

团 体 标 准

T/CCPIA 199—2022

0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂

0.01% 24-epibrassinolide soluble concentrate

2022-04-02 发布

2022-04-02 实施

中国农药工业协会 发布

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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：河北兰升生物科技有限公司、山东奥坤作物科学股份有限公司、山东中新科农生物科技有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：段丽芳、高杰、郭海霞、朱振刚、王玥、崔德保、李玉华、翟慎吉、王世辉。



0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂

1 范围

本文件规定了0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂的技术要求、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。

本文件适用于0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂产品的质量控制。

注：24-表芸苔素内酯的其他名称、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 3796 农药包装通则
- 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/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

均相透明液体，无可见的悬浮物或杂质。

4.2 技术指标

0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂应符合表1要求。

表1 0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标
24-表芸苔素内酯质量分数 ^a /%	0.01 ^{+0.0015} _{-0.0015}
24-表芸苔素内酯质量浓度（20℃）/（g/L）	0.1 ^{+0.015} _{-0.015}
pH值	4.0~7.0
稀释稳定性（稀释20倍）	稀释液均一，无析出物。
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL	≤60
低温稳定性 ^b	冷储后，离析物体积不超过0.3 mL。

表 1 0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂控制项目指标（续）

项 目	指 标
热储稳定性 ^b	热储后, 24-表芸苔素内酯质量分数应不低于热储前测得质量分数的90%, pH值、稀释稳定性仍应符合本文件要求。
^a 当质量发生争议时, 以 24-表芸苔素内酯质量分数测定结果为仲裁依据。	
^b 正常生产时, 低温稳定性、热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。	

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件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。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定取样的包装件; 最终取样量应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与 24-表芸苔素内酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中 24-表芸苔素内酯衍生物的色谱峰的保留时间, 其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 24-表芸苔素内酯质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 在 80 °C 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, 在波长 222 nm 下对试样中的 24-表芸苔素内酯进行高效液相色谱分离, 外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈: 色谱级。

5.5.2.2 甲醇: 色谱级。

5.5.2.3 水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 苯硼酸。

5.5.2.5 苯硼酸甲醇溶液: 称取 0.1 g 苯硼酸, 用 100 mL 甲醇溶解, 摇匀。

5.5.2.6 24-表芸苔素内酯标样: 已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱: 250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 C₁₈、5 μm 填充物 (或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.3.6 真空泵。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： $\Psi_{(\text{乙腈}:\text{水})} = 80:20$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2$ $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：222 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：24-表芸苔素内酯衍生物约 15.6 min。

5.5.4.7 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 0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂高效液相色谱图见图 1。

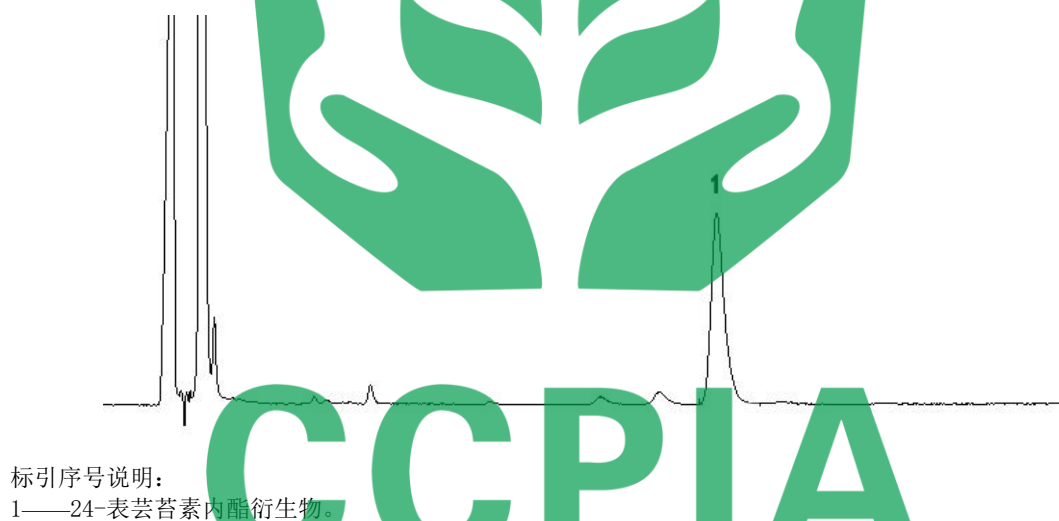


图 1 0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.01 g（精确至 0.000 01 g）24-表芸苔素内酯标样，置于 10 mL 容量瓶中，加入甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液，置于 25 mL 锥形瓶中，加入 2 mL 苯硼酸甲醇溶液，用甲醇补足约 10 mL，摇匀，置于 80 $^{\circ}\text{C}$ 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。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.001 g（精确至 0.000 01 g）24-表芸苔素内酯的试样，置于 50 mL 圆底烧瓶中，用旋转蒸发仪减压浓缩近干后，加入甲醇溶解并转移至 25 mL 锥形瓶中，加入 2 mL 苯硼酸甲醇溶液，用甲醇补足约 10 mL，摇匀，置于 80 $^{\circ}\text{C}$ 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。

5.5.5.3 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24-表芸苔素内酯衍生物峰面积相对变化小于1.2%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。

5.5.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中24-表芸苔素内酯峰面积分别进行平均，试样中24-表芸苔素内酯质量分数按式（1）计算，24-表芸苔素内酯质量浓度按式（2）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times 10} \times d \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω_1 ——试样中24-表芸苔素内酯的质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中24-表芸苔素内酯衍生物峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω ——标样中24-表芸苔素内酯质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中24-表芸苔素内酯衍生物峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- 10——标样稀释倍数；
- ρ_1 ——试样中24-表芸苔素内酯的质量浓度，单位为克每升（g/L）；
- d ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.1或3.2进行）。

5.5.7 允许差

24-表芸苔素内酯质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于5%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 稀释稳定性

5.7.1 试剂和仪器

5.7.1.1 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—2006 中 4.1.2 配制。

5.7.1.2 量筒：100 mL。

5.7.1.3 恒温水浴：30℃±2℃。

5.7.2 测定步骤

用移液管吸取5 mL试样，置于100 mL量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀，将此量筒放入恒温水浴中，静置1 h后取出观察。

5.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.1进行。

5.10 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1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章技术指标中除热储稳定性和低温稳定性以外的所有项目。

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3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。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂的质量保证期，从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定；0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂可用带有内塞及外盖的聚酯瓶包装，每瓶净含量为200 mL、1 000 mL等；外包装用瓦楞纸箱或铝塑箱，每箱净容量不超过20 000 mL。也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。

8.2 储运

0.01%24-表芸苔素内酯可溶液剂包装应储存在通风、干燥的库房中。储运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

附录 A
(资料性)

24-表芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数

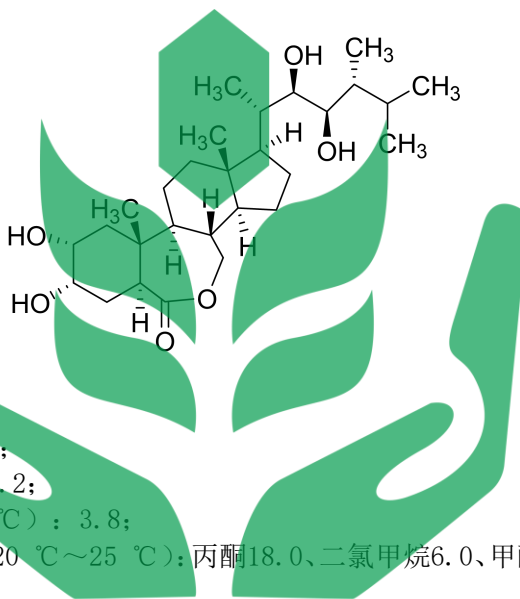
本产品有效成分24-表芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：24-epibrassinolide；

——CAS登录号：[78821-43-9]；

——化学名称：(22*R*,23*R*,24*R*)-2*α*,3*α*,22,23-四羟基-7-氧杂-7*a*-高-5*α*-麦角甾-6-酮；

——结构式：



——分子式：C₂₈H₄₈O₆；

——相对分子质量：480.7；

——生物活性：植物生长调节；

——熔点(℃)：254.6~258.2；

——水中溶解度(mg/L, 20℃)：3.8；

——有机溶剂中溶解度(g/L, 20℃~25℃)：丙酮18.0、二氯甲烷6.0、甲醇28.7、庚烷<3.1×10⁻³、乙酸乙酯5.5；

——稳定性：加热至400℃以上稳定。

CCPIA

中华人民共和国
团体标准
0.01% 24-表芸苔素内酯可溶液剂
T/CCPIA 199—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183