

中华人民共和国国家标准

GB 15955—1995

赤 霉 素 原 药

Gibberellins technical

赤霉素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：gibberellins

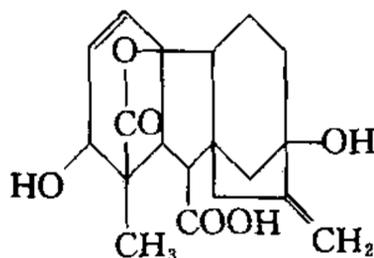
商品名称：赤霉素结晶粉，920

CIPAC 数字代号：307

有效成分：赤霉酸 GA_3

化学名称：2B,4a,7-三羟基-1-甲基-8-亚甲基-4aa,46. 2B-赤霉-3-烯-1a,10B-二羧酸-1.4a-内酯。

结构式：



经验式： $C_{19}H_{22}O_6$

相对分子质量：346.37(按1991年国际相对原子质量计)

生物性质：植物生长调节剂

熔点：223~225℃(分解)

溶解度：水为5 g/L。易溶于醇类、丙酮、乙酸乙酯等有机溶剂中，还可溶于碳酸氢钠及pH6.2的磷酸缓冲溶液。

稳定性：在干燥状态下稳定，在酸性溶液中也较稳定，遇碱易分解。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了赤霉素原药的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由赤霉素及其生产中产生的杂质组成的赤霉素原药。赤霉素原药应无外来杂质。

2 引用标准

GB/T 613 化学试剂 比旋光度测定通用方法

GB/T 1604 农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观

白色至微黄色结晶粉。

国家技术监督局1995-12-21批准

1996-08-01实施

3.2 赤霉素原药应符合下表指标要求：

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
赤霉素 GA ₃ 含量, %	> 90.0	80.0	75.0
干燥减量, %	< 1.0	1.0	1.0
比旋光度 [α] _D ²⁰	> +75	+70	+68

4 试验方法

除另有说明,本试验所使用的试剂均为分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 中的三级水。

4.1 外观的检查

目视观察法。

4.2 赤霉素 GA₃ 含量的测定

4.2.1 鉴别试验

4.2.1.1 鉴别试验 1

本鉴别试验可与赤霉素 GA₃ 含量的测定法同时进行。

4.2.1.2 鉴别试验 2

取本品少许溶于 2 mL 浓硫酸中,应形成带绿色莹光的微红色溶液。

4.2.2 高压液相色谱法

4.2.2.1 方法提要

试样用甲醇溶解,用 C₁₈ 反相液相色谱柱进行分离,紫外检测器测定,流动相为甲醇+水+甲酸,采用外标法测定赤霉素 GA₃ 含量。

4.2.2.2 试剂和溶液

甲醇(GB/T 683);

甲酸(HG/T 1296);

蒸馏水:二次重蒸;

赤霉素 GA₃ 标样:已知含量 98% 以上。

4.2.2.3 仪器

高效液相色谱仪:带可调波长紫外检测器;

色谱柱:长 150 mm,内径 4.6 mm,内装 ODS—C₁₈(5 μ);

数据处理机;

微量注射器:50 μL。

4.2.2.4 色谱操作条件

柱温:室温;

检测波长:210 nm;

流动相:甲醇+水+甲酸=40+60+0.05(V/V);

流速:0.8 mL/min;

进样量:20 μL(定量管进样);

保留时间:GA₃ 约 7.8 min;

液相色谱图见图 1。

(上述所提供的液相色谱操作条件,分析者可根据仪器的特点,作适当调整,以期获得最佳分离条件)。

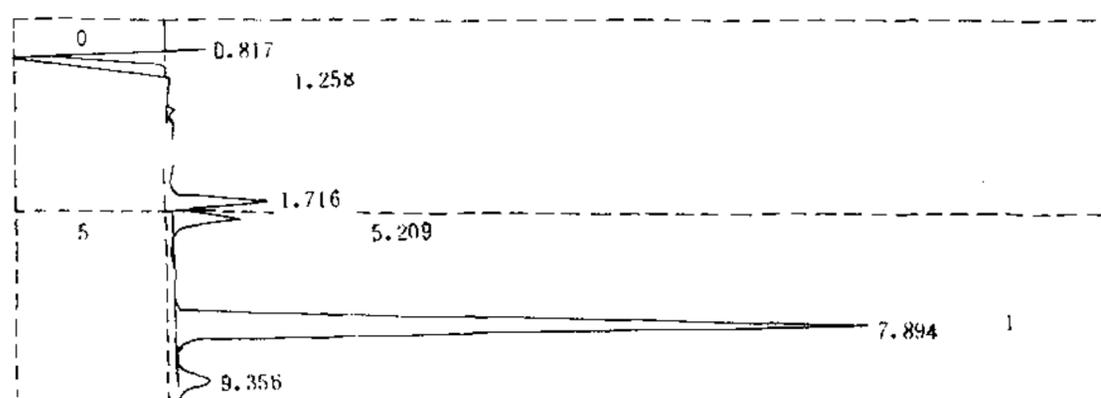


图1 赤霉酸 GA₃ 液相色谱图

图中 1 为赤霉酸 GA₃

4.2.2.5 标样溶液的配制

称取赤霉酸 GA₃ 标样 0.08 g(准确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确吸取该溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,以流动相稀释至刻度,摇匀,备用。

4.2.2.6 赤霉素原药试样的配制

称取试样 0.1 g(准确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确吸取该溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,以流动相稀释至刻度,摇匀,备用。

4.2.2.7 测定

在 5.2.2.4 条色谱条件下,待仪器稳定后,先注入数针标准溶液,直至相邻两针峰面积之差小于 1.5%后,按下列顺序进样分析:标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液。

4.2.2.8 计算

试样中赤霉酸 GA₃ 的质量百分含量 X₁,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot W}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中: A₁——前后两次进样测得的同一标样溶液中 GA₃ 峰面积平均值;
 A₂——前后两次进样测得的同一试样溶液中 GA₃ 峰面积平均值;
 m₁——GA₃ 标样的称样量, g;
 m₂——试样的称样量, g;
 W——GA₃ 标样的百分含量。

4.2.2.9 允许差

二次测定结果之差不大于 1.5%。

4.3 干燥减量的测定

4.3.1 仪器和设备

扁形称量瓶:φ40 mm
 电热恒温干燥箱:±2℃

4.3.2 测定步骤

称取混合均匀的试样约 18(准确至 0.000 2 g),于预先称重的称量瓶中,将此瓶放入 105℃±2℃ 恒温箱内干燥,1 h 后取出,于干燥器中冷却 1 h 后称重。

干燥减量%(X₂)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中： m_4 ——干燥后试样的质量，g；
 m_3 ——试样的质量，g。

4.4 比旋光度的测定

按 GB/T 613 进行，其中乙醇溶液的浓度为 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。结果按式(3)计算：

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{(\alpha_1 - \alpha_0) \cdot V}{m_5(1 - 0.01X_2)l} \dots\dots\dots(3)$$

式中： $[\alpha]_D^{20}$ ——20℃时用钠光谱 D 线波长测定时的比旋光度；
 α_1 ——试样的旋光度；
 α_0 ——空白溶液的旋光度；
 V ——试样的稀释体积，mL；
 m_5 ——试样的质量，g；
 X_2 ——试样的干燥减量，%；
 l ——旋光管长度，dm。

5 检验规则

5.1 取样方法

按照 GB/T 1605 中取样。用随机方法确定取样的包装件，最终取样量一般应不小于 20 g。

5.2 验收规则

按照 GB/T 1604 进行验收。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 赤霉素原药的包装及其标志应符合 GB 3796 中的有关规定，并加商标。

6.2 赤霉素原药以小塑料袋包装。每袋 1 g。每 100 g 为一盒。每 20 盒为一箱。

6.3 根据用户要求或供需双方达成协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的有关规定。

6.4 运输时应避免撞击和雨淋，远离火种。搬运装卸时小心轻放。

6.5 包装件应贮存于阴凉、干燥处、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。

6.6 保证期：在规定的贮存条件下，对包装完好的赤霉素原药的保证期，从生产日期算起，至少为两年，在保证期内，赤霉酸 GA₃ 含量应符合本标准的指标要求。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由上海市农药研究所负责起草。

本标准主要起草人叶文炳、徐凤宝、郭继文、薛连娣、吴翔、黄文孝。