



中华人民共和国国家标准

GB/T 34154—2017

井冈霉素可溶粉剂

Jingangmycin A water soluble powders

2017-09-07 发布

2018-04-01 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:浙江省桐庐汇丰生物化工有限公司、浙江钱江生物化学股份有限公司、福建浦城绿安生物农药有限公司、武汉科诺生物科技股份有限公司、青岛星牌作物科学有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、张雪冰、闫雪艾、朱建新、江红、刘荷梅、韩海康、郑桐。

井冈霉素可溶粉剂

1 范围

本标准规定了井冈霉素可溶粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。
本标准适用于由井冈霉素 A 和载体及适宜的助剂加工而成的井冈霉素可溶粉剂。
注：井冈霉素的其他名称、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 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 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 外观

本品为均匀的粉末。

3.2 技术指标

井冈霉素可溶粉剂还应符合表 1 要求。

表 1 井冈霉素可溶粉剂控制项目指标

项 目	指 标				
	2.4%	5%	8%	16%	28%
井冈霉素 A 质量分数/%	$2.4^{+0.4}_{-0.4}$	$5.0^{+0.5}_{-0.5}$	$8.0^{+0.8}_{-0.8}$	$16.0^{+1.0}_{-1.0}$	$28.0^{+1.4}_{-1.4}$
干燥减量/% ≤	5.0				
溶解程度和溶液稳定性(通过 75 μm 标准筛) ^a /%					
5 min 后残余物 ≤	1.0				
18 h 后残余物 ≤	0.05				
pH 值范围	2.5~6.0				
热贮稳定性 ^a	合格				
^a 正常生产时,溶解程度和溶液稳定性、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“修约值比较法”进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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 250 g。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与井冈霉素 A 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井冈霉素 A 色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 井冈霉素 A 质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解,以磷酸氢二钠缓冲溶液+甲醇为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(210 nm),对试样中的井冈霉素 A 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

甲醇:色谱纯;

磷酸;

磷酸氢二钠;

水:新蒸二次蒸馏水;

磷酸氢二钠缓冲溶液 $[c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.002\ 5\ \text{mol/L}]$:称取 0.36 g Na_2HPO_4 于玻璃瓶中,加水超声振荡使之溶解,加水稀释至 1 L,摇匀,用磷酸调节该溶液 pH 至 6.8~7.2,过滤;

井冈霉素标样:已知井冈霉素 A 质量分数。

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:250 mm $\times$ 4.6 mm(i.d.)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： ϕ (磷酸氢二钠缓冲溶液：甲醇)=97：3，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

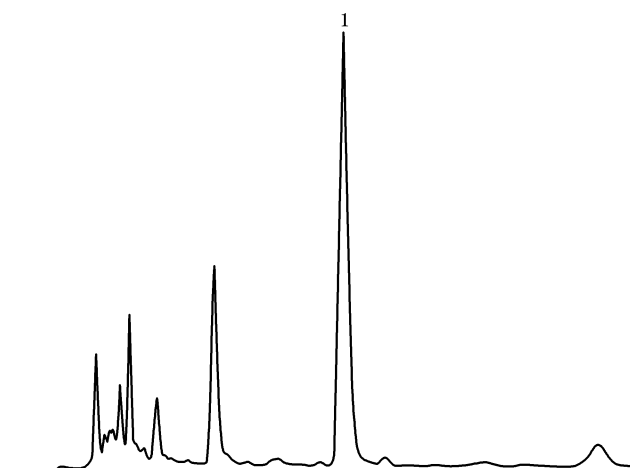
柱温：室温；

检测波长：210 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：井冈霉素 A 约 7.8 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。典型的井冈霉素可溶粉剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——井冈霉素 A。

图 1 井冈霉素可溶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

称取含井冈霉素 A 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的井冈霉素标样，置于 50 mL 容量瓶中，加水振摇使之溶解，用水稀释至刻度，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

称取含井冈霉素 A 0.2 g 的试样(精确至 0.000 1 g)，置于 100 mL 容量瓶中，加水振摇使之溶解，用水稀释至刻度，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，直至相邻两针井冈霉素 A 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井冈霉素 A 峰面积分别进行平均。试样中井冈霉素 A 的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中井冈霉素 A 质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,井冈霉素 A 峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

ω ——标样中井冈霉素 A 的质量分数,以%表示;

n ——稀释因子, $n=2$;

A_1 ——标样溶液中,井冈霉素 A 峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

井冈霉素 A 质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于 5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 干燥减量的测定

4.5.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径 40 mm,高 25 mm;

干燥器。

4.5.2 测定方法

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至 0.000 1 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置 1 g 试样,铺平,称量(精确至 0.000 1 g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘 2 h 后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至 0.000 1 g)。

4.5.3 计算

试样中干燥减量按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_2 ——试样中干燥减量质量分数,以%表示;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 10%;取其算术平均值作为测定结果。

4.6 溶解程度和溶液稳定性

4.6.1 方法提要

溶解程度是将可溶粉剂溶于 25 ℃ 的标准水中,颠倒 15 次,静置 5 min,用 75 μm 试验筛过滤,定量测定筛上残余物。溶液稳定性是将该溶液静置 18 h 后,再次用试验筛过滤,定量测定筛上残余物。

4.6.2 仪器

标准筛:孔径 75 μm,直径 76 mm;

具塞量筒:250 mL(0 mL~250 mL 刻度之间距离 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线与塞子底部距离为 4 cm~6 cm)。

4.6.3 试样溶液的制备

在 250 mL 量筒中加入 2/3 的标准水,将其温度调至 25 ℃,加入 5 g(精确至 0.01 g)样品,加标准水至刻度。盖上塞子。静置 30 s,用手颠倒量筒 15 次(180°),复位。颠倒、复位一次所用时间应不超过 2 s。

4.6.4 5 min 后试验

将量筒中的试样溶液静置 5 min±30 s 后,倒入已恒重的 75 μm 试验筛上,将滤液收集到 500 mL 烧杯中,留作下一步试验。用 20 mL 蒸馏水洗涤量筒 5 次,将所有不溶物定量转移到筛上,弃去洗涤液,检查筛上的残余物。如果筛上有残余物,将筛于 60 ℃ 下干燥至恒重,称量(精确至 0.000 1 g)。

4.6.5 18 h 后试验

将滤液静置 18 h 后,仔细观察烧杯中滤液是否有沉淀。如果有不溶物,再将该试样用恒重的 75 μm 试验筛过滤,用 20 mL 蒸馏水洗涤试验筛 5 次,如果筛上有固体或结晶存在,将筛于 60 ℃ 下干燥至恒重,称量(精确至 0.000 1 g)。

4.6.6 计算

5 min 后残余物和 18 h 后残余物分别按式(3)和式(4)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ω_3 ——试样中 5 min 后残余物,以 % 表示;
- m_2 ——5 min 后试验中筛子和残余物的质量,单位为克(g);
- m_1 ——5 min 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

$$\omega_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ω_4 ——试样中 18 h 后残余物,以 % 表示;
- m_2 ——18 h 后试验中筛子和残余物的质量,单位为克(g);
- m_1 ——18 h 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“其他制剂”进行。热贮后,井冈霉素 A 质量分数应不低于贮前测得井冈霉素 A 质量分数的 95%,溶解程度和溶液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 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

井冈霉素可溶粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;井冈霉素可溶粉剂包装采用铝箔袋包装,每袋净含量为 25 g、50 g、100 g;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 kg;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。

5.2 贮运

井冈霉素可溶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

产品属低毒杀菌剂,误服者请就医治疗。本品呈酸性,切忌与碱性农药混用。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,井冈霉素可溶粉剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。

附 录 A

(资料性附录)

井冈霉素的其他名称、结构式和基本物化参数

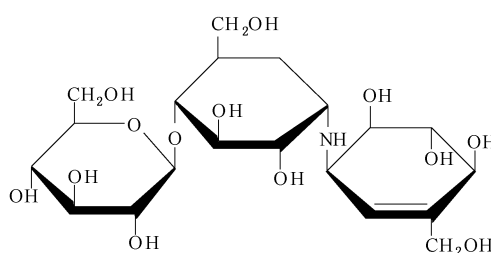
本产品有效成分井冈霉素 A 的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

英文名称:Jingangmycin A

ISO 通用名称:Validamycin A

化学名称:*N*-[(1*S*)-(1,4,6/5)-3-羟甲基-4,5,6-三羟基-2-环己烯][*O*- β -*D*-吡喃葡萄糖基-(1 $\rightarrow$ 3)]-1*S*-(1,2,4/3,5)-2,3,4-三羟基-5-羟甲基环己胺

结构式:



实验式: $C_{20}H_{35}NO_{13}$

相对分子质量:497.5

生物活性:杀菌

熔点:无一定熔点(95 ℃~100 ℃)软化,约在 135 ℃分解

溶解性:水中 大于 1 kg/L

稳定性:在常温和 pH 2~9 条件下稳定