

中华人民共和国国家标准

GB 28146—2011

3% 赤霉酸乳油

3% Gibberellic acid emulsifiable concentrates

自2017年3月23日起，本标准转为推荐性标准，编号改为GB/T 28146-2011。

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

根据中华人民共和国国家标准公告(2017年第7号)和强制性标准整合精简结论,本标准自2017年3月23日起,转为推荐性标准,不再强制执行。

GB 28146—2011

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、上海同瑞生物科技有限公司、浙江钱江生物化学股份有限公司、江西新瑞丰生化有限公司。

本标准主要起草人:于荣、王小丽、李友顺、陈铁春、赵永辉、姜宜飞、陈明磊、朱建新、万国仁。

3% 赤 霉 酸 乳 油

1 范围

本标准规定了 3% 赤霉酸乳油的要求、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与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的 3% 赤霉酸乳油。

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 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

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

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的赤霉酸原药制成，为稳定的均相油状液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

3% 赤霉酸乳油应符合表 1 要求。

表 1 3% 赤霉酸乳油控制项目指标

项 目	指 标
赤霉酸质量分数/%	$3.0^{+0.3}_{-0.3}$
水分质量分数/% $\leq$	5.0
pH 值范围	2.5~4.5
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^a	合格
^a 低温稳定性试验、热贮稳定性试验在正常生产时，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“液体制剂采样”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 200 mL。

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 3%赤霉酸乳油高效液相色谱图见图 1。

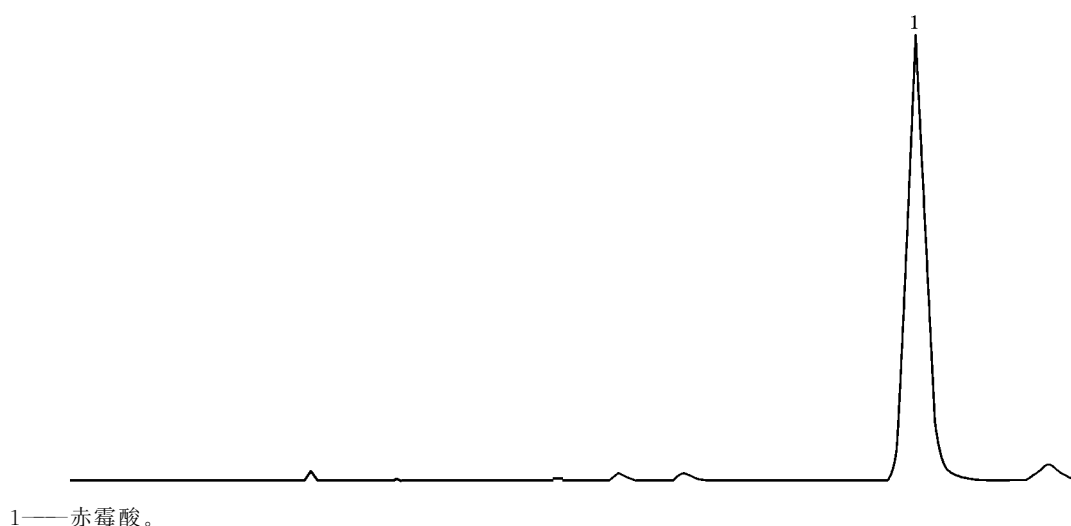


图 1 3%赤霉酸乳油的高效液相色谱图

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,应不大于0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行试验。在量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析出物的体积不超过0.3 mL为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”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%;乳液稳定性仍应符合标准要求。

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

3%赤霉酸乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 包装

3%赤霉酸乳油应用带有内塞和外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为100 mL(g)、200 mL(g)、500 mL(g);外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量不超过15 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 4838 的规定。

5.3 贮运

3%赤霉酸乳油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。使用本品应戴好防护手套、口罩,穿干净防护服。使用时不得与碱性物品相混,不可与氨水、石硫合剂、纯碱等混合。随用随配,一经配成水溶液不可久存。使用后应立即用清水洗净。如发生中毒现象,应及时去医院治疗。

5.5 保证期

在规定的贮运条件下,3%赤霉酸乳油的保证期,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：

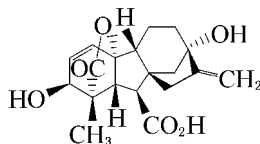
ISO 通用名称：Gibberellic acid

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, 4 α , 7-三羟基-1-甲基-8-亚甲基赤霉-3-烯-1, 10-二羧酸-1, 4 α -内酯

结构式：



实验式： $C_{19}H_{22}O_6$

相对分子质量：346.4

生物活性：植物生长调节

熔点：223 $^{\circ}\text{C}$ ~ 225 $^{\circ}\text{C}$ (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， DT_{50} (20 $^{\circ}\text{C}$) 约 14 d (pH3~4), 14 d (pH7)，在碱金属中会转化为生物活性较低的化合物，遇热分解。