

## 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:浙江海正化工股份有限公司、河北威远生物化工股份有限公司、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、林元成、路莉、刘颖新、次素英。

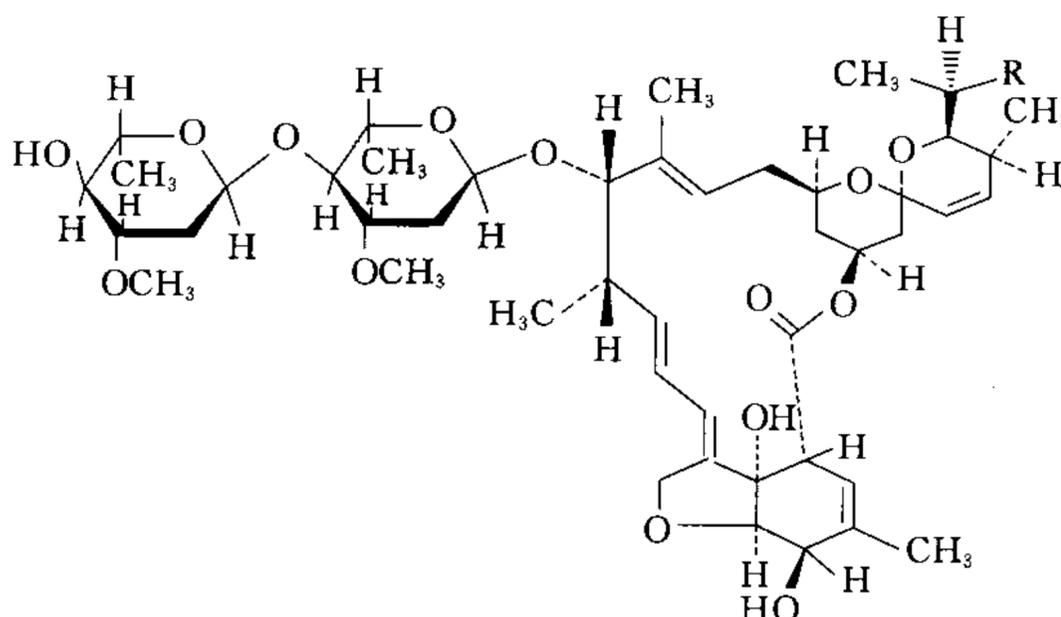
## 阿 维 菌 素 乳 油

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<sup>4,8</sup>O<sup>20,24</sup>]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- $\alpha$ -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- $\alpha$ -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<sup>4,8</sup>O<sup>20,24</sup>]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- $\alpha$ -L-阿拉伯-己吡喃糖基)-3-O-甲基- $\alpha$ -L-阿拉伯-己吡喃糖苷(II)(4:1)的混合物。

结构式：



(1) R=CH<sub>3</sub> (Abamectin B<sub>1a</sub>)

(2) R=CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> (Abamectin B<sub>1b</sub>)

实验式：(1) B<sub>1b</sub> C<sub>47</sub>H<sub>70</sub>O<sub>14</sub>, (2) B<sub>1a</sub> C<sub>48</sub>H<sub>72</sub>O<sub>14</sub>

相对分子质量：B<sub>1b</sub>, 858.1; B<sub>1a</sub>, 872.1 (按 1995 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<sup>-4</sup> mPa

溶解度(21℃, g/L)：水(7~10)×10<sup>-6</sup>, 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乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于阿维菌素原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的阿维菌素乳油。

## 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 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605 商品农药采样方法
- GB 4838 农药乳油包装
- GB 19336 阿维菌素原药

## 3 要求

- 3.1 外观:应是稳定的均相液体,无可见的悬浮物和沉淀。
- 3.2 配制阿维菌素乳油所用的原药应符合 GB 19336 的要求。
- 3.3 阿维菌素乳油应符合表 1 要求。

表 1 阿维菌素乳油控制项目指标

| 项 目                             | 指 标                   |
|---------------------------------|-----------------------|
| 阿维菌素( $B_{1a} + B_{1b}$ )质量分数/% | $\geq$ 标示值(应精确至 0.1%) |
| $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$         | $\geq$ 4.0            |
| 水分的质量分数/%                       | $\leq$ 0.6            |
| pH 值范围                          | 4.5~7.0               |
| 乳液稳定性(稀释 200 倍)                 | 合格                    |
| 低温稳定性 <sup>a</sup>              | 合格                    |
| 热贮稳定性 <sup>a</sup>              | 合格                    |

<sup>a</sup> 低温、热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每 3 个月检验 1 次。

## 4 试验方法

### 4.1 抽样

按照 GB/T 1605 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 200 mL。

### 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。

### 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  $\mu$ m 填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m;

微量进样器:50  $\mu$ L;

定量进样管:5  $\mu$ L;

超声波清洗器。

#### 4.3.4 高效液相色谱操作条件

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

流量:1.0 mL/min;

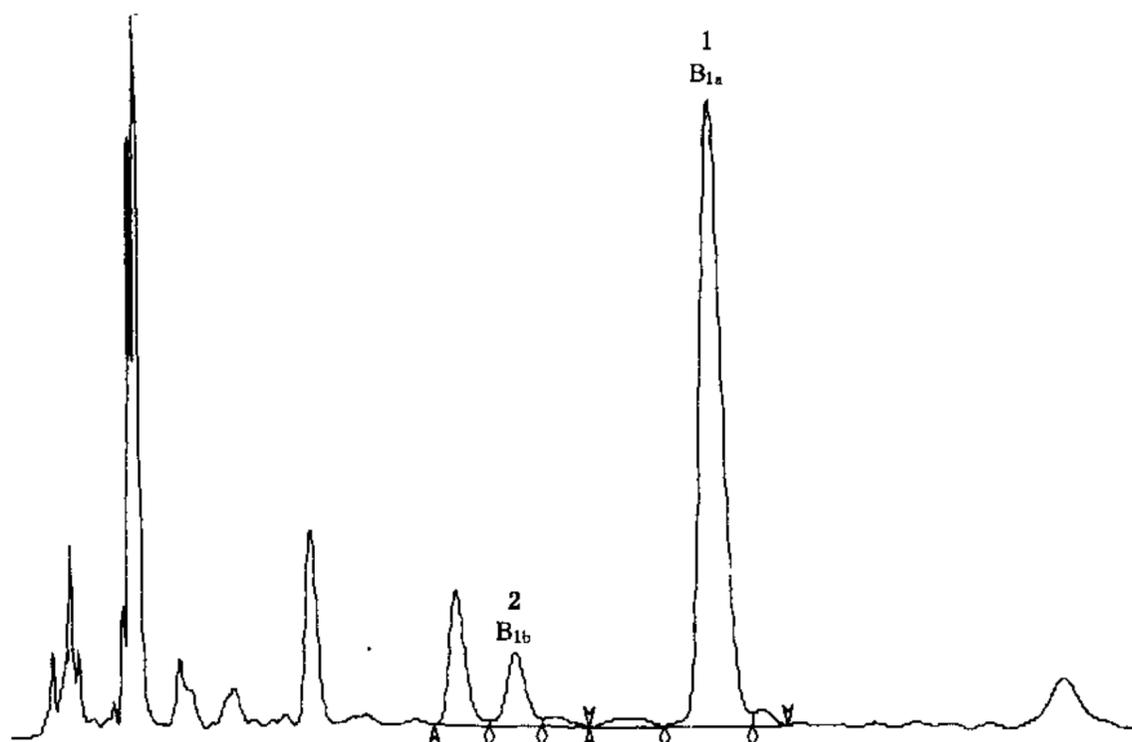
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:245 nm;

进样体积:5  $\mu$ 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。典型的阿维菌素乳油高效液相色谱图见图 1。



1——阿维菌素  $B_{1a}$ ;

2——阿维菌素  $B_{1b}$ 。

图 1 阿维菌素乳油的高效液相色谱图

#### 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<sub>1a</sub> + B<sub>1b</sub>)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<sub>1a</sub> + B<sub>1b</sub>)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:

A<sub>1</sub>——标样溶液中,阿维菌素 B<sub>1a</sub> 与 B<sub>1b</sub> 峰面积和的平均值;

A<sub>2</sub>——试样溶液中,阿维菌素 B<sub>1a</sub> 与 B<sub>1b</sub> 峰面积和的平均值;

m<sub>1</sub>——标样的质量,单位为克(g);

m<sub>2</sub>——试样的质量,单位为克(g);

p——标样中阿维菌素(B<sub>1a</sub> + B<sub>1b</sub>)的质量分数, %。

试样中  $\alpha$ (B<sub>1a</sub>/B<sub>1b</sub>)按式(2)计算:

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

式中:

A<sub>B<sub>1a</sub></sub>——两针试样溶液中,阿维菌素 B<sub>1a</sub> 峰面积和的平均值;

A<sub>B<sub>1b</sub></sub>——两针试样溶液中,阿维菌素 B<sub>1b</sub> 峰面积和的平均值。

4.3.7 允许差

对阿维菌素质量分数大于 1.0%的试样两次平行测定结果之相对差,应不大于 5%;对阿维菌素质量分数不大于 1.0%的试样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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行;上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

4.7.1 方法提要

试样在 0℃ 保持 1 h,记录有无固体和油状物析出,继续在 0℃ 下贮存 7 d,离心将固体析出物沉降,记录其体积。

4.7.2 仪器

制冷器:保持 0℃ ± 2℃;

离心管:100 mL,管底刻度精确至 0.05 mL;

离心机:与离心管配套。

4.7.3 试验步骤

取 100 mL ± 1.0 mL 的样品加入离心管中,在制冷器中冷却至 0℃ ± 2℃,让离心管及其内容物在 0℃ ± 2℃ 下保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌 1 次,每次 15 s,检查并记录有无固体物或油状物析出。将

离心管放回制冷器,在 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 继续放置7 d,将离心管取出,在室温(不超过 $20^{\circ}\text{C}$ )下静置3 h,离心分离15 min(管子顶部相对离心力为 $500\text{ g}\sim 600\text{ g}$ , $g$ 为重量力加速度)。记录管子底部析出物的体积(精确至 $0.05\text{ mL}$ )。析出物不超过 $0.3\text{ mL}$ 为合格。

#### 4.8 热贮稳定性试验

##### 4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴): $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ;

安瓿(或 $54^{\circ}\text{C}$ 仍能密封的具塞玻璃瓶): $50\text{ mL}$ ;

医用注射器, $50\text{ mL}$ 。

##### 4.8.2 测定步骤

用注射器将约 $30\text{ mL}$ 试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中,(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中致冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发)。至少封3瓶,分别称量。将封好的安瓿瓶置于金属容器内,再将金属容器放入 $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温箱(或水浴)中,放置14 d,取出冷至室温,将安瓿外部擦净后分别称量,质量未发生变化的试样,于24 h内,对阿维菌素含量和乳液稳定性进行检验。阿维菌素的质量分数应不低于贮前质量分数的95%,乳液稳定性应符合本标准要求。

#### 4.9 产品的检验与验收

产品的检验与验收,应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装和贮运

5.1 阿维菌素乳油的标志、标签和包装,应符合GB 4838的规定。

5.2 阿维菌素乳油应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶、铝瓶或氟化瓶包装,每瓶净含量为 $50\text{ g}(\text{mL})$ 、 $100\text{ g}(\text{mL})$ 、 $250\text{ g}(\text{mL})$ 、 $500\text{ g}(\text{mL})$ ;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 $15\text{ kg}$ 。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合GB 4838的规定。

5.4 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:阿维菌素乳油属低毒。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 $\gamma$ -氨基丁酸活性的药物(如巴比妥等)。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,阿维菌素乳油的保证期,从生产日期算起为2年。在保证期内,水分的质量分数允许升至 $1.0\%$ ,其余各项指标均应符合本标准要求。