

团 体 标 准

T/ZNX 006—2021

0.15% 植物源芸苔素内酯乳油

0.15% Plant-Derived Brassinolide EC

2021-01-07 发布

2021-0-15 实施

浙江省农药工业协会 发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
3.1 植物源芸苔素内酯 (Plant-derived brassinolide).....	1
4 要求.....	1
4.1 外观.....	1
4.2 技术指标.....	1
5 试验方法.....	2
5.1 一般规定.....	2
5.2 抽样.....	2
5.3 鉴别试验.....	2
5.4 芸苔素内酯质量分数的测定.....	2
5.5 水分的测定.....	4
5.6 pH 值的测定.....	4
5.7 乳液稳定性试验.....	4
5.8 低温稳定性试验.....	4
5.9 热储稳定性试验.....	4
5.10 持久起泡性试验.....	4
5.11 有害溶剂质量分数的测定.....	4
6 检验规则.....	5
6.1 出厂检验.....	5
6.2 型式检验.....	5
6.3 判定规则.....	5
7 验收和质量保证期.....	5
7.1 验收.....	5
7.2 质量保证期.....	5
8 标志、标签、包装、储运、安全.....	5
8.1 标志、标签、包装.....	5
8.2 储运.....	5
8.3 安全.....	5
附 录 A (资料性) 植物源芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数.....	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由浙江省农药工业协会提出。

本文件由浙江省农药工业协会归口。

本文件起草单位：浙江省义乌市皇嘉生化有限公司。

本文件主要起草人：丁自强，黄坚强，方天荣，丁先锋，丁倩芸，蒋淑兰。

APIZJ 团体标准

0.15% 植物源芸苔素内酯乳油

1 范围

本文件规定了从植物原料萃取制备的0.15%芸苔素内酯乳油的要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运和安全。

本文件适用于从植物原料萃取制备的芸苔素内酯与助剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的0.15%芸苔素内酯乳油。

注：植物源芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1600-2001 农药水分测定方法
- GB/T 1601-1993 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1603-2001 农药乳液稳定性测定方法
- GB/T 1604-1995 商品农药验收规则
- GB/T 1605-2001 商品农药采样方法
- GB 4838-2018 农药乳油包装
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136-2003 农药热储稳定性测试方法
- GB/T 19137-2003 农药低温稳定性测试方法
- GB/T 28137-2011 农药持久起泡性测定方法
- HG/T 4576-2013 农药乳油中有害溶剂限量
- NY/T 2989-2016 农药持久起泡性指标

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 植物源芸苔素内酯 (Plant-derived brassinolide)

从植物原料提取，具有芸苔素内酯特异性的分子结构，即B环有特异性的7员内酯结构，并在A环和侧链中分别有一对邻位的羟基。

4 要求

4.1 外观

棕色油状液体。

4.2 技术指标

0.15%植物源芸苔素内酯乳油应符合表1的要求。

表1 0.15%植物源芸苔素内酯乳油控制项目指标

项 目	指 标
芸苔素内酯的质量分数/%	15 ^{+0.03} _{-0.03}
水分/%	≤2.0
pH 值范围 (1% 水溶液)	4.0~7.0
乳液稳定性 (稀释 200 倍)	合格
低温稳定性	合格
热储稳定性	合格
持久起泡性 (1 min 后) /mL	≤40
注：正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性，每 6 个月至少测定一次。	

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605-2001 中“液体制剂的采样”方法进行，用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量一般不少于 250 mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——鉴别试验可与芸苔素内酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下，试样溶液芸苔素内酯的色谱峰的保留时间与标样溶液中芸苔素内酯色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 芸苔素内酯质量分数的测定

5.4.1 方法提要

称取试样，加入苯硼酸溶液，25℃超声水浴反应 15 min，定容后以乙腈+水为流动相，使用 C₁₈ 键合固定相为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 222 nm 下，对试样中芸苔素内酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 乙腈：色谱纯，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

5.4.2.2 水：新制二次蒸馏水，0.45 μm 微孔滤膜过滤。

5.4.2.3 苯硼酸乙腈溶液：2.0 mg/mL。

5.4.2.4 植物源芸苔素内酯原油标样。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器。

5.4.3.2 色谱数据处理机。

5.4.3.3 色谱柱：4.6 mm×250 mm 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 键合固定相。

5.4.3.4 微量进样器：50 μL。

5.4.3.5 超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

5.4.4.1 流动相：体积比 Ψ （乙腈：水）= 90:10，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.4.4.2 流速：0.7 mL/min。

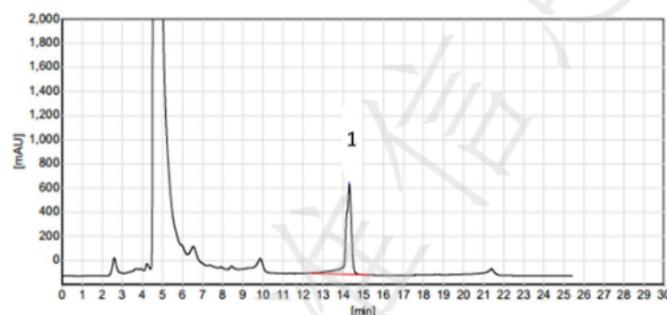
5.4.4.3 柱温：37℃（温度变化应不大于2℃）。

5.4.4.4 检测波长：222 nm。

5.4.4.5 进样体积：20 μ L。

5.4.4.6 保留时间：植物源芸苔素内酯的保留时间约 14 min。

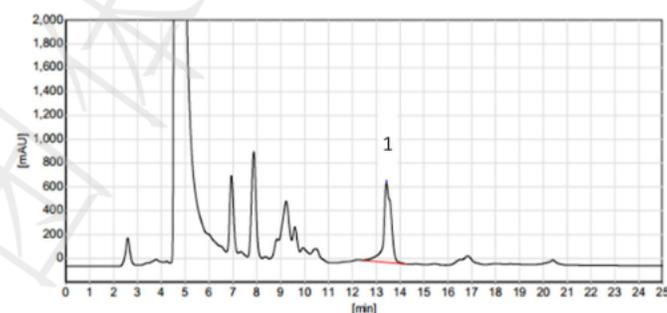
上述液相色谱条件，系典型操作参数。分析者可根据不同仪器特点，对上述操作参数作适当调整，以获得最佳效果。典型的植物源芸苔素内酯标样及植物源芸苔素内酯乳油的高效液相色谱图见图 1、图 2。



说明：

1—植物源芸苔素内酯。

图 1 植物源芸苔素内酯标样的高效液相色谱图



说明：

1—植物源芸苔素内酯。

图 2 植物源芸苔素内酯乳油的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取植物源芸苔素内酯的原油标样溶液（母药）0.020 g（精确至 0.0001 g），置于 25 mL 比色管中，加入浓度为 2.0 mg/mL 的苯硼酸乙腈溶液 5 mL，在 25℃ 超声水浴中反应 30 min。反应完毕，用乙腈定容到 10 mL 刻度，摇匀，经 0.45 μ m 微孔滤膜（有机系）过滤。

5.4.5.2 试样溶液的制备

将随机抽样的样品置于 500 mL 烧杯中，用水浴加热至 45℃ 搅均，然后取样进行测试。

称取 0.15% 植物源芸苔素内酯乳油试样约 0.100 g（精确至 0.0001 g），置于 25 mL 比色管中，加入浓度为 2.0 mg/mL 的苯硼酸乙腈溶液 5 mL，在 25℃ 超声水浴中反应 30 min。反应完毕，用乙腈定容到 10 mL 刻度，摇匀，经 0.45 μm 微孔滤膜（有机系）过滤。

5.4.5.3 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，计算各针相对响应值，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%，对试样溶液进行测定。

5.4.5.4 计算

试样芸苔素内酯的质量分数 ω_1 ，按式（1）计算：

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

式中：

A_1 —标样溶液中芸苔素内酯的峰面积的平均值；

A_2 —试样溶液中芸苔素内酯的峰面积的平均值；

m_1 —标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

ω —标样芸苔素内酯的质量分数。

5.4.5.5 允许差

两次平行测定结果之相对差，应不大于 5%。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600-2001 中的卡尔-费休法进行。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601-1993 进行。

5.7 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603-2001 进行，试样用标准硬水稀释 200 倍，上无浮油，下无沉淀为合格。

5.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 进行。

5.9 热储稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 进行。

5.10 持久起泡性试验

按 GB/T 28137-2011 进行。

5.11 有害溶剂质量分数的测定

按照 HG/T 4576-2013 方法进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标中除低温稳定性和热储稳定性试验以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每6个月至少进行一次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时;
- e) 合同规定时。

6.3 判定规则

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验,检验结果如有一项指标不符合本文件要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,检验结果即使有一项指标不符合本文件的要求时,则整批产品为不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604-1995的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下,0.15%芸苔素内酯乳油的保证期,从生产日期算起为2年。

8 标志、标签、包装、储运、安全

8.1 标志、标签、包装

0.15%植物源芸苔素内酯乳油的标志、标签、包装,可根据用户要求或订货协议,但应符合 GB 4838-2018中的有关规定。

8.2 储运

0.15%植物源芸苔素内酯乳油包装件应储存在通风干燥的库房中。储运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饮料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

8.3 安全

在使用说明书或包装容器上,除有相应的毒性标志外,还应有毒性说明,使用注意事项等。

附录 A
(资料性)

植物源芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分为芸苔素内酯，别名、结构式和基本物化参数如下：

别名：油菜素内酯、天然芸苔素内酯

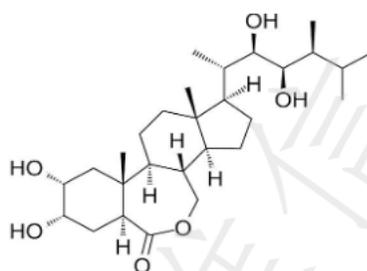
ISO 通用名称：Brassinolide

商品名称：皇嘉芸苔素内酯

化学名称：2 α , 3 α , 22R, 23R-四羟基-24S-甲基-B-高-7-氧杂-5 α -胆甾-6-酮

CAS 登录号：72962-43-7

结构式：



实验式：C₂₈H₄₈O₆

相对分子质量：480.69（按 2018 年国际相对原子质量计）

生物活性：植物生长调节剂

熔点：274℃~275℃

溶解度：难溶于水，易溶于甲醇等有机溶剂

稳定性：在中性和弱酸性溶液中生物活性稳定；在碱性条件下，容易降解失活

