



中华人民共和国国家标准

GB/T 34761—2017

春雷霉素可湿性粉剂

Kasugamycin wettable powders

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国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。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:北京绿色农华植保科技有限责任公司、吉林省延边春雷生物药业有限公司、陕西绿盾生物制品有限责任公司、陕西上格之路生物科学有限公司、国家生物农药质量监督检验中心。

本标准主要起草人:黎娜、张雪冰、徐万涛、宋晨阳、颜瑞莉、梅红玉、陈书华、张美红。

春雷霉素可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了春雷霉素可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。
本标准适用于由春雷霉素原药、适宜的助剂和填料加工成的春雷霉素可湿性粉剂。
注：春雷霉素的其他名称、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 1600 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- 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 14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

春雷霉素可湿性粉剂由符合标准的春雷霉素原药与适宜的助剂和填料加工制成，为均匀的疏松粉末，未结团块。

3.2 技术指标

春雷霉素可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 春雷霉素可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标		
	2 %	4 %	6 %
春雷霉素质量分数 / %	$2.0^{+0.3}_{-0.3}$	$4.0^{+0.4}_{-0.4}$	$6.0^{+0.6}_{-0.6}$
pH 值范围	4.0~8.0		

表 1 (续)

项 目	指 标		
	2 %	4 %	6 %
水分 / %	≤	3.0	
润湿时间 / s	≤	120	
细度(通过 45 μm 试验筛) / %	≥	98	
悬浮率 / %	≥	80	
热贮稳定性(40 ℃ ± 2 ℃ , 8 周) ^a		合格	
^a 正常生产时热贮稳定性试验每 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 中的 5.3.3 固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 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与春雷霉素质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中春雷霉素色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 春雷霉素质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解,以十二烷基磺酸钠溶液+乙腈为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(210 nm),对试样中的春雷霉素进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯。

水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

十二烷基磺酸钠。

十二烷基磺酸钠溶液:称取 1.6 g 十二烷基磺酸钠于 1 L 具塞玻璃瓶中,加入 800 mL 水,超声振荡

15 min, 摇匀。

春雷霉素盐酸盐合物标样: 已知质量分数, $w \geq 80\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱: 150 mm × 4.6 mm (内径) 不锈钢柱, 内装 C_{18} 、5 μm 填充物。

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器: 50 μL 。

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: 将 200 mL 乙腈和 800 mL 十二烷基磺酸钠溶液混合, 摇匀。用磷酸调 pH 值至 2.5, 经滤膜过滤, 并进行脱气。

流速: 1.0 mL/min。

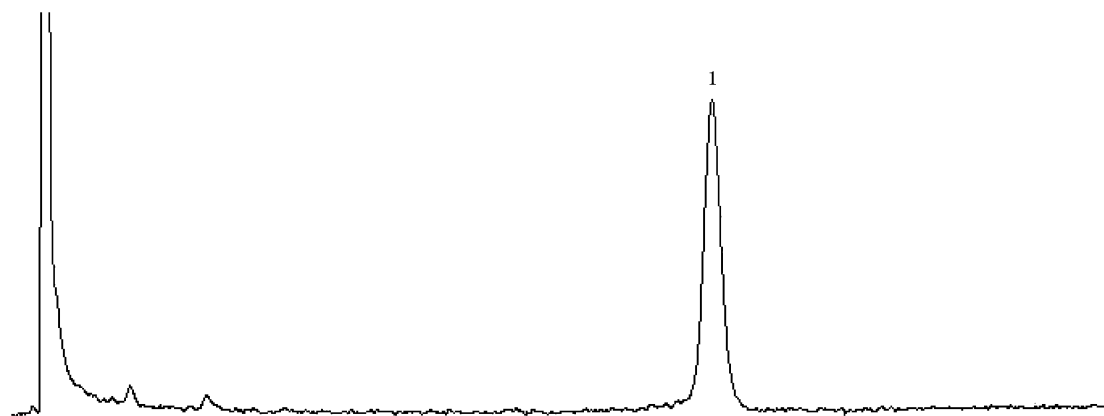
柱温: 室温。

检测波长: 210 nm。

进样体积: 5 μL 。

保留时间: 春雷霉素 约 13.1 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。典型的春雷霉素可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——春雷霉素。

图 1 春雷霉素可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取含春雷霉素 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 的春雷霉素盐酸盐合物标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含春雷霉素 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,过滤。

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,直至相邻两针春雷霉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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中春雷霉素峰面积分别进行平均。试样中春雷霉素的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times \frac{M_1}{M_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中春雷霉素质量分数,%;

A_2 ——试样溶液中,春雷霉素峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中春雷霉素盐酸盐水合物的质量分数,%;

A_1 ——标样溶液中,春雷霉素峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

M_1 ——春雷霉素的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=379.4$);

M_2 ——春雷霉素盐酸盐水合物的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=433.8$)。

4.4.7 允许差

春雷霉素质量分数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。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 2 g),将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中,用 60 mL 二次蒸馏水分 3 次将 25 mL 的剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中,在超声波下振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀。过滤后,按 4.4 测定春雷霉素的质量,计算其悬浮率。本方法两次平行测定结果之差应不大于 5.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮条件为 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下贮存 8 周。热贮后,春雷霉素质量分数应不低于贮前测得春雷霉素质量分数的 95%,悬浮率仍应符合标准要求为合格。

4.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

春雷霉素可湿性粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;春雷霉素可湿性粉剂应采用镀铝塑料袋或复合铝箔袋包装,每袋净含量 100 g。外包装用瓦楞纸箱或钙塑箱中,每箱净含量 10 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

春雷霉素可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。

5.3 安全

本品属低毒杀菌剂。使用本品时要避免与皮肤接触,施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,春雷霉素可湿性粉剂的保证期,从生产日期起为 2 年。

附 录 A (资料性附录)

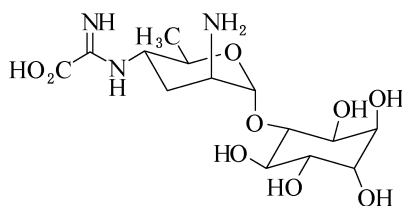
春雷霉素、春雷霉素盐酸盐水合物的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分春雷霉素的其他名称、结构式和基本物化参数

通用名称:春雷霉素

英文名称:Kasugamycin

IUPAC 名称:[5-氨基-2-甲基-6-(2,3,4,5,6-五羟基环己基氧代)四氢吡喃-3-基]氨基- α -亚氨乙酸
结构式:



CAS 登录号:[6980-18-3]

实验式: $C_{14}H_{25}N_3O_9$

相对分子质量:379.4

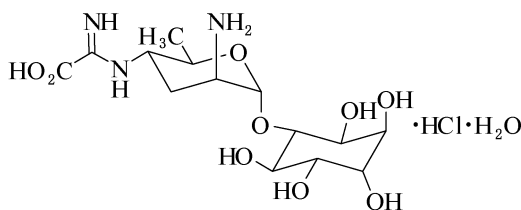
A.2 本产品有效成分以春雷霉素盐酸盐水合物的形式存在,它的其他名称、结构式和基本物化参数

通用名称:春雷霉素盐酸盐水合物

英文名称:Kasugamycin hydrochloride hydrate

IUPAC 名称:[5-氨基-2-甲基-6-(2,3,4,5,6-五羟基环己基氧代)四氢吡喃-3-基]氨基- α -亚氨乙酸
盐酸盐水合物

结构式:



CAS 登录号:[19408-46-9]

实验式: $C_{14}H_{28}ClN_3O_{10}$

相对分子质量:433.8

生物活性:杀菌

熔点:202 °C~204 °C(分解)

溶解性(25 °C):水中 207 g/L(pH 5),228 g/L(pH 7),438 g/L(pH 9);甲醇中 2.76 mg/kg,丙酮、二甲苯中小于 1 mg/kg。

稳定性:室温下稳定。弱酸中稳定,强酸和碱中不稳定。