.5 进样体积: 10 μL。

5.6.4.6 抑制器电流: 30 mA。

5.6.4.7 保留时间: 氯离子约 6.3 min。

5.6.4.8 上述离子色谱操作条件, 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。典型的矮壮素原药离子色谱图(测定氯离子)见图 3。

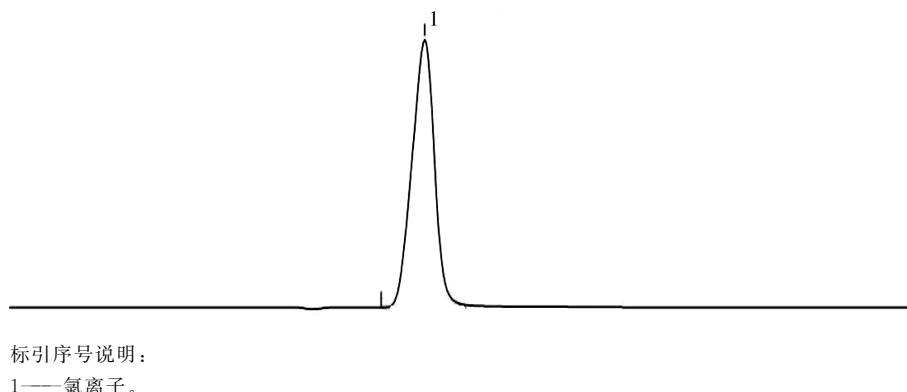


图 3 矮壮素原药离子色谱图 (测定氯离子)

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, 置于 100 mL 容量瓶中, 加超纯水振摇使之溶解, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 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)的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加超纯水振摇使之溶解,用超纯水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针氯离子的峰面积相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

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氯离子的峰面积分别进行平均。试样中游离氯离子的质量分数按公式(3)计算。

$$w_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times w_{b2} \times M_2}{A_3 \times m_4 \times M_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_2 ——试样中游离氯离子质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_4 ——试样溶液中游离氯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);

w_{b2} ——标样中氯化钠质量分数的数值,单位为百分号(%);

M_2 ——氯离子摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M_2 = 35.5$;

A_3 ——标样溶液中氯离子峰面积的平均值;

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M_3 ——氯化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M_3 = 58.5$ 。

5.6.7 允许差

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 1,2-二氯乙烷质量分数

5.7.1 方法提要

试样用水溶解,用二氯甲烷萃取,以 *N,N*-二甲基甲酰胺为内标物,使用键合聚乙二醇的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 1,2-二氯乙烷进行气相色谱分离,内标法定量。本方法中 1,2-二氯乙烷定量限为 2.29 mg/L,样品中 1,2-二氯乙烷定量限为 0.002%。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.2.1 二氯甲烷:色谱级。

5.7.2.2 1,2-二氯乙烷标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

5.7.2.3 内标物:*N,N*-二甲基甲酰胺。

5.7.2.4 内标溶液:称取 0.2 g 的 *N,N*-二甲基甲酰胺于 1 000 mL 的容量瓶中,用二氯甲烷溶解,定容,摇匀。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器。

5.7.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)石英毛细柱,内壁键合聚乙二醇 20000,膜厚 0.25 μm。

5.7.4 气相色谱操作条件

5.7.4.1 柱温 40℃(保持 4.5 min),40℃/min 梯度升温至 200℃。

5.7.4.2 气化室 160℃。

5.7.4.3 检测室 280℃。

5.7.4.4 气体流量(mL/min):载气(N_2) 2.0、氢气 40、空气 400。

5.7.4.5 分流比:5:1。

5.7.4.6 进样体积:1.0 μL。

5.7.4.7 保留时间:1,2-二氯乙烷约 6.0 min,内标物约 7.6 min。

5.7.4.8 上述气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。典型的矮壮素原药与内标物的气相色谱图(测定 1,2-二氯乙烷)见图 4。

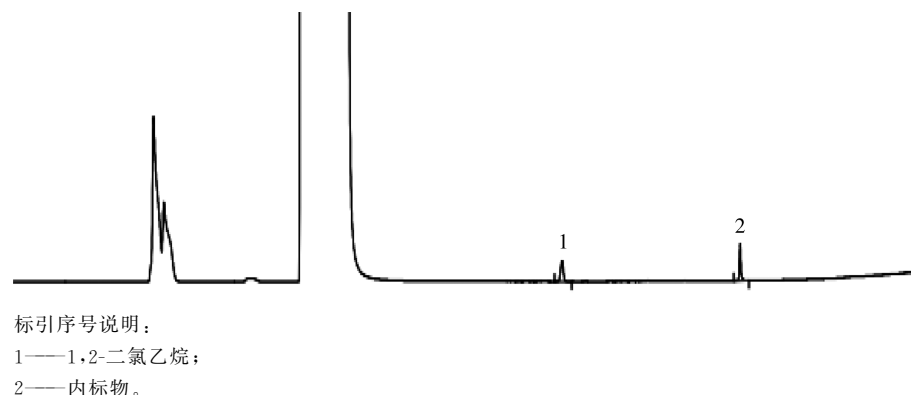


图 4 矮壮素原药与内标物的气相色谱图(测定 1,2-二氯乙烷)

5.7.5 测定步骤

5.7.5.1 标样溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 1 g)1,2-二氯乙烷标样,置于 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.7.5.2 试样溶液的配制

称取 10 g(精确至 0.000 1 g)矮壮素原药试样置于 250 mL 的分液漏斗中,加入 60 mL 水振摇使其溶解。用 70 mL 二氯甲烷分 3 次萃取,收集下层二氯甲烷层萃取液于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.7.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针 1,2-二氯乙烷与内标物的峰面积比相对变化小于 20%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

5.7.6 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 1,2-二氯乙烷的峰面积与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中 1,2-二氯乙烷的质量分数按公式(4)计算。

$$w_3 = \frac{r_2 \times m_5 \times w_{b3}}{r_1 \times m_6 \times n_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_3 ——1,2-二氯乙烷质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_2 ——试样溶液中 1,2-二氯乙烷峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_5 ——标样质量的数值,单位为克(g);

w_{b3} ——标样中 1,2-二氯乙烷的质量分数的数值,单位为百分号(%);

r_1 ——标样溶液中 1,2-二氯乙烷峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_6 ——试样质量的数值,单位为克(g);

n_2 ——标样稀释倍数, $n_2=20$ 。

5.7.7 允许差

2 次平行测定结果之相对差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.8 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定执行。

5.9 水不溶物

按 GB/T 28136—20161 中 3.3 的规定执行。

5.10 pH

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。出厂检验项目为第 4 章中外观、矮壮素质量分数、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。

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 的要求。

7.2 质量保证期

在 8.2 规定的储运条件下,矮壮素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、标签和包装

矮壮素原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;矮壮素原药的包装应采用清洁干燥的塑料桶包装。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的要求。

8.2 储运

矮壮素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)

矮壮素、1,2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 矮壮素

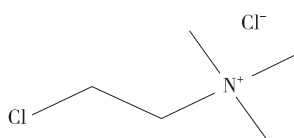
矮壮素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称:Chlormequat chloride;

——CAS 登录号:999-81-5;

——化学名称:2-氯乙基三甲基氯化铵;

——结构式:



——分子式: $C_5H_{13}Cl_2N$;

——相对分子质量:158.07;

——生物活性:植物生长调节;

——沸点:235 °C;

——蒸气压(20 °C):小于 1×10^{-2} mPa;

——溶解度(g/L):丙酮中小于 0.8,三氯甲烷中 0.4,二氯甲烷中小于 1.3,乙酸乙酯中小于 0.9,正己烷中小于 0.7,甲醇中大于 20;

——稳定性:极易吸潮,水溶液中稳定,在 230 °C 开始分解。

A.1 1,2-二氯乙烷

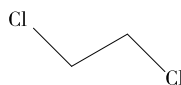
1,2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——英文名称:1,2-Dichloroethane;

——CAS 登录号:107-06-2;

——化学名称:1,2-二氯乙烷;

——结构式:



——分子式: $C_2H_4Cl_2$;

——相对分子质量:98.96。