

前 言

本标准的第3章和第5章是强制的,其余是推荐的。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC133)归口。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:河北威远生物化工股份有限公司、浙江海正化工股份有限公司、华北制药集团爱诺有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、李秀杰、路莉、林元成、刘颖新、次素英。

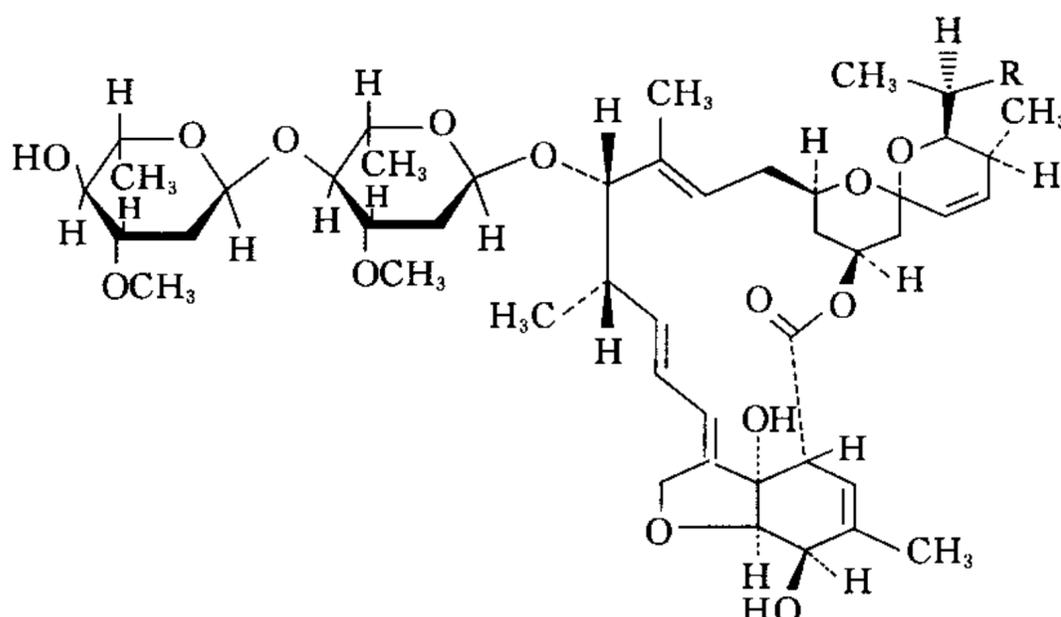
阿 维 菌 素 原 药

该产品有效成分阿维菌素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Abamectin

化学名称：(10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6S,6'S,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'-[(S)-仲丁基]-21,24-二羟基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}O^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6'-二氢-2'H-吡喃)-12-基 2,6-二脱氧-4-O-(2,6-二脱氧-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖苷(I)与(10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6S,6'R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-21,22-二羟基-6'-异丙基-5',11,13,22-四甲基-2-氧代-3,7,19-三氧杂四环[15.6.1.1^{4,8}O^{20,24}]二十五-10,14,16,22-四烯-6-螺-2'-(5',6',-二氢-2'H-吡喃)-12-基 2,6-二脱氧-4-O-(2,6-二脱氧-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- α -L-阿拉伯-己吡喃糖苷(II)(4:1)的混合物。

结构式：



(1) R=CH₃ (Abamectin B_{1a})

(2) R=CH₂CH₃ (Abamectin B_{1b})

实验式：(1) B_{1b}C₄₇H₇₀O₁₄, (2) B_{1a}C₄₈H₇₂O₁₄

相对分子质量：B_{1b}, 858.1; B_{1a}, 872.1 (按 1999 国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点：150℃~155℃

蒸气压(20℃)：<2×10⁻⁴ mPa

溶解度(21℃, g/L)：水(7~10)×10⁻⁶, 甲苯 350, 丙酮 100, 异丙醇 70, 三氯甲烷 25, 乙醇 20, 甲醇 19.5, 正丁醇 10, 环己烷 6

稳定性：在 pH 值 5~9 的水溶液(25℃)中稳定性好；对强酸强碱敏感；在紫外光照射下首先会转变为 8,9-Z 异构体，然后降解为未知产物。

1 范围

本标准规定了阿维菌素原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由阿维菌素及其生产中产生的杂质组成的阿维菌素原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。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 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 外观:白色至浅黄色晶体粉末,无可见外来杂质。

3.2 阿维菌素原药应符合表 1 要求。

表 1 阿维菌素原药控制项目指标

项 目	指 标
阿维菌素($B_{1a} + B_{1b}$)质量分数/%	\geq 92.0
$\alpha(B_{1a}/B_{1b})$	\geq 4.0
干燥减量/%	\leq 2.0
pH 值范围 ^a	4.5~7.0
丙酮不溶物的质量分数 ^a /%	\leq 0.2
^a 在正常生产情况下,pH 值、丙酮不溶物的质量分数至少每 3 个月检验 1 次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605 中“商品原药采样”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 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与阿维菌素含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某两色谱峰的保留时间与标样溶液中阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 色谱峰的保留时间,其相对差值均分别应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异(见图 1)。

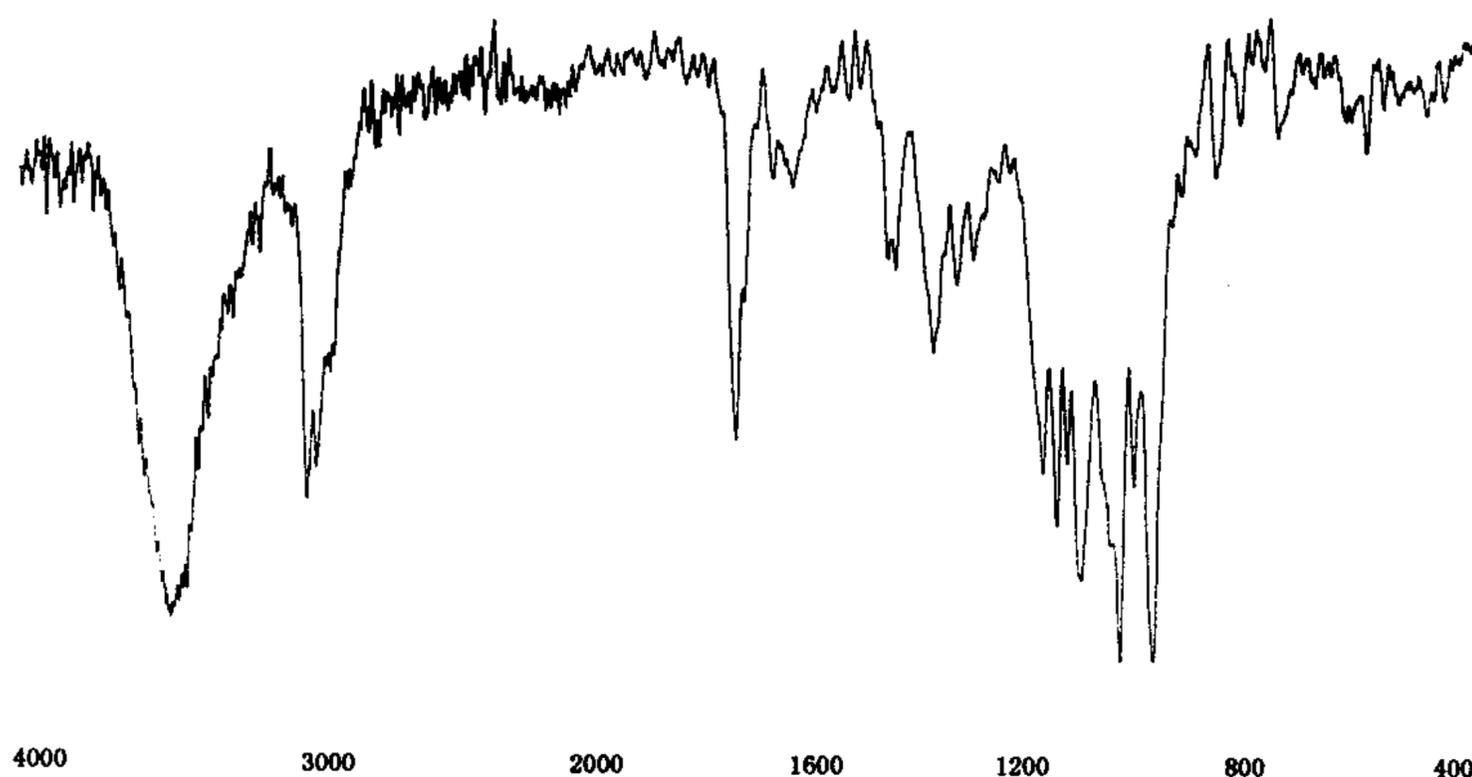


图1 阿维菌素标样红外光谱图

4.3 阿维菌素($B_{1a} + B_{1b}$)质量分数以及 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ 的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+乙腈+水为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(245 nm),对试样中的阿维菌素进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

乙腈:色谱级;

阿维菌素标样:已知阿维菌素($B_{1a} + B_{1b}$)质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:150 mm \times 3.9 mm (*id*) 不锈钢柱,内装 Nova-Pak C_{18} 、5 μ m 填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:乙腈:水)=38:38:24,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

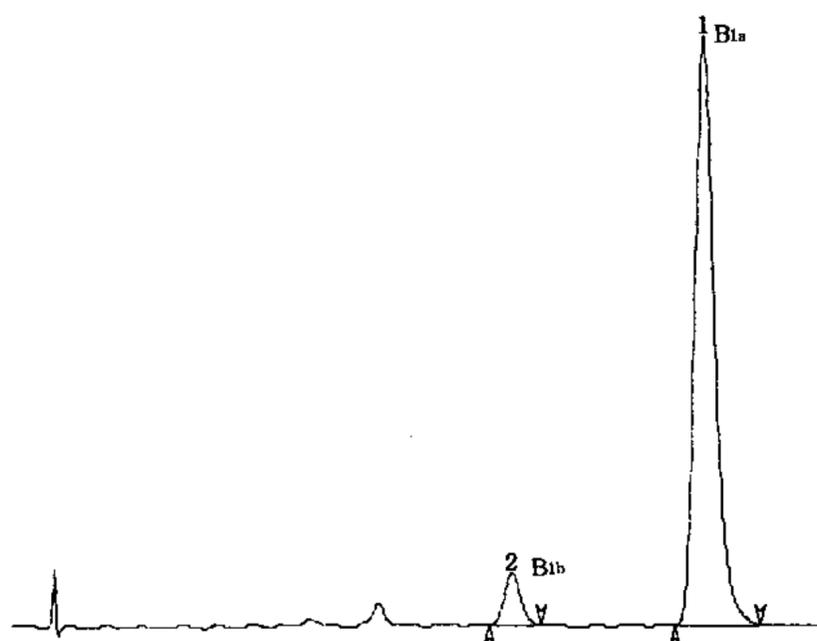
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:245 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间: B_{1a} 15.6 min, B_{1b} 11.3 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的阿维菌素原药高效液相色谱图见图2。



1——阿维菌素 B_{1a}；
2——阿维菌素 B_{1b}。

图 2 阿维菌素原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取阿维菌素标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含阿维菌素 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针阿维菌素(B_{1a} + B_{1b})峰面积相对变化小于 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。

4.3.6 计算

试样中阿维菌素(B_{1a} + B_{1b})的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A₁——标样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 峰面积和的平均值;

A₂——试样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 峰面积和的平均值;

m₁——标样的质量,单位为克(g);

m₂——标样的质量,单位为克(g);

p——标样中阿维菌素(B_{1a} + B_{1b})的质量分数, %。

试样中 α (B_{1a}/B_{1b})按式(2)计算:

$$\alpha(B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_{B1a}}{A_{B1b}} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_{B1a}——两针试样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 峰面积和的平均值;

A_{B1b}——两针试样溶液中,阿维菌素 B_{1b} 峰面积和的平均值。

4.3.7 允许差

阿维菌素质量分数两次平行测定结果之差,应不大于1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径70 mm,高40 mm;

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置2 g试样,铺平,称量(精确至0.01 g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘1 h后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至0.000 2 g)。

4.4.3 计算

试样中干燥减量 $X(\%)$,按式(3)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于±15%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按GB/T 1601测定。

4.6 丙酮不溶物的质量分数的测定

4.6.1 试剂和仪器

丙酮;

锥形烧瓶:250 mL,带配套的冷凝器;

玻璃砂芯坩埚:G3;

烘箱:105℃±2℃;

吸滤瓶:500 mL。

4.6.2 测定方法

称取试样10 g(精确至0.01 g),放入锥形烧瓶中,加入100 mL丙酮,加热回流15 min,立刻通过已恒重(精确至0.000 2 g)的坩埚过滤,再用60 mL丙酮,分三次洗涤锥形瓶,并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥30 min,取出放于干燥器中冷却,称量(精确至0.000 2 g)。

试样中丙酮不溶物的质量分数 $w_2(\%)$,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥后坩埚与丙酮不溶物的总质量,单位为克(g);

m_0 ——恒重后坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.7 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装和贮运

- 5.1 阿维菌素原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。
 - 5.2 阿维菌素原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每桶净含量应不大于 25 kg。
 - 5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。
 - 5.4 阿维菌素原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
 - 5.5 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。
 - 5.6 安全:阿维菌素对哺乳动物急性经口毒性较高,属高毒。应避免阿维菌素药剂污染水源。避免药剂接触皮肤,以免经皮肤吸收中毒。避免将药剂溅入眼中或吸入药雾。如果药剂接触皮肤或衣服,应立即用大量清水和肥皂冲洗;如溅入眼中,用大量清水冲洗后,请医生诊治;如有误服,立即催吐并给患者服用吐根糖浆或麻黄素,但切勿给已经昏迷的患者灌喂任何东西或催吐。避免使用能增强 γ -氨基丁酸活性的药物(如巴比妥等)。
 - 5.7 验收期:阿维菌素原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内,完成产品质量验收,其各项指标均应符合本标准要求。
-