



中华人民共和国国家标准

GB 28145—2011

赤霉酸可溶粉剂

Gibberellic acid water soluble powders

2011-12-30 发布

2012-04-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准起草单位:农业部农药检定所、江西新瑞丰生化有限公司、浙江钱江生物化学股份有限公司、上海同瑞生物科技有限公司。

本标准主要起草人:于荣、王小丽、李友顺、陈铁春、赵永辉、李国平、卢爱荪、朱建新、陈明磊。

赤霉酸可溶粉剂

1 范围

本标准规定了赤霉酸可溶粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由赤霉酸原药、载体和适宜的助剂加工而成的赤霉酸可溶粉剂。

注：赤霉酸的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的赤霉酸原药、载体和助剂制成，应为均匀的粉末。

3.2 技术指标

赤霉酸可溶粉剂应符合表 1 要求。

表 1 赤霉酸可溶粉剂控制项目指标

项 目	指 标			
	3%	10%	20%	40%
赤霉酸质量分数/%	3.0 ^{+0.3} _{-0.3}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
pH 值范围	3.0~7.0			
润湿时间/s	≤ 40			
溶解程度和溶液稳定性(通过 75 μm 标准筛)/%				
(5 min 后残余物)	≤ 5.0			
(18 h 后残余物)	≤ 1.0			
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤ 25			
热贮稳定性试验 ^a	合格			

^a 正常生产时热贮稳定性试验每三个月至少检测一次。

4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”方法进行。用随机法确定采样的包装件,最终抽样量应不少于 300 g。

4.3 鉴别试验

本鉴别试验可与赤霉酸质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中赤霉酸色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 赤霉酸质量分数的测定

4.4.1 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 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的赤霉酸进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

磷酸;
甲醇:色谱纯;
水:新蒸二次蒸馏水;
磷酸水溶液: $\Psi(\text{水}:\text{磷酸})=2\ 000:1$;
赤霉酸标样:已知质量分数 $w\geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器和定量进样阀;
色谱数据处理机或色谱工作站;
色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 ZORBAX EXTEND C_{18} 、5 μm 填充物(或具有同等效果的其他色谱柱);
微量进样器:100 μL ;
过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;
超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi(\text{甲醇}:\text{磷酸水溶液})=35:65$;
流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃);

检测波长:210 nm;

进样体积:10 μL。

保留时间:赤霉酸约 8.2 min。

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。典型的赤霉酸可溶粉剂高效液相色谱图见图 1。

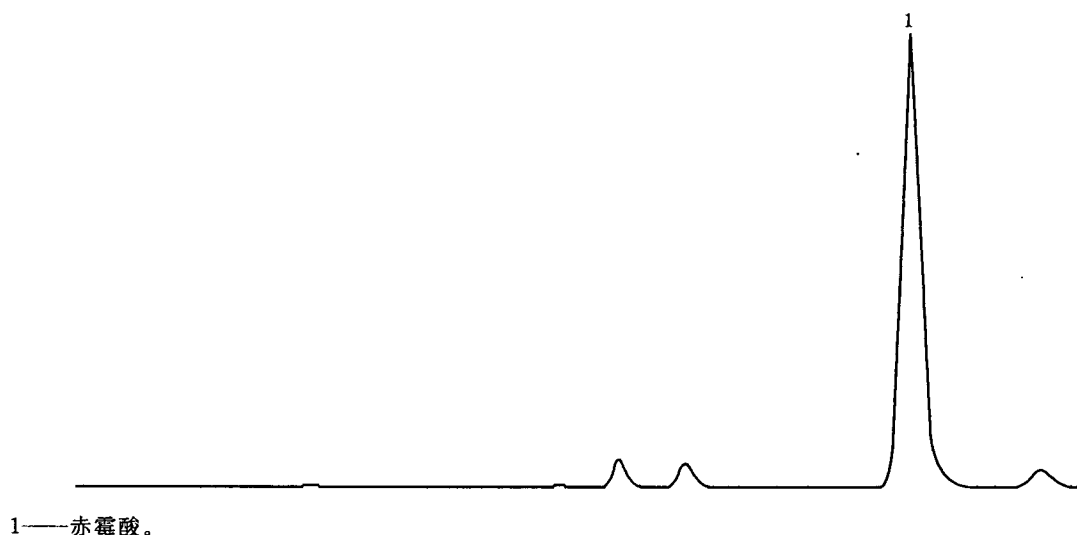


图 1 赤霉酸可溶粉剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取赤霉酸标样约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,先加 35 mL 甲醇溶解,再用磷酸水溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含赤霉酸约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,先加 35 mL 甲醇溶解,再用磷酸水溶液稀释至刻度,摇匀。用 0.45 μm 孔径滤膜过滤。

4.4.5.3 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,直至相邻两针赤霉酸峰面积相对变化小于 1.5%后,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 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赤霉酸峰面积分别进行平均。试样中赤霉酸的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_2 ——试样溶液中,赤霉酸峰面积的平均值;

- m_1 ——赤霉酸标样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中赤霉酸的质量分数,%;
- A_1 ——标样溶液中,赤霉酸峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差,对于3%的赤霉酸可溶粉剂,应不大于0.2%,对于10%和20%的赤霉酸可溶粉剂,应不大于0.6%,对于40%的赤霉酸可溶粉剂,应不大于0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.7 溶解程度和溶液稳定性的测定

4.7.1 方法提要

溶解程度是将可溶粉剂溶于25℃的标准水中,颠倒15次,静置5 min,用75 μm标准筛过滤,定量测定筛上残余物。溶液稳定性的测定是将该溶液静置18 h后,再次用75 μm试验筛过滤,定量测定筛上残余物。

4.7.2 仪器

标准筛:孔径75 μm,直径76 mm;

具塞量筒:250 mL(0 mL~250 mL 刻度之间距离为20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线与塞子底部距离为4 cm~6 cm)。

4.7.3 试样溶液的制备

在250 mL量筒中加入2/3的标准硬水,将其温热至25℃,加入3 g样品,加标准硬水至刻度。盖上塞子。静置30 s,用手颠倒量筒15次(180°),复位,颠倒、复位一次所用时间应不超过2 s。

4.7.4 5 min后试验

将量筒中的试样溶液静置5 min±30 s后,倒入已恒重的75 μm标准筛上,将滤液收集到500 mL烧杯中,留作下一步试验。用20 mL蒸馏水洗涤量筒5次,将所有不溶物定量转移到筛上,弃去洗涤液,检查筛上的残余物。如果筛上有残余物,将筛于60℃下干燥至恒重,称量。

4.7.5 18 h后试验

将滤液静置18 h后,仔细观察烧杯中滤液是否有沉淀。如果有不溶物,再将该溶液用已恒重的75 μm标准筛过滤,用100 mL蒸馏水洗涤试验筛。如果筛上有固体或结晶存在,将筛于60℃下干燥至恒重,称量。

4.7.6 计算

5 min后残余物的质量分数 w_2 (%)和18 h后残余物的质量分数 w_3 (%),分别按式(2)和式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——5 min 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);
- m_2 ——5 min 后试样中筛子和残余物的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 ——18 h 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);
- m_2 ——18 h 后试样中筛子和残余物的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.8 持久起泡性试验

4.8.1 方法提要

将 1 g 试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.8.2 试剂

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。

4.8.3 仪器

具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0 mL~250 mL 刻度之间距离为 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线与塞子底部距离为 4 cm~6 cm);

工业天平:感量 0.1 g,载量 500 g。

4.8.4 测定步骤

在量筒中加入 180 mL 标准硬水,称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加标准硬水至距离量筒塞底部 9 cm 的刻度线处,盖上塞子,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2s)。放在试验台上静置 1 min,记录泡沫体积。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后,赤霉酸质量分数应不低于热贮前质量分数的 95%。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签

赤霉酸可溶粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 包装

赤霉酸可溶粉剂应用清洁、干燥、密封的聚乙烯塑料袋或铝箔袋包装。外包装为瓦楞纸板箱,每箱

净含量不应超过 25 kg。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 的规定。

5.3 贮运

赤霉酸可溶粉剂包装件应贮存在通风、阴凉、干燥的库房中,防火、防潮,不得在露天及与有毒物质,易燃易爆物及碱性物质一起堆放。不应与食物、种子、饲料混放。

贮运时,严防潮湿和日晒,避免撞击和雨淋,远离火种。

5.4 安全

本品属低毒类植物生长调节剂。在使用说明书或包装容器上,除要有相应醒目的“低毒”标志外,还应有以下说明:稀释兑水时切勿将本品一次性稀释至使用浓度;本品在偏酸和中性溶液中稳定,切忌与碱性物质混用。如发生中毒,应请医生治疗。

5.5 保证期

在规定的贮运条件下,赤霉酸可溶粉剂的保证期,从生产日期算起为两年。

附录 A
(资料性附录)

赤霉酸的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分赤霉酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

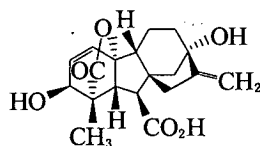
ISO 通用名称: Gibberellic acid

CIPAC 数字代码: 307

CAS 登录号: 77-06-5

化学名称: (1 α , 2 β , 4 α , 4 β , 10 β)-2, 4a, 7-三羟基-1-甲基-8-亚甲基赤霉-3-烯-1, 10-二羧酸-1, 4a-内酯

结构式:



实验式: C₁₉H₂₂O₆

相对分子质量: 346.4

生物活性: 植物生长调节

熔点: 223 °C ~ 225 °C (分解)

溶解度: 水 5 g/L (室温)。可溶于甲醇、乙醇、丙酮、碱性水溶液, 微溶于二乙醚和乙酸乙酯, 难溶于氯仿。其钾、钠、铵盐易溶于水 (钾盐 50 g/L)

稳定性: 室温时, 在干燥状态下稳定, 在水溶液或含酒精的水性溶液中缓慢降解, DT₅₀ (20 °C) 约 14 d (pH 3~4), 14 d (pH 7), 在碱金属中会转化为生物活性较低的化合物, 遇热分解。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
赤 霉 酸 可 溶 粉 剂
GB 28145—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

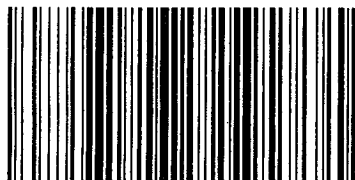
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44688 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB 28145-2011