

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 53270—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4923—2016

芸苔素可溶粉剂

Brassin water soluble powder

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC133) 归口。

本标准负责起草单位：农业部农药检定所。

本标准参加起草单位：中国农业科学院植物保护研究所、成都新朝阳作物科学有限公司、江门市大光明农化新会有限公司、昆明云大科技农化有限公司、上海威敌生化 (南昌) 有限公司、四川省兰月科技有限公司、山东京蓬生物药业股份有限公司、浙江世佳科技有限公司、山东潍坊双星农药有限公司。

本标准主要起草人：李友顺、曹立冬、陈铁春、李国平、赵永辉、吴进龙、黄啟良、宋俊华、姜宜飞、于荣、刘苹苹、张峰祖、王胜翔、郭海霞。

芸苔素可溶粉剂

1 范围

本标准规定了芸苔素可溶粉剂的术语和定义，要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由芸苔素原药（或母药）、载体和适宜的助剂配制而成的芸苔素可溶粉剂。

注：芸苔素的其他名称、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 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

GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）

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 28137 农药持久起泡性测定方法

HG/T 2467.15—2003 农药可溶粉剂产品标准编写规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

芸苔素 brassin

芸苔素指以下 5 种化合物中的一种或几种的总和：24-表芸苔素内酯、22,23,24-表芸苔素内酯、28-表高芸苔素内酯、28-高芸苔素内酯和 14-羟基芸苔素甾醇。

4 要求

4.1 组成和外观

本品应由符合标准的芸苔素原药（或母药）制成，外观应为白色至淡黄色的均匀粉末，无可见的杂质。

HG/T 4923—2016

4.2 技术指标

芸苔素可溶粉剂还应符合表 1 的要求。

表 1 芸苔素可溶粉剂控制项目指标

项 目			指 标
芸苔素质量分数 ^a /%			0.01±0.001 5
水分/%	≤		3.0
pH 值范围			3.0~7.0
溶解程度和溶液稳定性 (通过 75 μm 试验筛) ^b /%	5 min 后残余物	≤	1.0
	18 h 后残余物	≤	0.05
润湿时间/s	≤		120
持久起泡性(1 min 后)/mL	≤		40
热贮稳定性 ^b			合格
^a 芸苔素质量分数为一种或几种有效成分的总含量。			
^b 正常生产时,溶解程度和溶液稳定性、热贮稳定性至少每 3 个月检测一次。			

5 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。

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 GB/T 6682—2008 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 “修约值比较法”进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 300 g。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与芸苔素质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中被测物色谱峰的保留时间与标样溶液芸苔素色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

5.4 芸苔素质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，在 80 ℃ 下与苯硼酸（苯硼酸甲醇溶液）衍生化反应 1.0 h，以乙腈+水为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（222 nm）对试样中的芸苔素进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

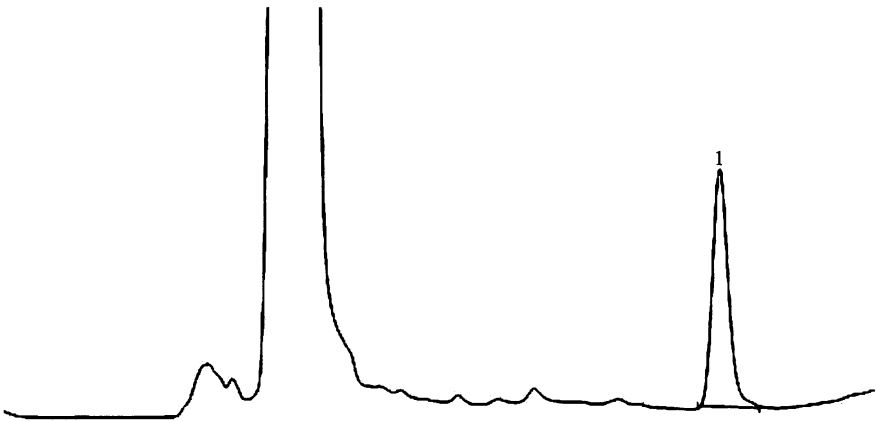
甲醇。
乙腈：色谱级。
水：新蒸二次蒸馏水。
苯硼酸：已知含量， $w \geq 98.0\%$ 。
苯硼酸溶液：1.0 mg/mL 苯硼酸甲醇溶液。
芸苔素标样：已知质量分数， $w \geq 95.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。
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 5 μ m C₁₈ 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。
微量进样器：50 μ L。
超声波清洗器。
真空泵。

5.4.4 高效液相色谱仪操作条件

流动相： ϕ (乙腈：水) = 80：20，经滤膜过滤，并进行脱气 [检测 14-羟基芸苔素甾醇时，流动相比比例调整为 ϕ (乙腈：水) = 60：40]；
流速：1.0 mL/min；
柱温：室温；
检测波长：222 nm；
进样体积：5 μ L；
本芸苔素可溶粉剂中有效成分保留时间：约为 6.6 min。
上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。
典型的芸苔素可溶粉剂高效液相色谱图见图 1。



说明：
1——14-羟基芸苔素甾醇。

图 1 典型的芸苔素（14-羟基芸苔素甾醇）可溶粉剂高效液相色谱图

HG/T 4923—2016

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的配制

称取芸苔素标准品 0.01 g，精确至 0.000 2 g。置于 10 mL 容量瓶中，加入甲醇溶解并稀释至刻度。用移液管移取 1 mL 至 25 mL 锥形瓶中，加入浓度为 1 mg/mL 的苯硼酸甲醇溶液 2.0 mL，用甲醇补足约 10 mL，摇匀，置于 80 ℃ 恒温水浴反应 1.0 h（反应过程中补充甲醇，保持反应体积约 10 mL）。反应完毕，冷却至室温，转移至 25 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过孔径 0.45 μm 滤膜即得标样溶液。

5.4.5.2 试样溶液的配制

称取芸苔素可溶粉剂约 10.0 g，精确至 0.000 2 g。置于 50 mL 离心管中，用 20 mL 甲醇超声洗脱 5 min 后，3 500 r/min 离心 5 min。将上清液转移至 100 mL 圆底烧瓶中。重复以上步骤 3 次~4 次。将收集的上清液用旋转蒸发器减压浓缩近干后，用甲醇溶解，转移至 25 mL 锥形瓶中，再加入浓度为 1.0 mg/mL 的苯硼酸甲醇溶液 2.0 mL，用甲醇补足约 10 mL，摇匀，置于 80 ℃ 恒温水浴反应 1.0 h（反应过程中补充甲醇，保持反应体积约 10 mL）。反应完毕，冷却至室温，转移至 25 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过孔径 0.45 μm 滤膜即得试样溶液。

5.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，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 %，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。

5.4.5.4 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芸苔素峰面积分别进行平均。

试样中芸苔素质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{10 A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_1 ——试样中芸苔素质量分数，以 % 表示；
- A_2 ——试样溶液中芸苔素峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中芸苔素质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中芸苔素峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- 10——标样溶液稀释倍数。

5.4.5.5 允许差

芸苔素质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于 7 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 溶解程度和溶液稳定性

按 HG/T 2467.15—2003 中 4.10 进行。

5.8 润湿时间

按 GB/T 5451 进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.10 热贮稳定性

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后芸苔素质量分数应不低于热贮前质量分数的 90 %。

5.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的有关规定。

6 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

6.1 标志、标签和包装

芸苔素可溶粉剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。芸苔素可溶粉剂应用清洁、干燥、密封的聚乙烯塑料袋或铝箔袋包装，大包装每袋净含量为 25 kg，小包装每袋净含量 10 g、20 g、50 g。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

芸苔素可溶粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

6.3 安全

本品低毒。在使用说明书或包装容器上除有醒目的相应毒性标志外，还应有毒性说明、使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施等。使用本品应戴保护手套，穿防护服。施药后要及时更衣，并用清水或肥皂水彻底清洗皮肤。如发生中毒现象，应请医生诊治。

6.4 保证期

在规定的贮运条件下，芸苔素可溶粉剂的保证期从生产日期起为 2 年。

HG/T 4923—2016

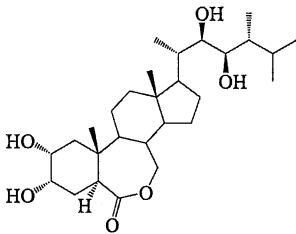
附 录 A
(资料性附录)

芸苔素的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分芸苔素包括以下 5 种化合物，其名称、结构式和基本物化参数如下。

A.1 24-表芸苔素内酯

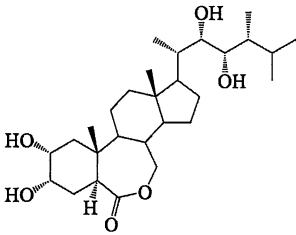
英文名称：24-epibrassinolide
CAS 登记号：78821-43-9
化学名称：(22*R*,23*R*,24*R*)-2 α ,3 α ,22,23-四羟基-24-甲基-B-高-7-氧杂-5 α -胆甾-6-酮
结构式：



实验式：C₂₈H₄₈O₆
相对分子质量（按 2012 年国际相对原子质量）：480.7

A.2 22,23,24-表芸苔素内酯

英文名称：22,23,24-trisepibrassinolide
CAS 登记号：78821-42-8
化学名称：(22*S*,23*S*,24*R*)-2 α ,3 α ,22,23-四羟基-24-甲基-B-高-7-氧杂-5 α -胆甾-6-酮

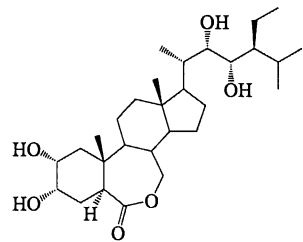


实验式：C₂₈H₄₈O₆
相对分子质量（按 2012 年国际相对原子质量）：480.7

A.3 28-表高芸苔素内酯

英文名称：28-epihomobrassinolide
CAS 登记号：80483-89-2
化学名称：(22*S*,23*S*,24*S*)-2 α ,3 α ,22,23-四羟基-24-乙基-B-高-7-氧杂-5 α -胆甾-6-酮

结构式：



实验式：C₂₉H₅₀O₆

相对分子质量（按 2012 年国际相对原子质量）：494.8

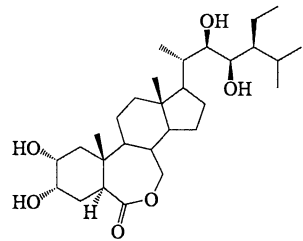
A. 4 28-高芸苔素内酯

英文名称：28-homobrassinolide

CAS 登记号：82373-95-3

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

结构式：



实验式：C₂₉H₅₀O₆

相对分子质量（按 2012 年国际相对原子质量）：494.8

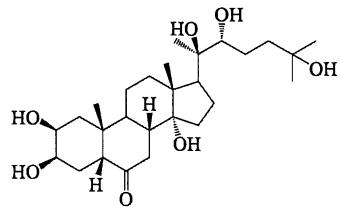
A. 5 14-羟基芸苔素甾醇

英文名称：14-hydroxylated brassinosteroid

CAS 登记号：457603-63-3

化学名称：(20*R*,22*R*)-2 β ,3 β ,14,20,22,25-六羟基-5 β -胆甾-6-酮

结构式：



实验式：C₂₇H₄₆O₇

相对分子质量（按 2012 年国际相对原子质量）：482.7