



Q/WD

江西威敌生物科技有限公司企业标准

Q/WD 074-2019
代替Q/WD 074-2017

6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂

2019-04-10 发布

2019-05-10 实施

江西威敌生物科技有限公司 发布



前 言

6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂是由符合标准 28-高芸苔素内酯原药、氨基寡糖素原药、适宜的助剂和溶剂经过配制加工而成的一种调节植物生长剂。

本标准按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和《农药可溶液剂产品标准编写规范》进行编写。参照《农药登记资料规定》的有关规定，并结合本产品的特性以及生产中的实际情况而制定的。

本标准由提出江西威敌生物科技有限公司提出

本标准由江西威敌生物科技有限公司起草

本标准由江西省标准化协会化工专业委员会归口

本标准主要起草人：吴通

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月23日 16点44分



6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂

1 范围

本标准规定了 6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由符合标准 28-高芸苔素内酯原药、氨基寡糖素原药、适宜的助剂和溶剂加工成的 6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂。

注：有效成分的其他名称、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，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 1601—1993 农药 pH 值的测定方法
- 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 3796—2006 农药包装通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 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 20813—2006 农药产品标签通则
- HG/T 2467.6—2003 农药可溶液剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 外观

本品应由符合标准 28-高芸苔素内酯原药、氨基寡糖素原药、水和适宜的助剂制成，应为黄棕色稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂控制项目指标

表 1 6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标
28-高芸苔素内酯质量分数，%	0.005±0.00075
氨基寡糖素（以氨基葡萄糖计）质量分数，%	5.995±0.5995
氨基寡糖素聚合度	2-10
游离氨基葡萄糖质量分数，% ≤	0.1
pH 值范围	4.0~6.0
稀释稳定性（稀释 20 倍）	合格
持久起泡性（1min 后泡沫量），mL ≤	40
低温稳定性	合格
热贮稳定性	合格
正常生产时，游离氨基葡萄糖质量分数、低温稳定性试验、热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。	

4 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 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中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170-2008中的4.3.3“修约值比较法”进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—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300g。

4.3 鉴别试验

4.3.1 28-高芸苔素内酯的鉴别试验

高效液相色谱法：本鉴别试验与试样中 28-高芸苔素内酯质量分数的测定同时进行。在相同的高效液相色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中 28-高芸苔素内酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.3.2 氨基寡糖素的鉴别试验

离子色谱法：在离子色谱操作条件下，试样溶液中氨基葡萄糖、壳二糖、壳三糖、壳四糖、壳五糖和壳六糖色谱峰的保留时间与对应标样溶液中色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。试样溶液中至少含有壳二糖至壳六糖中的2个或者多个。氨基寡糖素的鉴别试验见附录B。

4.4 28-高芸苔素内酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，在约 50℃温度下与苯硼酸（苯硼酸甲醇溶液）衍生化反应 30min，以乙腈+水为流动相，使 ODS—C₁₈ 不锈钢柱和紫外检测器（220nm）对试样中的 28-高芸苔素内酯进行高效液相色谱分离，以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

28-高芸苔素内酯标样：已知质量分数，≥97%；

苯硼酸溶液：称取0.25g（精确至0.0001g）苯硼酸于250mL容量瓶中，用甲醇溶解后稀释至刻度，摇匀备用。

4.4.3 仪器

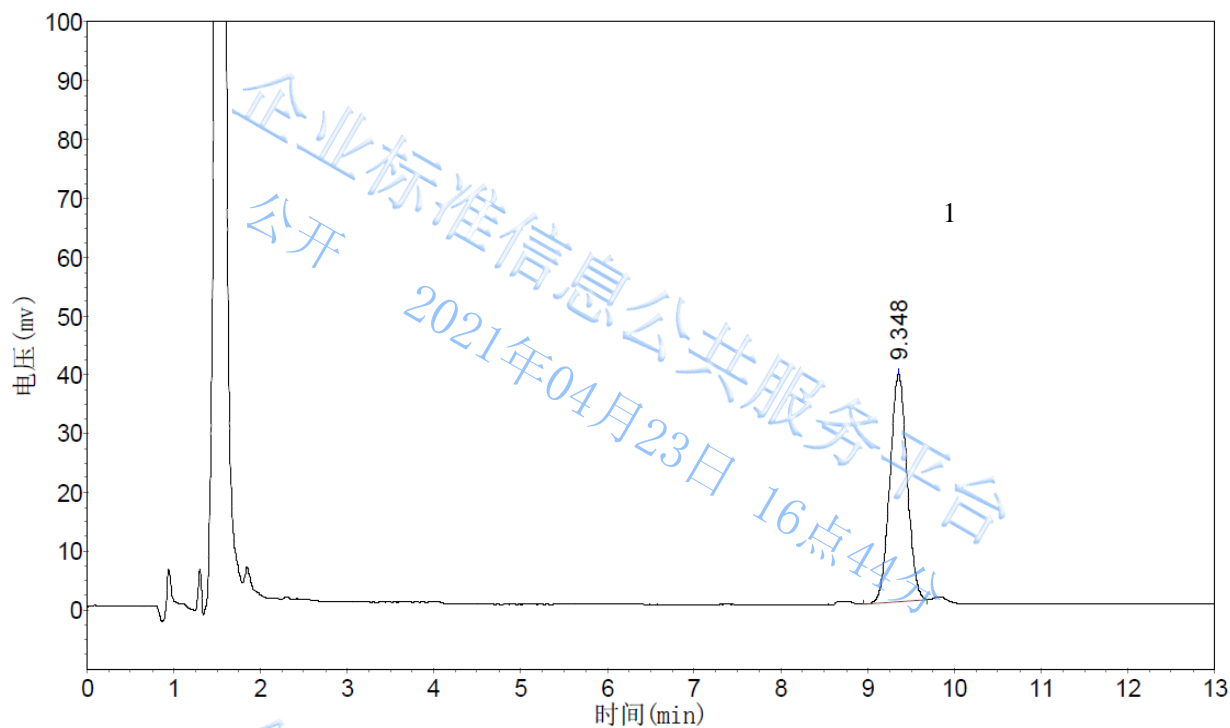
高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器和定量进样阀；
色谱工作站；
色谱柱：250mm×4.6mm（i. d.）不锈钢柱，内装 ODS—C₁₈（5 μm）填充物；
超声波振荡器；
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；
微量进样器：50 μL。

4.4.4 液相色谱操作条件

流动相：乙腈+水=85+15，经 0.45μm 超微孔滤膜过滤后脱气 20min；
流动相流速：1.0mL/min；
柱温：室温；
检测波长：220nm；
进样体积：10μL；
保留时间：28-高 BR 约 9.3min

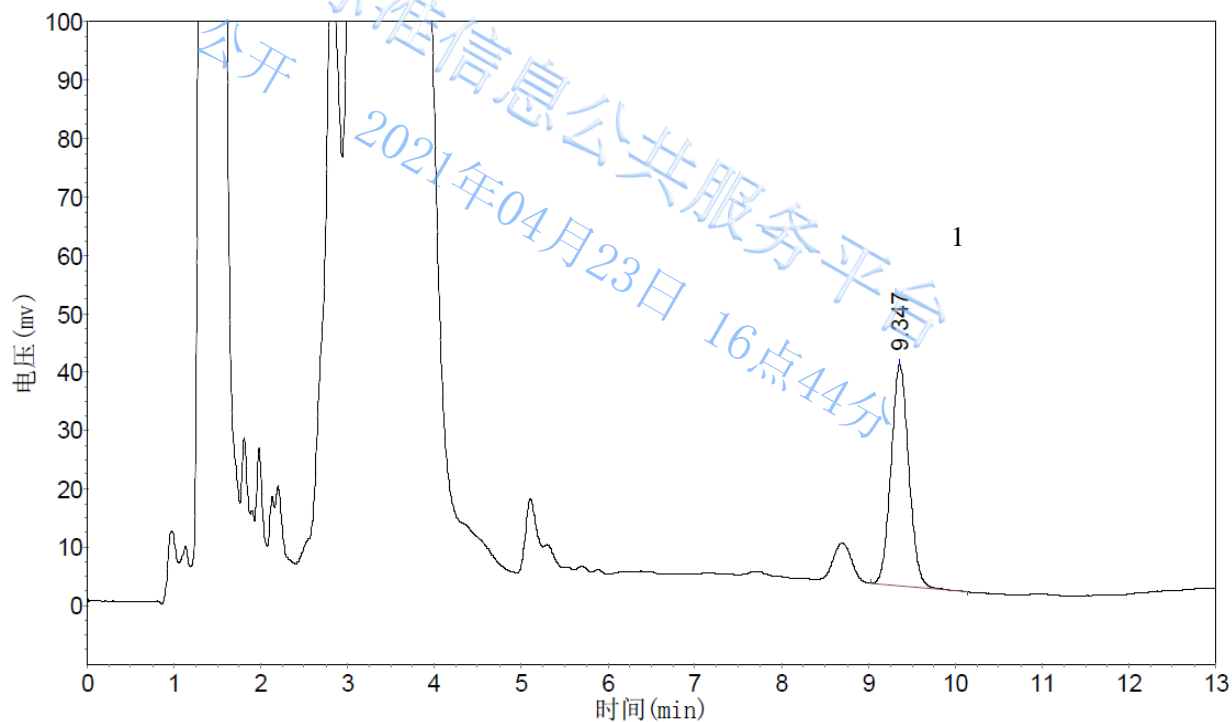


上述操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 28-高芸苔素内酯标样及试样中 28-高芸苔素内酯高效液相色谱图见图 1、图 2。



1-28-高芸苔素内酯

图 1 28-高芸苔素内酯标样高效液相色谱图



1-28-高芸苔素内酯

图 2 试样中 28-高芸苔素内酯高效液相色谱图



4.4.5 操作步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取 28-高芸苔素内酯标样 0.01g (精确至 0.00001g) 于 25mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 用移液管吸取 2.50mL 于 25mL 容量瓶中, 加 2.0mL 苯硼酸溶液和 10mL 甲醇, 置于约 50℃ 温度下反应 30min, 取出冷却后用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 超声波振荡 5min 后, 放至室温, 备用。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取试样 20g (精确至 0.0002g) 于 25mL 容量瓶中, 加 2.0mL 苯硼酸溶液置于约 50℃ 反应 30min, 取出冷却后用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 超声波振荡 5min 后, 用 0.45μm 微孔滤膜过滤, 滤液待测。

4.4.5.3 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的重复性, 直至相邻两针响应值相对变化小于 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进行高效液相色谱分析。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中 28-高芸苔素内酯峰面积, 分别进行平均。试样中 28-高芸苔素内酯质量分数 X_1 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times P_1}{A_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A_1 —标样溶液中 28-高芸苔素内酯面积的平均值;
- A_2 —试样溶液中 28-高芸苔素内酯面积的平均值;
- m_1 —28-高芸苔素内酯标样的质量, 单位为克, g;
- m_2 —试样的质量, 单位为克, g;
- P_1 —28-高芸苔素内酯标样的质量分数, %;
- 10—标样溶液稀释倍数。

4.4.5.5 允许差

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。

4.5 氨基寡糖素质量分数的测定 (以氨基葡萄糖计)

氨基寡糖素质量分数的测定可以采用分光光度法和离子色谱法, 其中离子色谱法作为仲裁方法。

4.5.1 氨基寡糖素质量分数的测定方法提要 (采用分光光度法)

氨基寡糖素经酸水解可生成氨基葡萄糖, 氨基葡萄糖中的 2-位氨基与乙酰丙酮, 对-二甲氨基苯甲醛 (PDABA) 反应, 生成紫红色物质, 该物质在 535nm 波长下有较大的吸收值, 且其含量与氨基葡萄糖含量具有线性关系, 可用于氨基葡萄糖含量的检测方法。

4.5.2 仪器、设备

- 带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的玻璃管;
- 移液枪;
- 电子天平; 万分之一规格;
- 水浴锅;
- 蒸发皿;
- 烘箱;
- 紫外分光光度计。



4.5.3 仪器

4.5.3.1 标准氨基葡萄糖溶液配制：准确称取盐酸氨基葡萄糖 0.602g(相当于氨基葡萄糖 0.5g)，置 25ml 烧杯中用 5ml 双蒸水溶解，转移到 25ml 容量瓶中，重复此步骤 2 次，最后用双蒸水定容到 25ml，成 20mg/ml 氨基葡萄糖溶液。

4.5.3.2 磷酸三钠-四硼酸钠溶液：100ml 双蒸水中准确加入 12.294g 的磷酸三钠和 0.2g 的四硼酸钠。

4.5.3.3 3.5%(V/V)乙酰丙酮试剂：取乙酰丙酮 3.5ml，用磷酸三钠-四硼酸钠溶液稀释至 100ml。

4.5.3.4 PDAB (对-二甲氨基苯甲醛)试剂：取 0.16g PDABA 溶于 1.5ml 12mol/L 盐酸后再加入 10.5ml 异丙醇。

4.5.4 测定步骤

4.5.4.1 标准氨基葡萄糖：取 5ml 带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的玻璃管（水解管）2 支，用 200 μ L 移液枪分别取 20mg/ml 氨基葡萄糖溶液 125 μ L（相当于氨基葡萄糖 2.5mg），用移液管加入 6mol/L 盐酸 2.5ml，然后在 100 $^{\circ}$ C 水浴中加热 3h。冷却到室温后打开螺旋盖，将水解液转移到蒸发皿中，用 6ml 蒸馏水分 3 次洗涤水解管的内壁，均合并到相应蒸发皿中，在 70 $^{\circ}$ C 烘箱中挥发至干，加 4ml 双蒸水将蒸发皿中的固体溶解后在 70 $^{\circ}$ C 烘箱中挥发至干，此步骤重复 2 次，用 5ml 双蒸水将得到的固体溶解，并转移到 25ml 容量瓶中，用 5ml 蒸馏水洗涤蒸发皿，液体并入到相应的容量瓶中，再重复此步骤 2 次，用双蒸水定容到 25ml。得到标准氨基葡萄糖溶液。

4.5.4.2 标准曲线制作：取 10ml 带塞试管 5 支，记为 0、25、50、75、100 μ g/ml，依次加入氨基葡萄糖标准液 0、0.2、0.4、0.6、0.8ml，再分别用移液枪加双蒸水到总体积为 0.8ml，混匀，得到浓度分别为 0、25、50、75、100 μ g/ml 的氨基葡萄糖梯度溶液。在每个试管中加入乙酰丙酮试剂 0.6ml，混匀，加盖，于 100 $^{\circ}$ C 水浴中加热 30min，冷却到室温后加入 2ml PDABA 试剂，5min 后，以 0 管为对照，在 535nm 处测定光密度值，做 3 组重复，以吸光度为纵坐标、溶液浓度作横坐标做标准曲线。

4.5.4.3 样品预处理：取 5ml 带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的玻璃管（水解管）2 支，称取待测样品 30mg 加入其中，用移液管加 6mol/L 盐酸 3ml，然 100 $^{\circ}$ C 水浴中加热 3h。冷却到室温后打开螺旋盖，将水解液转移到蒸发皿中，用 6ml 蒸馏水分 3 次洗涤水解管的内壁，均合并到相应蒸发皿中，70 $^{\circ}$ C 烘箱中挥发至干，加 4ml 双蒸水将蒸发皿中的固体溶解后在 70 $^{\circ}$ C 烘箱中挥发至干，此步骤重复 2 次，用 5ml 双蒸水将得到的固体溶解，并转移到 50ml 容量瓶中，用 5ml 双蒸水洗涤蒸发皿，液体并入容量瓶中，再重复此步骤 2 次，用双蒸水定容到 50ml，得到待测寡糖素溶液。

4.5.4.4 待测样品中氨基葡萄糖测定：取 0.8ml 加入到 10ml 带塞试管中，加入乙酰丙酮试剂 0.6ml，混匀，加盖，于 100 $^{\circ}$ C 水浴中加热 30min，冷却到室温后加入 2ml PDABA 试剂，5min 后，以不加样品，同样处理管为对照，在 535nm 处测定光密度值，从标准曲线中查到稀释后溶液的浓度 C。如果样品的光密度值超出标准曲线范围，应将待测寡糖素溶液作适当稀释，按上述方法重新测定，并在计算公式中乘以相应的稀释倍数。

4.5.5 计算

根据标准曲线和样品浓度计算含量。按式(2)计算



$$\text{氨基寡糖素含量}(\%) = k \times n \times \frac{c \times 50 \times 100}{m \times 1000} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

K—经验系数, K=3

C—标准曲线中查到稀释后溶液的浓度(μg/mL)

n—稀释倍数, n=1;

50—得到待测溶液总体积(mL)

m—待测样品所称取的质量(mg)

100—换算成百分比

1000—毫克换成微克

4.5.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 游离氨基葡萄糖质量分数的测定

试样用水溶解，以氢氧化钠溶液为流动相，使用脉冲安培检测器和高效阴离子交换色谱柱，对试样中的氨基葡萄糖进行离子色谱分离和测定。

4.6.1 试剂和溶液

氢氧化钠溶液质量分数为 50%：优级纯；

水：符合 GB/T6682 中一级水的规定，即电导率(25℃) ≤ 0.01mS/m；

200mmol/L NaOH 溶液：在 2L 塑料试剂瓶中加入约 1900ml 经过 0.4μm 尼龙滤膜过滤的水，加入再移入氢氧化钠溶液(质量分数为 50%) 20.9ml 至水面以下，然后加入水至 2L 刻度，通氮气保护后摇匀备用。

氨基葡萄糖盐酸盐标样：已知质量分数，≥ 99.0%。

4.6.2 仪器

离子色谱仪：赛默飞世尔 ICS-6000 型，包含在线脱气装置的四元梯度泵、柱温箱、脉冲安培检测器(Au 工作电极，pH/Ag/AgCl 复合参比电极，糖标准四电位)、色谱工作站；

分析柱：Carbopac PA100 250mm×4mm(i. d.)，保护柱：carbopac PA100 50mm×4mm(i. d.)；

带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的厚壁耐压管。

4.6.3 离子色谱操作条件

流动相：(200mmol/L NaOH: H₂O) = 10:90；

流速：0.4ml/min；

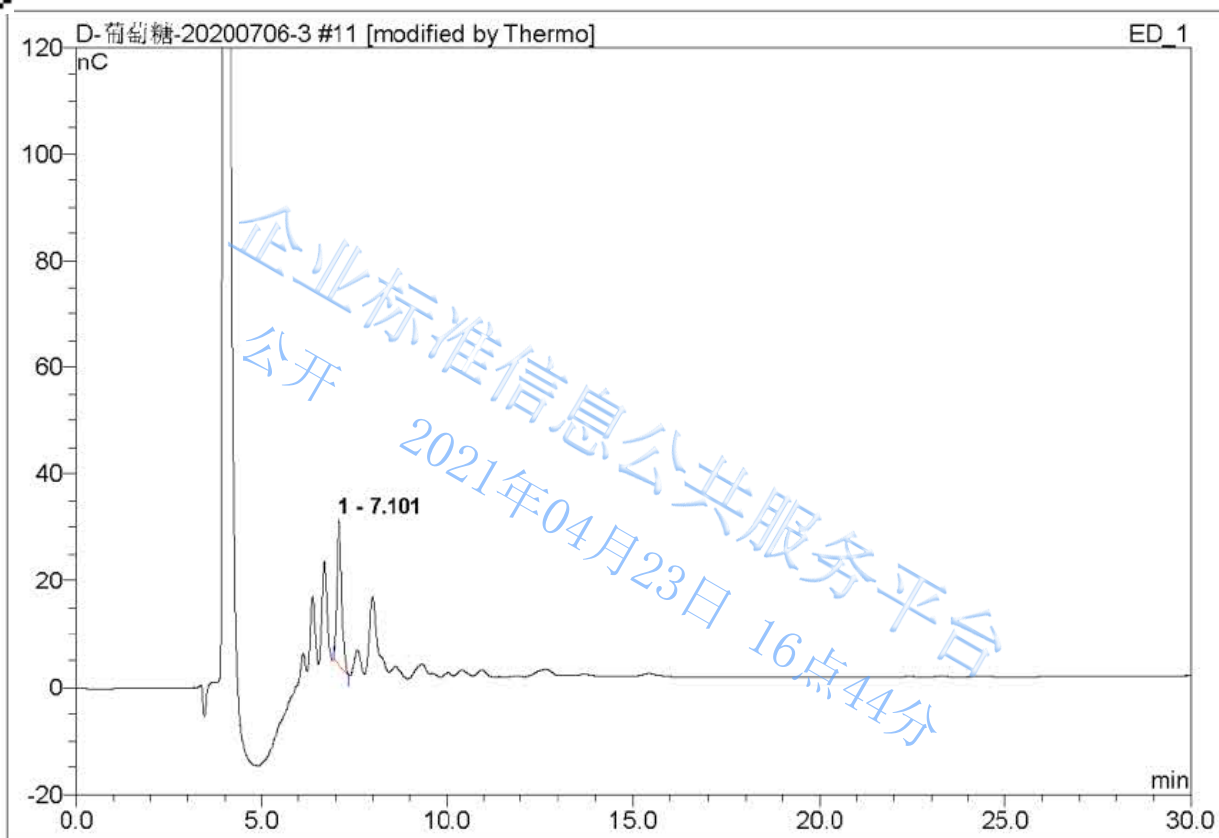
进样体积：25μl；

柱温：40℃；

保留时间：氨基葡萄糖约 7.1min。

实验中各淋洗液上方均施加 0.4MPa 的氮气进行保护，防止淋洗液吸收空气中的二氧化碳。

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。典型的样品的离子色谱图见图 4。



1-氨基葡萄糖

图4 试样中氨基葡萄糖离子色谱图

4.6.4 测定步骤

4.6.4.1 标样溶液的配制

称取氨基葡萄糖盐酸盐标样约 0.03g (精确至 0.0002g) 置于 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 超声振荡 5min, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 1.0ml 置于 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.6.4.2 试样溶液的配制

称取含氨基寡糖素的试样约 0.15g (精确至 0.0002g) 置于 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 超声振荡 5min, 冷却至室温, 摇匀。

4.6.4.3 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的重复性, 直至相邻两针响应值相对变化小于 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进行离子色谱分析。

4.6.5 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中氨基葡萄糖峰面积, 分别进行平均。试样中氨基葡萄糖质量分数 X_4 按式 (4) 计算:

$$X_4 = \frac{A_6 \times m_5 \times 179.17}{A_5 \times m_6 \times 215.63 \times 100} \times P_2 \dots \dots \dots (4)$$

式中:

A_5 —标样溶液中氨基葡萄糖峰面积的平均值;

A_6 —试样溶液中氨基葡萄糖峰面积的平均值;



m_s —氨基葡萄糖盐酸盐标样的质量，单位为克，g；

m_e —试样的质量，单位为克，g；

P_s —氨基葡萄糖盐酸盐标样的质量分数，%；

179.17—氨基葡萄糖的摩尔质量，g/mol；

215.63—氨基葡萄糖盐酸盐的摩尔质量，g/mol；

100—标样的稀释倍数。

4.6.6 允许差

两次平行测定结果相对差应不大于10%，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 氨基寡糖素聚合度测定

氨基寡糖素聚合度的测定可以采用分光光度法和离子色谱法，其中离子色谱法作为仲裁方法。

4.7.1 方法原理

氨基寡糖素是D-氨基葡萄糖单元以 β -1,4糖苷键相连而成的，以n个糖单元聚合的一个低聚氨基寡糖素分子只有一个还原性端基，将其完全水解后，就能产生n个还原性端基，因此试样完全水解后，还原性端基比水解前增加的倍数就是该氨基寡糖素的聚合度n。计算氨基寡糖素完全水解后与水解前的还原性端基数目的比值，则为氨基寡糖素的聚合度。

试样用盐酸水解，水解产物为盐酸氨基葡萄糖，其还原性端基与显色剂3,5-二硝基水杨酸(DNS)反应生成棕红色的氨基化合物，其颜色深浅程度与氨基葡萄糖的还原性端基数目呈线性关系，采用分光光度法测定氨基葡萄糖的还原性端基数目。

4.7.2 试剂与溶液

3,5-二硝基水杨酸：二次重结晶；

氢氧化钾溶液：1 mol/L；

盐酸溶液：6 mol/L；

氢氧化钠溶液：6 mol/L、0.1 mol/L；

蒸馏水；

DNS显色剂：准确称取3,5-二硝基水杨酸0.666 g（精确至0.0002 g），溶解于200 mL浓度为1 mol/L的氢氧化钾溶液中。

4.7.3 仪器

分光光度计；

石英比色皿：1 cm；

具塞刻度试管：25 mL；

水浴锅。

4.7.4 操作步骤

a) 试样水解前的吸光度 (OD_{520nm}) 测定

准确称取试样约2.0 g（精确至0.0002 g）置于具塞刻度试管中，加入蒸馏水8 mL，混匀成试样稀释液。用移液管移取试样稀释液1 mL置于具塞刻度试管中，加入1 mL DNS显色剂，在沸水中加热5 min，取出冷却至室温后，加入蒸馏水8 mL，混匀。在520 nm波长下用石英比色皿测定吸光度 (OD_{520nm})。

b) 试样水解后的吸光度 (OD_{520nm}) 测定

用移液管移取a)配制的试样稀释液1 mL置于具塞刻度试管中，加入6 mol/L盐酸溶液3 mL，沸水浴中水解2 h，用6 mol/L氢氧化钠溶液调至pH值接近7，再用0.1 mol/L氢氧化钠溶液调至试样水解液pH值为7.0，用蒸馏水稀释至10 mL。用移液管移取水解液1 mL置于具塞刻度试管中，加入1 mL DNS显



色剂，在沸水中加热 5 min，取出冷却至室温后，加入蒸馏水 8 mL，混匀。在 520 nm 波长下用石英比色皿测定吸光度（OD_{520nm}）。

4.7.5 计算

根据试样溶液水解前后测定的吸光度值，按式（5）计算试样的聚合度 n：

$$n = \frac{10 \cdot A_1}{A_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

10——试样水解后稀释的倍数；

A₁——试样水解后测得的吸光度（OD_{520nm}）；

A₀——试样水解前测得的吸光度（OD_{520nm}）。

4.8 pH 值测定

按 GB/T1601-1993 进行。

4.9 稀释稳定性的测定

4.9.1 试剂和仪器

标准硬水：ρ（Ca²⁺+Mg²⁺）=342 mg/L；

量筒：100mL；

恒温水浴：（30±2）℃；

移液管：5ml。

4.9.2 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 量筒中，加标准硬水至刻度，混匀。将此量筒放入（30±2）℃ 恒温水浴中，静置 1h。稀释液均一，无析出物为合格。

4.10 持久起泡性试验

按 GB/T 28137-2011 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 “乳剂和均相液体制剂”进行。记录管子底部离析物的体积（精确至 0.05mL），不超过 0.3 mL 为合格；

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 “液体制剂”方法进行。热贮后，28-高芸苔素内酯（氨基寡糖素）质量分数应不低于热贮前的 95%，聚合度、pH 值、游离氨基葡萄糖、稀释稳定性、持久起泡性仍符合本标准要求为合格。

4.13 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604—1995 有关规定。

4.14 检验规则

检验分出厂检验和型式检验。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签



6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796—2006、GB 20813—2006 中有关规定。

5.2 包装

6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂采用聚酯瓶包装，每瓶净含量为 100 mL、250 mL、500 mL 三种规格。外用钙塑箱或纸箱包装。也可根据用户要求或订货协议，采取其他形式的包装，但要符合 GB 3796—2006 中有关规定。

5.3 贮运

6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂包装件应存放在通风、干燥的库房中，堆码方式应符合安全、搬运方便的原则。运输时，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。

5.4 安全

在使用说明书包装容器上，除有醒目的相应毒性标志外，还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。本品为调节植物生长剂，如吞服或吸入均有毒；使用本品应戴防护手套和防毒面具，穿干净的防护服，施药人员应避免药液接触眼睛及皮肤，用药后，应立即用肥皂和清水清洗干净；本品要放在小孩接触不到的地方，并远离食品、动物饲料及其容器；若发生中毒，应立即送医院急救。

5.5 保证期

在规定的贮运条件下，6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂的保证期，从生产日期算起为2年。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月23日 16点44分



附录 A (资料性附录)

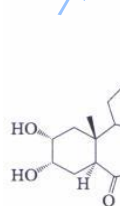
28-高芸苔素内酯、氨基寡糖素的其他名称、结构式和基本物

A.1 本产品中有效成分 28-高芸苔素内酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

英文名：28-homobrassinolide

CAS 登录号：82373-95-3

化学名称：(22R, 23R, 24S) 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计）：494.8

生物活性：调节植物生长

熔点：268℃~271℃

溶解性：水中溶解度为 0.005g/L (20℃)，溶于甲醇、乙醇、氯仿、丙酮等多种有机溶剂。

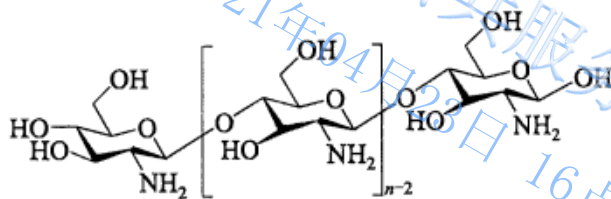
稳定性：在中性及弱酸性条件下稳定，碱性条件下易分解。

A.2 本产品中有效成分氨基寡糖素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

英文通用名称：oligosaccharins

化学名称： β -(1,4)-2-氨基-2-脱氧-D-葡聚糖

结构式：



分子式：(C₆H₁₁NO₄)_n · H₂O (2 ≤ n ≤ 20)

相对分子质量：n × 161 + 18

生物活性：诱导抗病、抗逆、调节植物生长

溶解度 (25℃)：易溶于水

稳定性：在正常的贮存条件下对光、热很稳定，在强酸性水介质中缓慢分解。



附录 B (规范性附录)

氨基寡糖素鉴别试验及平均聚合度测定 (离子色谱法)

B1. 方法提要

样品用水溶解,以氢氧化钠溶液为流动相,使用脉冲安培检测器和高效阴离子交换色谱柱对试样中的氨基葡萄糖、壳二糖、壳三糖、壳四糖、壳五糖和壳六糖进行离子色谱分离和鉴别。

B2. 试剂和溶液

氢氧化钠溶液: W (NaOH) =50%, 优级纯;

水: 符合GB/T6682-2008中一级水的规定, 即电导率 (25℃) ≤0.01mS/m。

氢氧化钠溶液: 在2L塑料试剂瓶中加入约1900mL经过0.4 μm尼龙滤膜过滤的水, 再移入20.9mL氢氧化钠溶液[W (NaOH) =50%]至水面以下, 然后加入水至2L刻度, 通氮气保护后摇匀, 备用。

氨基葡萄糖、壳二糖、壳三糖、壳四糖、壳五糖和壳六糖混合标样: 各组分质量浓度100ug/mL。

B3. 仪器

离子色谱: 包含在线脱气装置的四元梯度泵、柱温箱、脉冲安培检测器 (Au工作电极, pH/Ag/AgCl复合参比电极, 糖标准四电位)、色谱工作站;

色谱柱: Carpac PA100 250mm×4.6mm (i. d.);

超声波清洗器;

B4. 离子色谱操作条件

流动相: Ψ (NaOH溶液: H₂O) = 10: 90;

流速: 1.0mL/min;

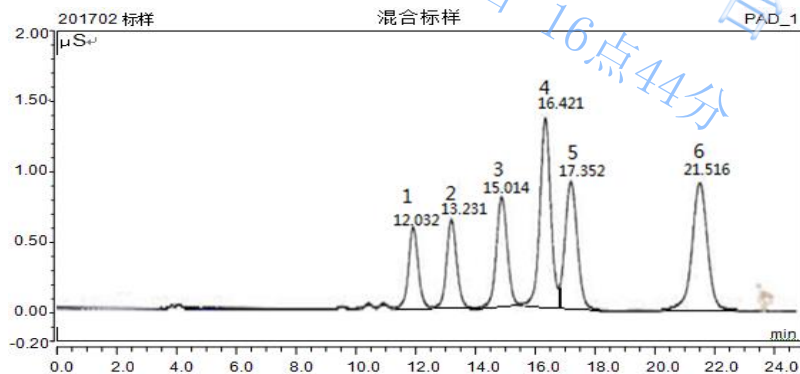
进样体积: 25 μL;

柱温: 30℃;

保留时间: 壳六糖12.0min, 壳五糖13.2min, 壳四糖15.0min, 氨基葡萄糖16.4min, 壳三糖17.4min, 壳二糖21.5min;

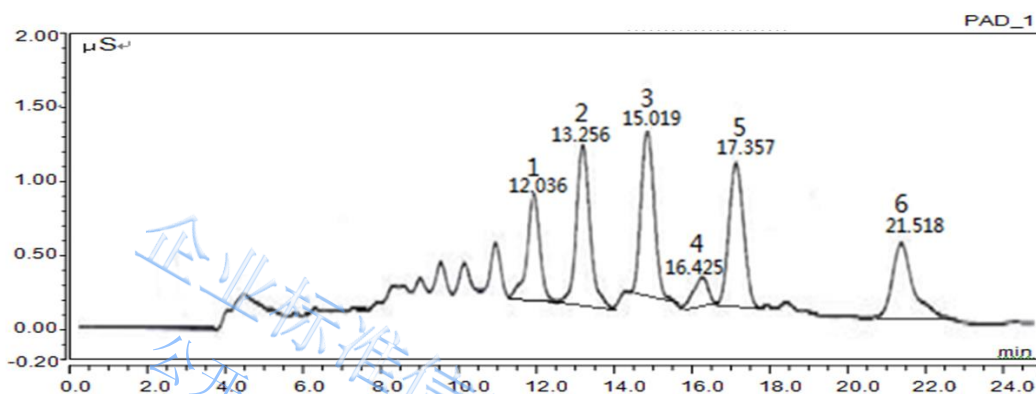
实验中各淋洗液上方均施加0.4MPa的氮气进行保护, 防止淋洗液吸收空气中二氧化碳。

上述操作参数为典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当的调整, 以期获得最佳效果。典型的6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂中氨基寡糖素离子色谱图见图B1、图B2。



1-壳六糖 2-壳五糖 3-壳四糖 4-氨基葡萄糖 5-壳三糖 6-壳二糖

图B1 混合标样离子色谱图



1-壳六糖 2-壳五糖 3-壳四糖 4-氨基葡萄糖 5-壳三糖 6-壳二糖
图B2 6%28-高芸苔·氨基寡糖素可溶液剂中氨基寡糖素离子色谱图

B5. 测定步骤

B5.1 标样溶液的制备

将安瓿瓶中的混合标样摇匀后静置5min，用砂轮小心割开后转移到2mL进样瓶。

B5.2 试样溶液的制备

称取1.25g（精确至0.0002 g）试样于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，超声震荡5min，冷却至室温，摇匀，静置后取上层清液置于离心管中，用离心机在3000r/min速度下离心10分钟，取清液用0.45 μm有机滤膜过滤，待测。

B5.3 鉴别

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氨基葡萄糖、壳二糖、壳三糖、壳四糖、壳五糖和壳六糖保留时间相对变化小于1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行对比鉴别。

B5.4 平均聚合度计算

氨基寡糖素平均聚合度n按（B1）式计算：

$$n = \frac{(A_1 \times 179.2 + A_2 \times 340.4 + A_3 \times 501.6 + A_4 \times 662.8 + A_5 \times 824.0 + A_6 \times 985.2) - 18}{161.2 \times (A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6)} \quad \dots\dots (B1)$$

其中：

A1-----氨基葡萄糖峰面积；

A2-----壳二糖峰面积；

A3-----壳三糖峰面积；

A4-----壳四糖峰面积；

A5-----壳五糖峰面积；

A6-----壳六糖峰面积；

179.2、340.1、501.6、662.8、824.0、985.2----分别为氨基葡萄糖、壳二糖、壳三糖、壳四糖、壳五糖和壳六糖的分子量，g/mol；

161.2-----聚合单体分子量，g/mol。