

ICS 65.100.10  
CCS G 25

NY

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4585—2025

## 苦皮藤提取物水乳剂

celangulin extractive emulsion, oil in water

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：陕西麦可罗生物科技有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、北京锦悦生物科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：侯德粉、张楠、曹仲杰、汪星星、王昌锦、杨宏勃、周德龙、张政、张海艳。



# 苦皮藤提取物水乳剂

## 1 范围

本文件规定了苦皮藤提取物水乳剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运,描述了苦皮藤提取物水乳剂的试验方法。

本文件适用于苦皮藤提取物水乳剂产品的质量控制。

注:苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 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 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法
- 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- 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 31737 农药倾倒性测定方法
- 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

稳定的乳状液体,久置后允许有少量分层,轻微摇动或搅动应是均匀的。

### 4.2 技术指标

苦皮藤提取物水乳剂应符合表 1 要求。

表 1 苦皮藤提取物水乳剂技术指标

项目	指标	
	0.2%规格	0.3%规格
苦皮藤素 V 质量分数,%	0.2 <sup>+0.05</sup> <sub>-0.05</sub>	0.3 <sup>+0.07</sup> <sub>-0.07</sub>
苦皮藤素 V 质量浓度(20℃) <sup>a</sup> ,g/L	2.1 <sup>+0.5</sup> <sub>-0.5</sub>	3.2 <sup>+0.7</sup> <sub>-0.7</sub>
苦皮藤素 H 质量分数,%	0.2 <sup>+0.05</sup> <sub>-0.05</sub>	0.3 <sup>+0.07</sup> <sub>-0.07</sub>
pH	5.0~8.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出	

表 1 (续)

项目		指标	
		0.2%规格	0.3%规格
倾倒性	倾倒后残余物,%	≤5.0	
	洗涤后残余物,%	≤0.5	
持久起泡性(1 min 后泡沫量),mL		≤30	
低温稳定性		冷储后,离心管底部析物体积不大于 0.3 mL	
热储稳定性		热储后,苦皮藤 V 质量分数应不低于热储前的 95%,苦皮藤素 H 质量分数、pH、乳液稳定性仍符合本文件要求	
*当质量发生争议时,以质量分数为仲裁依据。			

## 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 的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 900 mL。

### 5.3 鉴别试验

本鉴别试验可与苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 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苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 的色谱峰的保留时间的相对差值应分别不大于 1.5%。

### 5.4 外观

采用目测法测定。

### 5.5 苦皮藤素 V 质量分数、质量浓度和苦皮藤素 H 质量分数

#### 5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+乙腈+水为流动相,使用以  $C_8$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 230 nm 下对试样中的苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 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 甲醇:色谱级。

5.5.2.2 乙腈:色谱级。

5.5.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 苦皮藤素 V 标样:已知苦皮藤素 V 质量分数,  $w \geq 95.0\%$ 。

5.5.2.5 苦皮藤素 H 标样:已知苦皮藤素 H 质量分数,  $w \geq 95.0\%$ 。

#### 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:150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装  $C_8$ 、3.5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

#### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相:见表 2。

表 2 流动相的梯度条件

时间 min	甲醇%	乙腈%	水%
0.0	50	0	50
5.0	40	10	50
15.0	35	15	50
25.0	35	20	45
35.0	35	20	45
35.1	35	25	40
50.0	35	25	40
50.1	35	55	10
58.0	35	55	10
58.1	50	0	50
65.0	50	0	50

5.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2℃)。

5.5.4.4 检测波长:230 nm。

5.5.4.5 进样体积:10 μL。

5.5.4.6 保留时间:苦皮藤素 H 约 33.7 min,苦皮藤素 V 约 45.5 min。

5.5.4.7 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 标准品和苦皮藤提取物水乳剂的高效液相色谱图见图 1 和图 2。

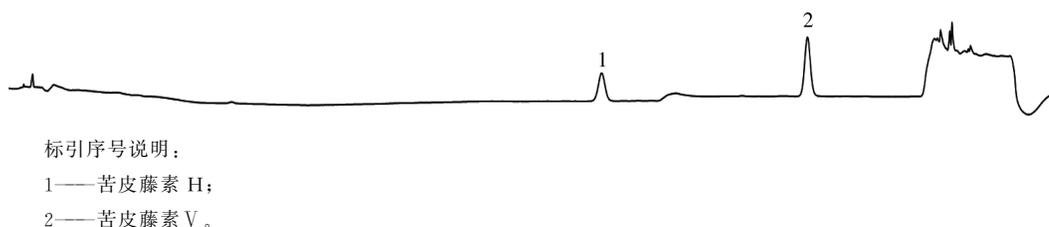


图 1 苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 标准品的高效液相色谱图

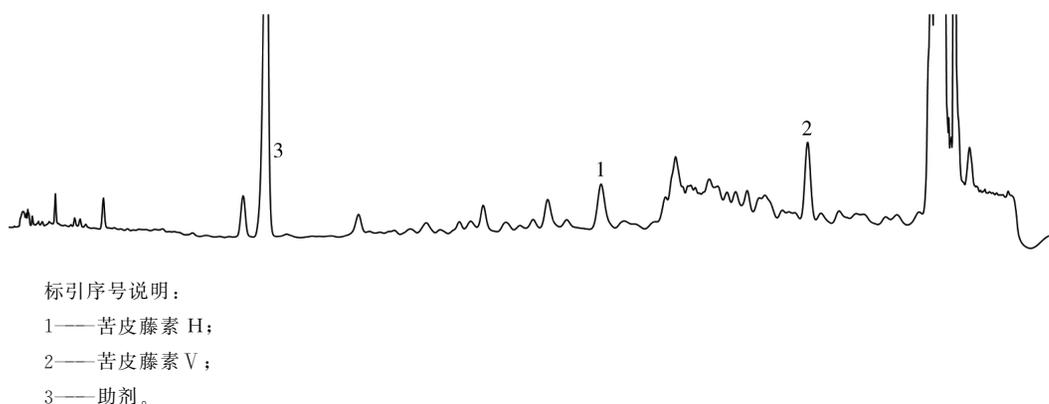


图 2 苦皮藤提取物水乳剂的高效液相色谱图

## 5.5.5 测定步骤

### 5.5.5.1 标样溶液的制备

分别称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)苦皮藤素 V 标样和 0.01 g(精确至 0.000 01 g)苦皮藤素 H 标样,置于同一 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。移取此溶液 2.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

### 5.5.5.1 试样溶液的制备

称取含苦皮藤素 V 0.002 g(精确至 0.000 1 g)的试样于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤。

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,直至相邻两针苦皮藤素 V 峰面积相对变化小于 2.0%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以及试样前后两针标样溶液中苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)峰面积分别进行平均,试样中苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)的质量分数按公式(1)计算,苦皮藤素 V 质量浓度按公式(2)计算

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_b}{A_1 \times m_2 \times n} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = w_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $w_1$ ——苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)质量分数的数值,单位为百分号(%);
- $A_2$ ——试样溶液中苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)峰面积的平均值;
- $m_1$ ——标样质量的数值,单位为克(g);
- $w_b$ ——标样中苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)质量分数的数值,单位为百分号(%);
- $A_1$ ——标样溶液中苦皮藤素 V(苦皮藤素 H)峰面积的平均值;
- $m_2$ ——试样质量的数值,单位为克(g);
- $n$ ——稀释倍数, $n=5$ ;
- $\rho_1$ ——20℃时试样中苦皮藤素 V 质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
- $\rho$ ——20℃时试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 的规定执行)。

5.5.7 允许差

苦皮藤素 V 质量分数、苦皮藤素 H 质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 乳液稳定性

按 GB/T 1603 的规定执行。

5.8 倾倒性

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定执行。

5.11 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储前后质量变化应不大于 1.0%。

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 章中外观、苦皮藤素 V 质量分数、苦皮藤素 V 质量浓度、苦皮藤素 H 质量分数、pH、乳液稳定性、倾倒性、持久起泡性。

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) 国家质量监督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。

出厂检验和型式检验中,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 8.2 的储运条件下,从生产日期算起苦皮藤提取物水乳剂的质量保证期为 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、包装

苦皮藤提取物水乳剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

苦皮藤提取物水乳剂的包装应采用清洁干燥的聚酯瓶包装,外用瓦楞纸箱包装。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

苦皮藤提取物水乳剂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、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)

苦皮藤素 V 和苦皮藤素 H 的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 苦皮藤素

苦皮藤素 V 的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

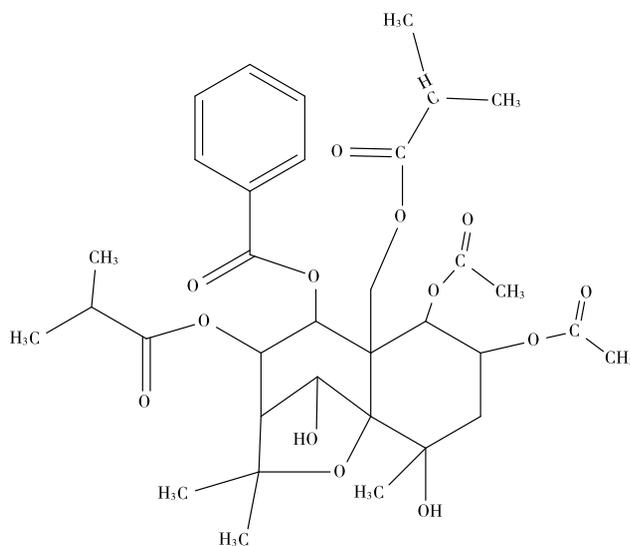
——ISO 通用名称: celangulin V；

——其他名称: 苦皮藤素 V；

——CAS 登录号: 139979-81-0；

——化学名称: 1 $\alpha$ ,2 $\alpha$ -二乙酰氧基-8 $\beta$ -13-二异丁酰氧基-9 $\alpha$ -苯甲酰氧基-4 $\beta$ ,6 $\beta$ -二羟基- $\beta$ -二氢沉香呔喃

——结构式:



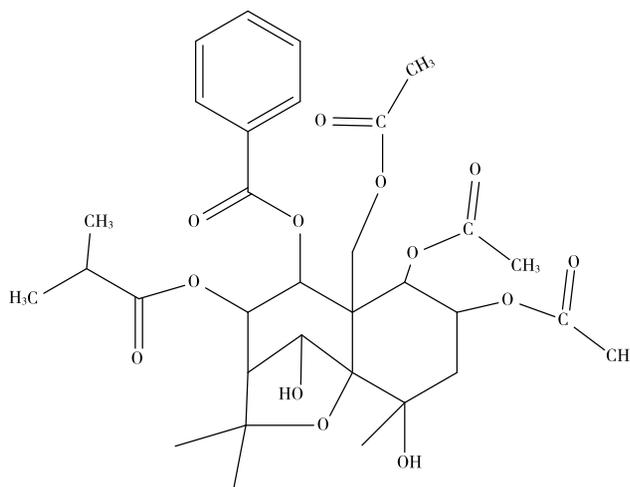
——分子式:  $C_{34}H_{46}O_{13}$ ；

——相对分子质量: 662.3；

——生物活性: 杀虫。

A.2 苦皮藤素

苦皮藤素 H 的其他名称、结构式参数如下：



- 化学名称:1 $\alpha$ ,2 $\alpha$ -二乙酰氧基-8 $\beta$ -异丁酰氧基-13-乙酰氧基-9 $\alpha$ -苯甲酰氧基-4 $\beta$ ,6 $\beta$ -二羟基- $\beta$ -二氢沉香呔喃
  - 结构式:
  - 分子式:C<sub>32</sub>H<sub>42</sub>O<sub>13</sub>。
-