



# Q/370125AWT

山东奥维特生物科技有限公司企业标准

Q/370125AWT 033-2020

0.3%赤霉酸·氯吡脲可溶液剂

2016-01-04 发布

2016-02-01 实施

山东奥维特生物科技有限公司 发布



本标准附录 A 为资料性附录。  
本标准由山东奥维特生物科技有限公司起草。  
本标准由山东奥维特生物科技有限公司提出。  
本标准主要起草人：王庆国、李艳华、陈涛。  
本标准首次发布日期：2016 年 1 月。

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月09日 14点43分

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月09日 14点43分



## 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂

### 1 范围

本标准规定了 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保质期。

本标准适用于由赤霉酸和氯吡脞原药与适宜溶剂、助剂等配制成的 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂。

注：赤霉酸和氯吡脞的其他名称、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 值得测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605-2001 商品农药采样方法

GB3796 农药包装通则

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

GB/T 28137-2011 农药持久起泡性测定方法

### 3 要求

#### 3.1 组成和外观

本品应由符合标准的赤霉酸原药、氯吡脞原药和适宜溶剂、助剂制成，应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

#### 3.2 技术指标

0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂应符合表 1 的要求。

表 1 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标
赤霉酸质量分数/%	0.2±0.03
氯吡脞质量分数/%	0.1±0.015
水分/% ≤	0.5
pH 值范围	5~7
持久起泡性（1min 后）/mL ≤	25
稀释稳定性	合格
低温稳定性 <sup>a</sup>	合格
热贮稳定性 <sup>a</sup>	合格
注：a 正常生产时低温稳定性、热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。	



## 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 抽样

按 GB/T1605-2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 200mL。

### 4.2 鉴别试验

本鉴别试验可与赤霉酸质量分数、氯吡脞质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液中赤霉酸色谱峰的保留时间与标样中赤霉酸色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内；试样溶液中氯吡脞色谱峰的保留时间与标样中氯吡脞色谱峰的保留时间，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 C18 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器，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；

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

赤霉酸标样：已知赤霉酸质量分数  $\omega \geq 98.0\%$ ；

磷酸水溶液： $\Psi(\text{水}:\text{磷酸})=2000:1$ 。

#### 4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有二极阵列检测器和定量进样阀；

色谱工作站；

色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ODS-SP C18、5 $\mu\text{m}$  填充物（或具有同等效果的其他色谱柱）；

100 $\mu\text{L}$  微量进样器；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 $\mu\text{m}$ ；

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：0.8 mL/min；

柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）；

检测波长：210nm；

进样体积：10  $\mu\text{L}$ ；

保留时间：赤霉酸约 15.3min。

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，对给定的参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 0.3% 赤霉酸·氯吡脞可溶液剂中赤霉酸高效液相色谱图见图 1。

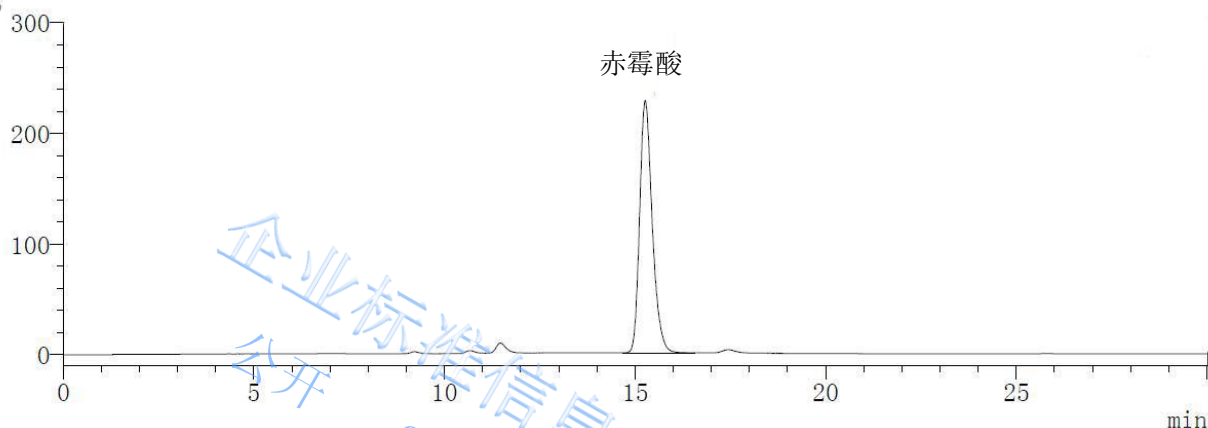


图 1 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂中赤霉酸的高效液相色谱图

#### 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 0.05g (精确至 0.0002g), 置于 100mL 容量瓶中, 先加 35mL 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 0.05g 的试样 (精确至 0.0002g), 置于 100mL 容量瓶中, 先加 35mL 甲醇溶解, 再用磷酸水溶液稀释至刻度, 摇匀。用 0.45 $\mu$ m 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 $\omega_1$  (%) 按公式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega_3}{A_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (1)$$

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);

$A_1$ ——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);

$\omega_3$ ——赤霉素标样的质量分数。

##### 4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差, 应不大于 0.2%, 其算术平均值作为测定结果。

#### 4.4 氯吡脞质量分数的测定

##### 4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解, 以甲醇-水溶液为流动相, 使用以 C18 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 对试样中的氯吡脞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



甲醇：色谱纯；  
水：新蒸二次蒸馏水；  
氯吡脞标样：已知氯吡脞质量分数 $\omega \geq 97.0\%$ 。

#### 4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有二极管阵列检测器和定量进样阀；  
色谱工作站；  
色谱柱：250mm $\times$ 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ODS-SP C18、5 $\mu$ m 填充物（或具有同等效果的其他色谱柱）；  
100 $\mu$ L 微量进样器；  
过滤器：滤膜孔径约 0.45 $\mu$ m；  
超声波清洗器。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水溶液）=70:30；  
流量：0.8 mL/min；  
柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C）；  
检测波长：263nm；  
进样体积：10  $\mu$ L；  
保留时间：氯吡脞约 8.3min。

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，对给定的参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 0.3 赤霉·氯吡脞可溶液剂中氯吡脞高效液相色谱图见图 2。

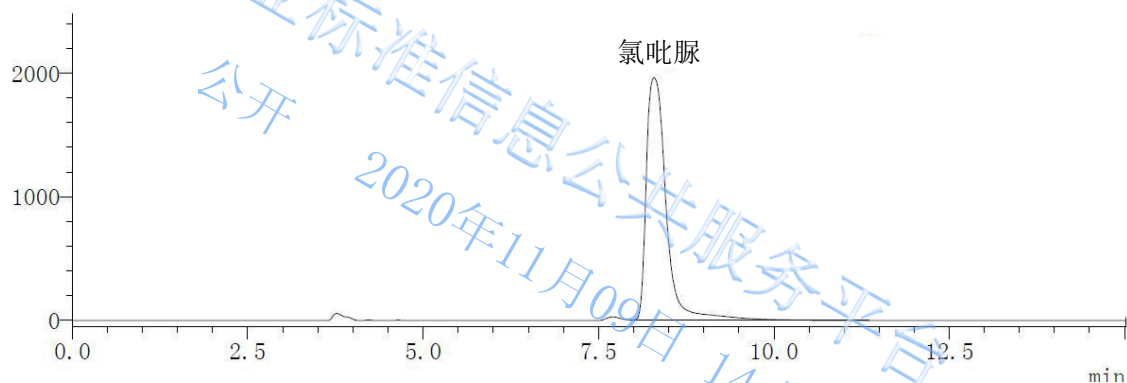


图 2 0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂中氯吡脞的高效液相色谱图

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的配制

称取氯吡脞标样约 0.05g（精确至 0.0002g），置于 100mL 容量瓶中，先加 35mL 流动相超声溶解，再用流动相稀释至刻度，摇匀。

##### 4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含氯吡脞约 0.05g 的试样（精确至 0.0002g），置于 100mL 容量瓶中，先加 35mL 流动相超声溶解，再用流动相稀释至刻度，摇匀。用 0.45 $\mu$ m 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，直至相邻两针氯吡脞峰面积相对变小



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氯吡脞峰面积分别进行平均。试样中氯吡脞的质量分数 $\omega_2$  (%)按公式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_4 \cdot m_3 \cdot \omega_4}{A_3 \cdot m_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_4$ ——试样溶液中,氯吡脞峰面积的平均值;

$m_3$ ——氯吡脞标样的质量,单位为克(g);

$A_3$ ——标样溶液中,氯吡脞峰面积的平均值;

$m_4$ ——试样的质量,单位为克(g);

$\omega_4$ ——氯吡脞标样的质量分数。

#### 4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.2%,其算术平均值作为测定结果。

#### 4.5 水分的测定

按照 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

#### 4.6 pH 值的测定

按照 GB/T 1601 进行。

#### 4.7 稀释稳定性

##### 4.7.1 试剂和仪器

标准硬水:  $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\text{mg/L}$ ,  $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ,按 GB/T 14825 配制。

量筒: 100mL。

##### 4.7.2 试验步骤

用移液管吸取 0.5mL 试样,置于 100mL 量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀,将此量筒放入  $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  恒温水浴中,静置 1h,稀释液均匀,无析出物为合格。

#### 4.8 持久起泡性

按照 GB/T 28137-2011 进行。

#### 4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。析出物不超过 0.3mL 为合格。

#### 4.10 热贮稳定性

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后赤霉酸和氯吡脞的质量分数不低于热贮前的 95%,水分、pH 值、持久起泡性和稀释稳定性仍满足本标准要求,则为合格。

#### 4.11 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



0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂的标志、标签和包装应符合 GB4838 的规定。

## 5.2 包装

0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂应用洁净、干燥的塑料瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量为 10mL、50mL、100mL、200mL、500mL；外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量不超过 15kg。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 GB4838 的规定。

## 5.3 贮运

0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液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，0.3%赤霉酸·氯吡脞可溶液剂的保证期，从生产日期算起为两年。

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月09日 14点43分



## 附录 A

(资料性附录)

### 1. 赤霉酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

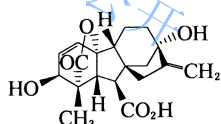
ISO 通用名称: Gibberellic acid;

CIPAC 数字代码: 307;

CAS 登录号: 77-06-5;

化学名称: 2B,4A,7-三羟基-1-甲基-8-亚甲基-4AA;

结构式:



实验式: C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>O<sub>6</sub>;

相对分子质量: 346.4;

生物活性: 植物生长调节;

熔点: 223~225°C (分解);

溶解度: 水 5g/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 50g/L);

稳定性: 室温时, 在其干燥状态下稳定, 在水溶液或含有酒精的水性溶液中缓慢降解, DT<sub>50</sub> (20°C) 约 14d (pH7), 在碱金属中会转化为生物活性较低的化合物, 遇热分解。

### 2. 氯吡脞的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

本产品有效成分氯吡脞的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: Forchlorfenuron;

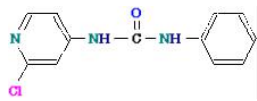
化学名称: 1-(2-氯-4-吡啶)-3-苯基脞;

CAS 登录号: 68157-60-8;

实验式: C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>3</sub>O;

相对分子质量 247.68;

结构式:



熔点: 170~172°C;

沸点: 308.4°C (760 mmHg);

闪点: 140.3°C;

密度: 1.415g/cm<sup>3</sup>;

溶解性: 水 (39 mg/L, 21°C), 甲醇: 119 g/L (20°C), 乙醇: 149 g/L (20°C), 异丙醇: 74.0 g/L (21°C), 丙酮: 127 g/L (20°C), 氯仿: 2.7 g/L (20°C), 乙酸乙酯: 24.0 g/L (21°C), 二氯甲烷: 1.0 g/L (21°C), 甲苯: 0.108 g/L (21°C)。