



中华人民共和国国家标准

GB/T 19336—2017
代替 GB/T 19336—2003

阿维菌素原药

Abamectin technical material

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 19336—2003《阿维菌素原药》，本标准与 GB/T 19336—2003 相比，主要技术变化如下：

——阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值由不低于 4.0 改为不低于 10.0。

——取消了干燥减量控制项目。

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：河北威远生化农药有限公司、石家庄市兴柏生物工程有限公司、华北制药集团爱诺有限公司、广西田园生化股份有限公司、齐鲁制药(内蒙古)有限公司、浙江海正化工股份有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、王博、杨锦蓉、暴连群、逯凯霄、胡全保、于洪波、王天胜、次素英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 19336—2003。

阿维菌素原药

1 范围

本标准规定了阿维菌素原药的要求、试验方法、验收以及标志、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。

注：阿维菌素的其他名称、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 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

白色至浅黄色晶体粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

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/%	≥ 92.0
阿维菌素 B _{1a} 与 B _{1b} 的比值	≥ 10.0
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.2
pH 值范围	4.5~7.0
^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 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与阿维菌素标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。阿维菌素标样红外光谱图见图 1。

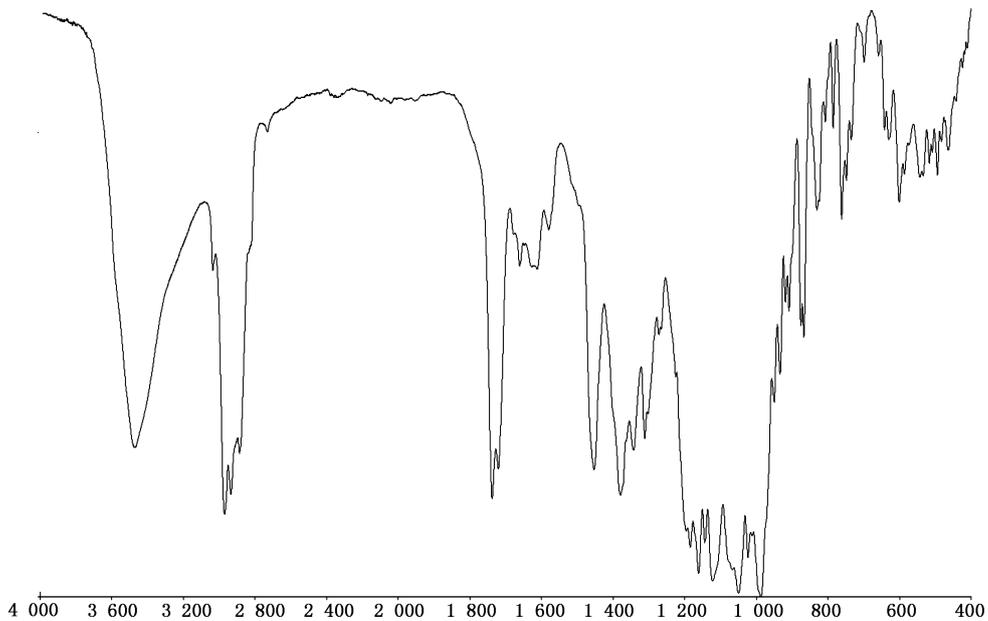


图 1 阿维菌素标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与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。

4.4 阿维菌素质量分数以及阿维菌素 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+水为流动相,使用以 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高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

乙腈:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

阿维菌素标样:已知阿维菌素质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

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(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱)。

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: φ (甲醇:乙腈:水)=45:40:15。

流速:1.0 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

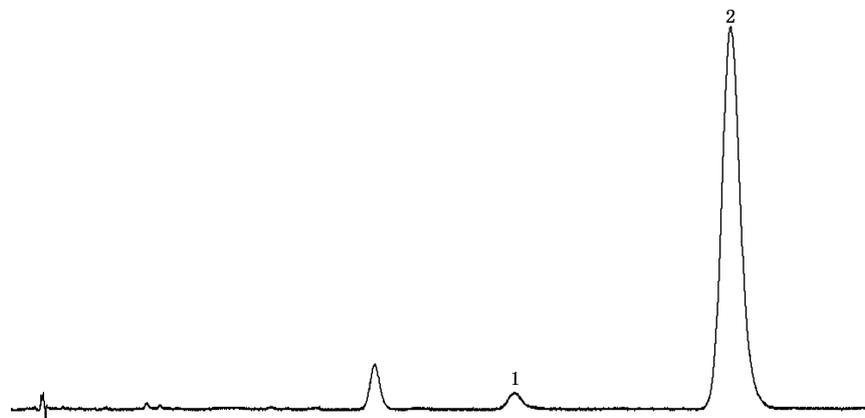
检测波长:245 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:阿维菌素 B_{1b} 约 16.0 min,阿维菌素 B_{1a} 约 23.5 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。



说明:

1——阿维菌素 B_{1b} ;

2——阿维菌素 B_{1a} 。

图 2 阿维菌素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 0.05 g 阿维菌素标样(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。

4.4.5.2 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 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻

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,直至相邻两针阿维菌素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。

4.4.6 计算

试样中阿维菌素的质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ω_1 ——阿维菌素的质量分数,%;
- A_2 ——试样溶液中,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);
- ω ——标样中阿维菌素的质量分数,%;
- A_1 ——标样溶液中,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)。



试样中阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值按式(2)计算:

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

式中:

- $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ ——试样中阿维菌素 B_{1a} 与 B_{1b} 的比值;
- $A_{B_{1a}}$ ——试样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 的峰面积;
- $A_{B_{1b}}$ ——试样溶液中,阿维菌素 B_{1b} 的峰面积。

4.4.7 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 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。阿维菌素原药验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装和贮运

6.1 标志、标签和包装

阿维菌素原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定;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。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 贮运

阿维菌素原药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。

附录 A
(资料性附录)

阿维菌素的其他名称、结构式和基本物化参数

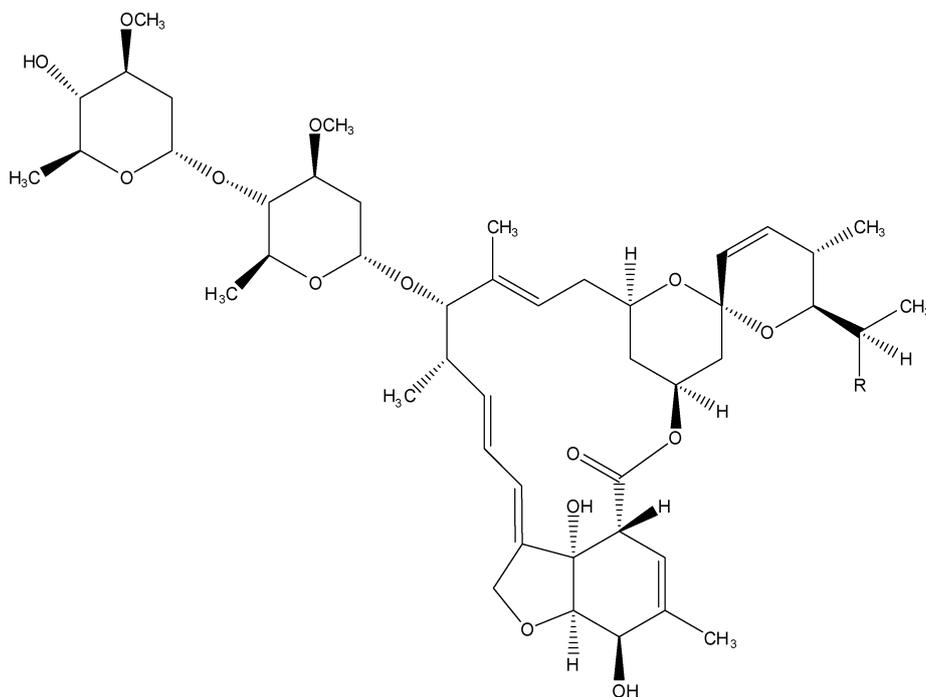
ISO 通用名称: Abamectin

CAS 登录号: [71751-41-2]

CIPAC 数字代码: 284

化学名称: (10E, 14E, 16E)- (1R, 4S, 5'S, 6S, 6'R, 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}.0^{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)- (1R, 4S, 5'S, 6S, 6'R, 8R, 12S, 13S, 20R, 21R, 24S)- 6'-异丙基- 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}.0^{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) 的混合物

结构式:



实验式: (I) R = —CH₂CH₃ B_{1a} C₄₈H₇₂O₁₄ (II) R = —CH₃ B_{1b} C₄₇H₇₀O₁₄

相对分子质量: B_{1a} 873.1; B_{1b} 859.1

生物活性: 杀虫、杀螨

熔点: 161.8 °C ~ 169.4 °C (分解)

蒸气压 (20 °C): 3.7 × 10⁻³ mPa

溶解度:水 1.21 mg/L(25 ℃),甲苯 23 g/L,丙酮 72 g/L,甲醇 13 g/L,正辛醇 83 g/L,乙酸乙酯 160 g/L,二氯甲烷 470 g/L,正己烷 0.11 g/L。

稳定性:在 pH 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变成 8,9-Z 异构体,然后降解为未知产物。
