

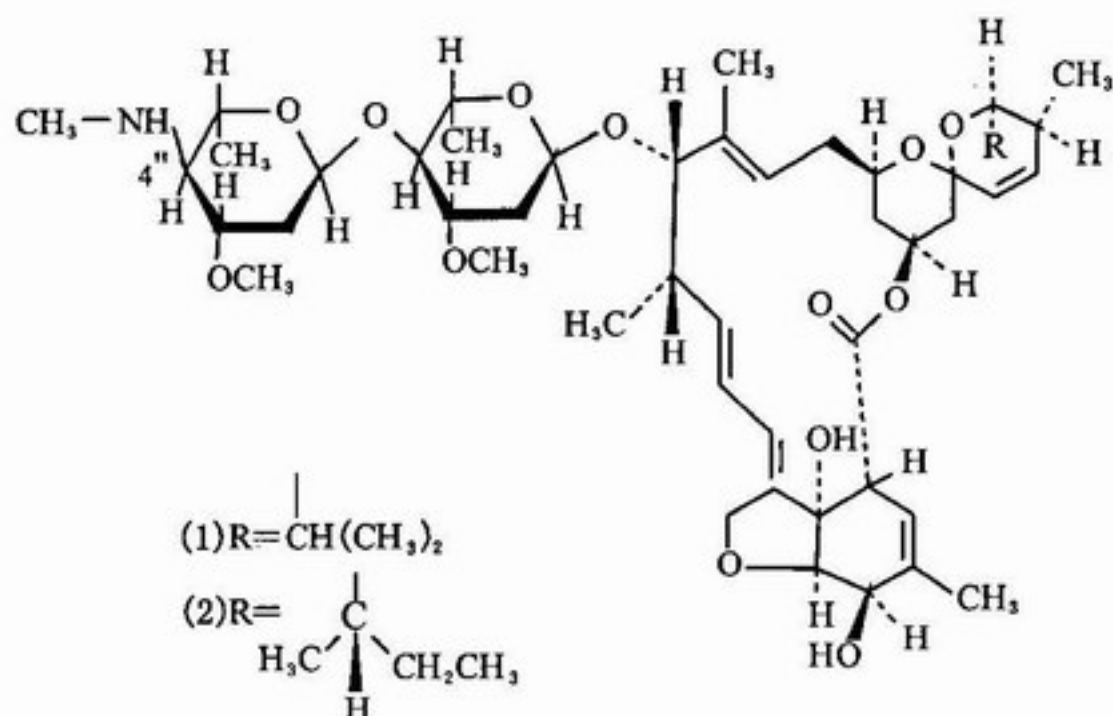
甲氨基阿维菌素原药

该产品有效成分甲氨基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：emamectin B₁

化学名称：4''-甲氨基-4''-脱氧阿维菌素 B₁。

结构式：



实验式：(1) B_{1b} C₄₈H₇₃NO₁₃, (2) B_{1a} C₄₉H₇₅NO₁₃

相对分子质量：B_{1b} 872.11; B_{1a} 886.13(按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀虫杀螨剂。

熔点：141℃~146℃。

溶解性(室温)：溶于丙酮和甲醇，微溶于水，不溶于己烷。

稳定性：在通常的贮存条件下稳定，对紫外光不稳定。

1 范围

本标准规定了甲氨基阿维菌素原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由甲氨基阿维菌素(盐)及其生产中产生的杂质组成的甲氨基阿维菌素原药。

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 1600—2001 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

白色至淡黄色粉末。

3.2 技术指标

甲氨基阿维菌素原药还应符合表 1 要求。

表 1 甲氨基阿维菌素原药控制项目指标

项 目	指 标
甲氨基阿维菌素质量分数/%	\geq 79.1
B_{1a} 与 B_{1b} 物质的量之比 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$	\geq 20.0
水分/%	\leq 2.0
pH 值范围	4.0~8.0
丙酮不溶物*/%	\leq 0.5
* 正常生产时,丙酮不溶物每 3 个月至少检测一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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——本鉴别试验可与甲氨基阿维菌素含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某两色谱峰的保留时间与标样溶液中甲氨基阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 色谱峰的保留时间,其相对差值均应在 1.5% 以内。

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

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+乙腈+氨水溶液为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(245 nm),对试样中的甲氨基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;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氨水($NH_3 \cdot H_2O$):质量分数 $w(NH_3) = 26\% \sim 30\%$;

氨水溶液:体积比 $\phi(H_2O : NH_3 \cdot H_2O) = 300 : 1$;

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样:已知甲氨基阿维菌素苯甲酸盐($B_{1a} + B_{1b}$)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(i. d.) 不锈钢柱,内装 Nova-Pak C_{18} 、粒径为 5 μm 的填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\ \mu\text{m}$;

微量进样器: $50\ \mu\text{L}$;

定量进样管: $5\ \mu\text{L}$;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:体积比 ϕ (甲醇:乙腈:氨水溶液) = 42:42:16, 经滤膜过滤, 并进行脱气;

流速: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$;

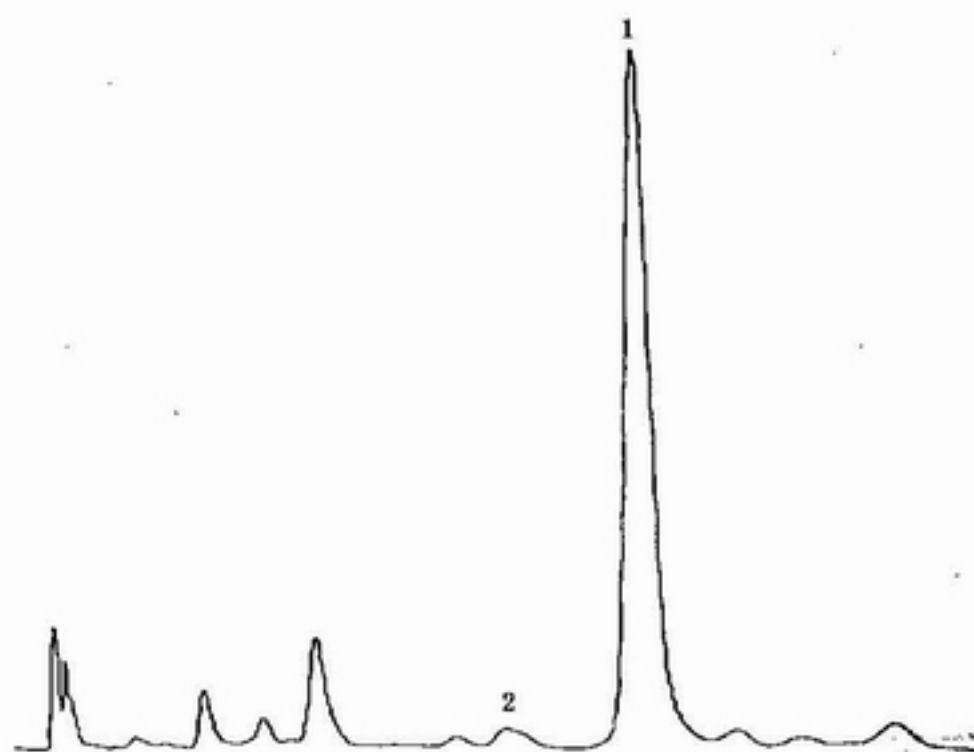
柱温:室温(温差变化应不大于 2°C);

检测波长: $245\ \text{nm}$;

进样体积: $5\ \mu\text{L}$;

保留时间:甲氨基阿维菌素 B_{1a} 约 $11.0\ \text{min}$, 甲氨基阿维菌素 B_{1b} 约 $8.5\ \text{min}$ 。

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。
典型的甲氨基阿维菌素原药高效液相色谱图见图 1。



1——甲氨基阿维菌素 B_{1a} ;

2——甲氨基阿维菌素 B_{1b} 。

图 1 甲氨基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

称取含 $0.1\ \text{g}$ 甲氨基阿维菌素的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样(精确至 $0.0002\ \text{g}$), 置于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含甲氨基阿维菌素 $0.1\ \text{g}$ 的试样(精确至 $0.0002\ \text{g}$), 置于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 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,直至相邻两针甲氨基阿维菌素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。

4.3.6 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甲氨基阿维菌素峰面积分别进行平均。试样中甲氨基阿维菌素的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times \frac{886.13}{1\,008.26} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,甲氨基阿维菌素($B_{1a} + B_{1b}$)峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,甲氨基阿维菌素($B_{1a} + B_{1b}$)峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数, %;

886.13——甲氨基阿维菌素的相对分子质量;

1 008.26——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的相对分子质量。

试样中 B_{1a} 与 B_{1b} 物质的量之比 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ 按式(2)计算:

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

式中:

$A_{B_{1a}}$ ——两针试样溶液中,甲氨基阿维菌素 B_{1a} 峰面积的平均值;

$A_{B_{1b}}$ ——两针试样溶液中,甲氨基阿维菌素 B_{1b} 峰面积的平均值。

4.3.7 允许差

甲氨基阿维菌素质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

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、贮运

5.1 甲氨基阿维菌素原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 甲氨基阿维菌素原药大包装应用清洁、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;小包装应用清洁、干燥、内衬塑料袋的铝箔袋包装,每袋净含量应不大于 1 kg。

- 5.3 根据用户要求或订货协议,可采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。
- 5.4 甲氨基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:甲氨基阿维菌素对哺乳动物急性经口毒性为中毒。应避免甲氨基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,立即催吐后,请医生诊治。
- 5.7 验收期:甲氨基阿维菌素原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。
-