



中华人民共和国国家标准

GB 15955—2011
代替 GB 15955—1995

赤霉酸原药

Gibberellic acid technical material

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。

本标准自实施之日起,代替 GB 15955—1995《赤霉素原药》。

本标准与 GB 15955—1995《赤霉素原药》的主要差异为:

——“赤霉素”改为“赤霉酸”;

——取消了分等分级;

——赤霉酸质量分数改为 $\geq 90.0\%$;

——干燥减量由“ $\leq 1.0\%$ ”改为“ $\leq 0.5\%$ ”;

——比旋光度改为比旋光本领 $\alpha_m(20\text{ }^{\circ}\text{C}, D) \geq +80(^{\circ}) \cdot \text{m}^2/\text{kg}$ 。

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协会提出。

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、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、江西新瑞丰生化有限公司。

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

赤 霉 酸 原 药

1 范围

本标准规定了赤霉酸原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由赤霉酸及其生产中产生的杂质组成的赤霉酸原药。

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 613—2007 化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法

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

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由赤霉酸及其生产中产生的杂质组成，应为白色至微浅黄色结晶粉，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 项目和指标

赤霉酸原药应符合表 1 要求。

表 1 赤霉酸原药控制项目指标

项 目	指 标
赤霉酸质量分数/% $\geq$	90.0
干燥减量/% $\leq$	0.5
比旋光本领 $\alpha_m(20\text{ }^{\circ}\text{C}, D)/[(^{\circ}) \cdot \text{m}^2/\text{kg}]$ $\geq$	+80

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”方法进行。用随机法确定采样的包装件，最终抽样量不少于 100 g。

4.2 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。

4.3 赤霉酸质量分数的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂和溶液

磷酸:分析纯;

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 $w\geq 98.0\%$ 。

4.3.3 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 80Å EXTEND C_{18} 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。

4.3.4 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 $^{\circ}\text{C}$);

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。典型的赤霉酸原药高效液相色谱图见图 1。



图1 赤霉酸原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 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。

4.3.5.2 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。

4.3.5.3 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。

4.3.6 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:

- w_1 —— 试样中赤霉酸的质量分数, 以 % 表示;
- A_2 —— 试样溶液中, 赤霉酸峰面积的平均值;
- m_1 —— 赤霉酸标样质量的数值, 单位为克(g);
- w —— 标样中赤霉酸的质量分数, 以 % 表示;
- A_1 —— 标样溶液中, 赤霉酸峰面积的平均值;
- m_2 —— 试样质量的数值, 单位为克(g)。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差, 应不大于 1.5%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器和器具

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径50 mm,高20 mm;

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入105℃±2℃的烘箱中烘1 h,然后放入干燥器中冷却至室温称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在称量瓶中称入1 g 试样(铺平称量,精确至0.000 2 g)。将称量瓶放入烘箱中,不加盖烘1 h,盖上盖,取出并放入干燥器中冷却至室温称量(精确至0.000 2 g)。

4.4.3 计算

试样的干燥减量按式(2)计算:

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

式中:

w_2 ——干燥减量,以%表示;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 比旋光本领的测定

按GB/T 613—2007 规定进行。其中待测溶液为赤霉酸原药的乙醇溶液,浓度为0.1 g/mL。如溶解后发现样品混浊,应用快速定量滤纸过滤后测定。试样的比旋光本领 $\alpha_m(20^\circ\text{C}, D)$ [$^\circ \cdot \text{m}^2/\text{kg}$],按式(3)计算:

$$\alpha_m(20^\circ\text{C}, D) = \frac{100 \cdot \alpha \cdot V}{m(1 - 0.01w_2)l} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

α ——测得的旋光角,单位为度($^\circ$);

V ——试样的稀释体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——试样的干燥减量,以%表示;

l ——旋光管长度,单位为分米(dm)。

4.6 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签

赤霉酸原药的标志、标签和包装,应符合GB 3796 的规定。

5.2 包装

赤霉酸原药宜用清洁、干燥的内衬塑料袋的铁桶、纸板桶、塑料桶或铝箔袋包装,每件净含量一般为 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

赤霉酸原药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 验收期

赤霉酸原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标应符合标准要求。

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：

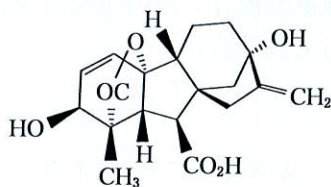
ISO 通用名称：Gibberellic acid

CIPAC 数字代码：307

CAS 登录号：77-06-5

化学名称：(1 α , 2 β , 4 $\alpha\alpha$, 4 $\beta\beta$, 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 ℃~225 ℃(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 ℃) 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。