



中华人民共和国国家标准

GB/T 9553—2017
代替 GB/T 9553—1993

井冈霉素水剂

Jingangmycin A aqueous solution

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。

本标准代替 GB/T 9553—1993《井冈霉素水剂》，与 GB/T 9553—1993 相比，主要技术变化如下：

——外观由“黄棕色至深棕色的液体，无霉变，无结块”改为“稳定的均相液体，允许有少量沉淀”；

——井冈霉素 A 由控制质量浓度改为控制质量分数；

——增加 8%、13%、24% 三种规格；

——取消了沉淀物控制项目指标；

——增加了水不溶物、稀释稳定性、低温稳定性、热贮稳定性控制项目。

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：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、武汉科诺生物科技股份有限公司、福建浦城绿安生物农药有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、张雪冰、闫雪艾、朱建新、刘荷梅、江红、徐武峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9553—1993。

井冈霉素水剂

1 范围

本标准规定了井冈霉素水剂的要求、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 和水及适宜的助剂组成的井冈霉素水剂。

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(ISO 3696:1987,MOD)

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

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28136 农药水不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

本品为稳定的均相液体，允许有少量沉淀。

3.2 技术指标

井冈霉素水剂还应符合表 1 要求。

表 1 井冈霉素水剂控制项目指标

项目	指标				
	2.4%	4%	8%	13%	24%
井冈霉素 A 质量分数/%	2.4 ^{+0.4} _{-0.4}	4.0 ^{+0.4} _{-0.4}	8.0 ^{+0.8} _{-0.8}	13.0 ^{+1.0} _{-1.0}	24.0 ^{+1.4} _{-1.4}
水不溶物/%	≤ 0.5				
pH 值范围	2.5~5.5				
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格				
低温稳定性 ^a	合格				

表 1 (续)

项 目	指 标				
	2.4%	4%	8%	13%	24%
热贮稳定性 ^a	合格				
^a 正常生产时,低温稳定性试验、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“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 100 mL。

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 C18 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[$c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.0025\text{ mol/L}$]: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,用磷酸调节该溶液至 pH6.8~7.2,过滤;

井冈霉素标样:已知井冈霉素 A 质量分数。

4.4.3 仪器

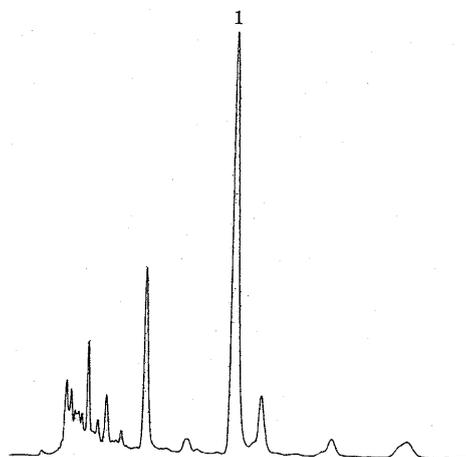
高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站；
色谱柱：250 mm × 4.6 mm(i.d.) 不锈钢柱，内装 C18、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： Ψ (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 μL；
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。典型的井冈霉素水剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——井冈霉素 A。

图 1 井冈霉素水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 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，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。

GB/T 9553—2017

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:

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

式中:

- w_1 ——试样中井冈霉素 A 质量分数,以百分数(%)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);
- w ——标样中井冈霉素 A 的质量分数,以百分数(%)表示;
- 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 水不溶物的测定

按 GB/T 28136 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 稀释稳定性的试验

4.7.1 试剂和仪器

标准硬水: $\rho(\text{Mg}^{2+} + \text{Ca}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$;

离心机;

量筒:100 mL;

恒温水浴: $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$;

移液管:5 mL。

4.7.2 试验步骤

试样经离心分离,用移液管吸取 5 mL 上层清液,置于 100 mL 量筒中,用标准硬水稀释至刻度,混匀。将此量筒放入恒温水浴中,静置 1 h。如稀释液均一、无析出物为合格。

4.8 低温稳定性试验

试样经离心分离,取上层清液按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析出物的体积不超过 1.0 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”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%,稀释稳定性仍应符合标准要求。

4.10 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

井冈霉素水剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;井冈霉素水剂大包装用聚氨酯桶包装,每桶净含量不大于 200 L。井冈霉素水剂小包装采用聚氨酯瓶或玻璃瓶包装,每瓶净含量为 100 g (mL)、200 g(mL)、500 g(mL)、1 kg(1 L);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

井冈霉素水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,井冈霉素水剂的保证期,从生产日期算起为两年。

GB/T 9553—2017

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

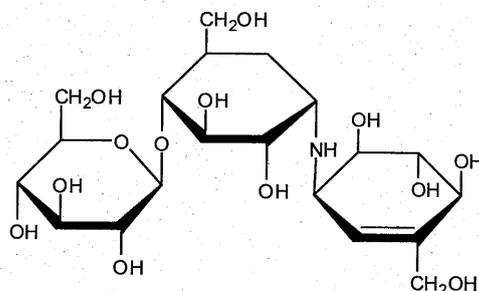
本产品有效成分井冈霉素 A 的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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→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 °C~100 °C软化,约在 135 °C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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
井 冈 霉 素 水 剂
GB/T 9553—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

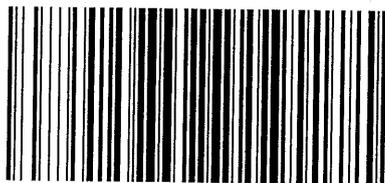
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2017年9月第一版 2017年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-58691 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 9553-2017