



中华人民共和国国家标准

GB/T 20693—2020
代替 GB/T 20693—2006

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药

Emamectin benzoate technical material

2020-03-06 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20693—2006《甲氨基阿维菌素原药》，本标准与 GB/T 20693—2006 相比，主要技术变化如下：

- 增加了甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数控制项目(见 3.2)；
- 甲氨基阿维菌素质量分数由不低于 79.1%改为不低于 83.5%(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 增加了苯甲酸质量分数控制项目(见 3.2)；
- 删除了水分控制项目(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 丙酮不溶物由不高于 0.5%改为不高于 0.2%(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 增加了苯甲酸质量分数的测定(见 4.5)；
- 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药验收期 1 个月改为质量保证期 2 年(见 5.2, 2006 年版的 5.7)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准起草单位：河北威远生物化工有限公司、先正达南通作物保护有限公司、河北兴柏农业科技有限公司、湖北荆洪生物科技股份有限公司、京博农化科技有限公司、海正化工南通有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：范朝辉、梅宝贵、王福君、刘进峰、李晓梅、曹同波、胡波、杨锦蓉、侯以利、邢君。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20693—2006。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药

1 范围

本标准规定了甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由甲氨基阿维菌素苯甲酸盐及其生产中产生的杂质组成的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药。

注：甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 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（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 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 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

类白色粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药还应符合表 1 要求。

表 1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药控制项目指标

项 目	指 标
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(B _{1a} +B _{1b})质量分数/%	≥ 95.0
甲氨基阿维菌素(B _{1a} +B _{1b})质量分数/%	≥ 83.5
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B _{1a} 与 B _{1b} 的比值	≥ 20.0
苯甲酸质量分数/%	≥ 11.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.2
pH 范围	4.0~8.0
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

警示——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 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

4.3 鉴别试验

4.3.1 红外光谱法

试样与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样红外光谱图见图 1。

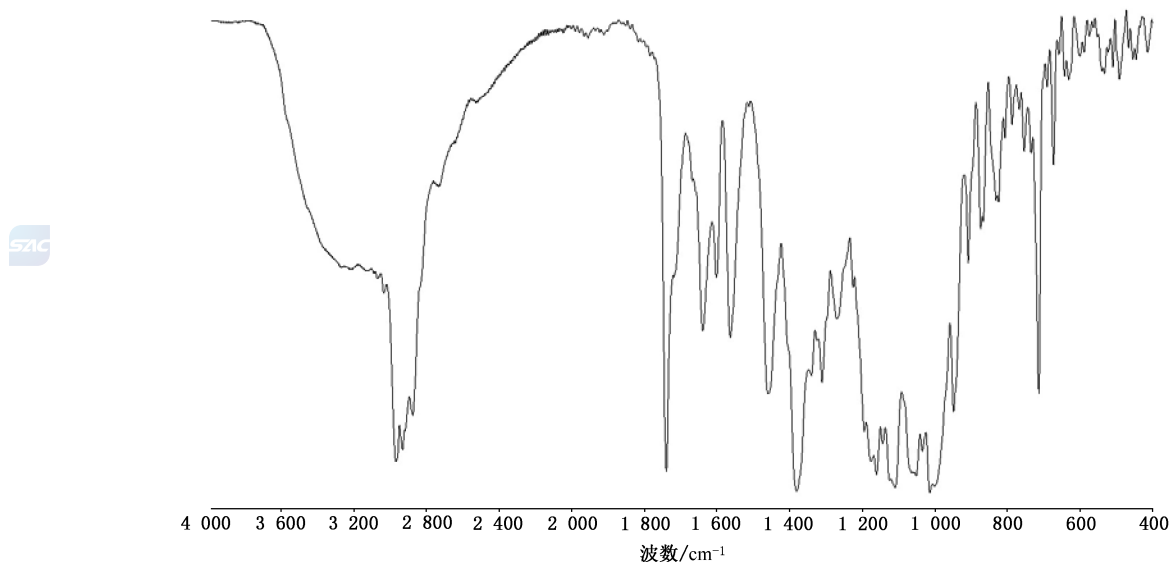


图 1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样的红外光谱图

4.3.2 甲氨基阿维菌素鉴别试验

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。

4.3.3 苯甲酸鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯甲酸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苯甲酸色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(甲氨基阿维菌素)质量分数以及甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值的测定

4.4.1 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 C₁₈ 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(甲氨基阿维菌素苯甲酸盐)进行高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液



甲醇:色谱级。

乙腈:色谱级。

浓氨水(NH₃·H₂O): $w(\text{NH}_3)=25\%\sim 30\%$ 。

氨水溶液: $\phi(\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O})=1:300$ 。

水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

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质量分数, $w\geq 97.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

定量进样管:5 μL。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\phi(\text{甲醇}:\text{乙腈}:\text{氨水溶液})=35:50:15$ 。

流速:1.4 mL/min。

柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

检测波长:245 nm。

进样体积:5 μL。

保留时间:甲氨基阿维菌素 B_{1b} 约 11.1 min、甲氨基阿维菌素 B_{1a} 约 14.0 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苯甲酸盐原药高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——甲氨基阿维菌素 B_{1b};

2——甲氨基阿维菌素 B_{1a}。

图 2 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样(精确至 0.000 1 g),置于 50 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 5 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取 0.1 g 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药(精确至 0.000 1 g),置于 50 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 5 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 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。

4.4.6 计算

试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数按式(1)计算,试样中甲氨基阿维菌素质量分数按式(2)计算:



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

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times \frac{886.1}{1\,008.3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_1 ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数, %;
- A_2 ——试样溶液中,甲氨基阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 峰面积和的平均值;
- m_1 ——标样的质量,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, %;
- A_1 ——标样溶液中,甲氨基阿维菌素 B_{1b} 与 B_{1a} 峰面积和的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w_2 ——甲氨基阿维菌素的质量分数, %;

886.1 ——甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的相对分子质量；
1 008.3 ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 的相对分子质量。
试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值按式(3)计算：

$$\alpha(B_{1a}/B_{1b}) = \frac{A_{B_{1a}}}{A_{B_{1b}}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ ——试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a} 与 B_{1b} 比值；
 $A_{B_{1a}}$ ——试样溶液中，甲氨基阿维菌素 B_{1a} 的峰面积；
 $A_{B_{1b}}$ ——试样溶液中，甲氨基阿维菌素 B_{1b} 的峰面积。

4.4.7 允许差

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(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。

4.5 苯甲酸质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(245 nm)，对试样中的苯甲酸进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

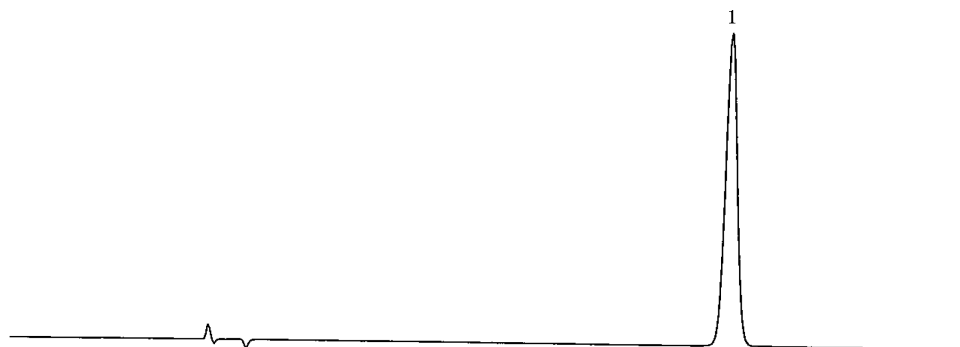
甲醇：色谱级。
水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
冰乙酸。
苯甲酸标样：已知苯甲酸质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。
定量进样管：5 μL。
超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (甲醇：水：冰乙酸)=50：50：0.1。
流速：1.0 mL/ min。
柱温：室温(温度变化应不大于 2℃)。
检测波长：245 nm。
进样体积：5 μL。
保留时间：苯甲酸约 9.0 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苯甲酸盐原药中苯甲酸测定的高效液相色谱图见图 3。



说明:

1——苯甲酸。

图3 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药中苯甲酸测定的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 苯甲酸标样(精确至 0.000 1 g),置于 50 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 5 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.1 g 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.3 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,直至相邻两针苯甲酸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。

4.5.6 计算

试样中苯甲酸的质量分数按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_3 ——苯甲酸的质量分数,%;

A_2 ——试样溶液中,苯甲酸峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中苯甲酸的质量分数,%;

A_1 ——标样溶液中,苯甲酸峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

10 ——苯甲酸标样的稀释倍数。

4.5.7 允许差

苯甲酸质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签、包装

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;甲氨基阿维菌素苯甲酸盐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 1 kg。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。

6.2 储运

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药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。

稳定性:在通常的储存条件下稳定,对紫外光不稳定