

# 中华人民共和国国家标准

GB 20694—2006

---

## 甲氨基阿维菌素乳油

Emamectin B<sub>1</sub> emulsifiable concentrates

2006-08-24 发布

2007-04-01 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

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:河北威远生物化工股份有限公司、浙江海正化工股份有限公司、山东京博农化有限公司、青岛奥迪斯生物科技有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君、高永民、于亮、陈利伟、黄华、葛尧伦、杨锦蓉。

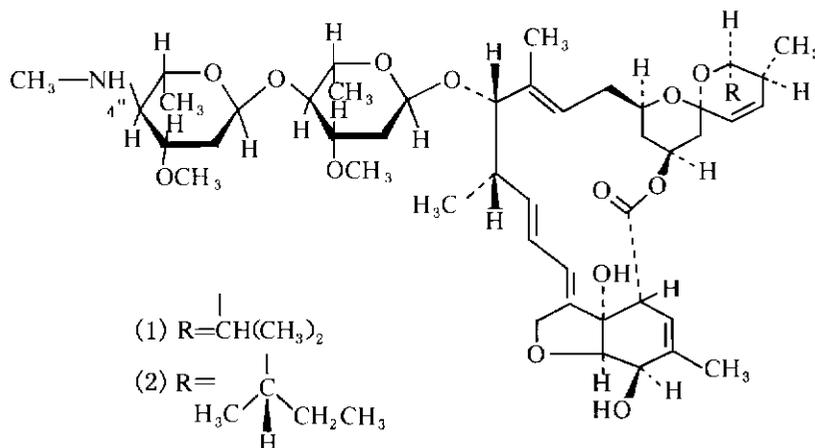
## 甲氨基阿维菌素乳油

该产品有效成分甲氨基阿维菌素的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Emamectin B<sub>1</sub>

化学名称：4''-甲氨基-4''-脱氧阿维菌素 B<sub>1</sub>

结构式：



实验式：(1) B<sub>1b</sub> C<sub>48</sub>H<sub>73</sub>N O<sub>13</sub>；(2) B<sub>1a</sub> C<sub>49</sub>H<sub>77</sub>N O<sub>13</sub>

相对分子质量：B<sub>1b</sub> 872.11；B<sub>1a</sub> 886.13(按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀虫杀螨剂。

熔点：141℃~146℃。

溶解性(室温)：溶于丙酮和甲醇，微溶于水，不溶于己烷。

稳定性：在通常的贮存条件下稳定，对紫外光不稳定。

### 1 范围

本标准规定了甲氨基阿维菌素乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由甲氨基阿维菌素原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的甲氨基阿维菌素乳油。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

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 20693 甲氨基阿维菌素原药

### 3 要求

#### 3.1 外观

稳定的均相液体,无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 配制甲氨基阿维菌素乳油所用的原药应符合 GB 20693 的要求。

#### 3.3 技术指标

甲氨基阿维菌素乳油还应符合表 1 要求。

表 1 甲氨基阿维菌素乳油控制项目指标

项 目	指 标
甲氨基阿维菌素质量分数/%	$\geq$ 标示值(应精确至 0.1%)
$\alpha(B_{1a}/B_{1b})$	$\geq$ 20.0
水分/%	$\leq$ 0.8
pH 值范围	4.0~7.5
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 <sup>a</sup>	合格
热贮稳定性 <sup>a</sup>	合格

<sup>a</sup> 低温稳定性试验、热贮稳定性试验在正常生产时,每 3 个月至少检测一次。

### 4 试验方法

#### 4.1 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 200 mL。

#### 4.2 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含量的测定同时进行。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 甲氨基阿维菌素质量分数以及 $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$ 的测定

##### 4.3.1 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 Nova-Pak  $C_{18}$  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进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

##### 4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氨水( $NH_3 \cdot H_2O$ ): $w(NH_3) = 26\% \sim 30\%$ ;

氨水溶液:体积比  $\phi(H_2O : NH_3 \cdot H_2O) = 300 : 1$ ;

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( $B_{1a} + B_{1b}$ )质量分数  $\geq 98.0\%$ 。

##### 4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C<sub>18</sub>、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;

微量进样器:50 μL;

定量进样管:5 μL;

超声波清洗器。

#### 4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:φ(甲醇(V):乙腈(V):氨水溶液(V))=42:42:16,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

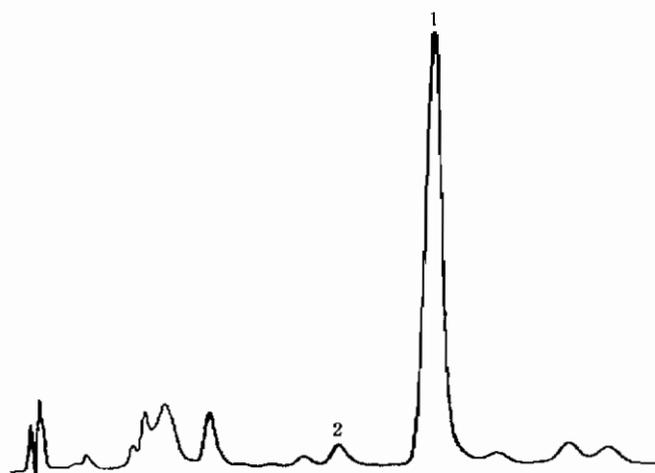
柱温:室温(温差变化应不大于 2℃);

检测波长:245 nm;

进样体积:5 μL;

保留时间:甲氨基阿维菌素 B<sub>1a</sub> 约 11.0 min,甲氨基阿维菌素 B<sub>1b</sub> 约 8.5 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。典型的甲氨基阿维菌素乳油高效液相色谱图见图 1。



1—甲氨基阿维菌素 B<sub>1a</sub>;

2 甲氨基阿维菌素 B<sub>1b</sub>。

图 1 甲氨基阿维菌素乳油的高效液相色谱图

#### 4.3.5 测定步骤

##### 4.3.5.1 标样溶液的制备

称取含 0.1 g 甲氨基阿维菌素的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样(精确至 0.000 2 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 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含甲氨基阿维菌素 0.02 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.5.3 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。

4.3.6 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甲氨基阿维菌素峰面积分别进行平均。试样中甲氨基阿维菌素的质量分数  $w_1$  (%)，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2 \times 5} \times \frac{886.13}{1\ 008.26} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$r_1$ ——标样溶液中，甲氨基阿维菌素( $B_{1a} + B_{1b}$ ) 峰面积的平均值；

$r_2$ ——试样溶液中，甲氨基阿维菌素( $B_{1a} + B_{1b}$ ) 峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克(g)；

$m_2$ ——试样的质量，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，%；

886.13——甲氨基阿维菌素的相对分子质量；

1 008.26——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的相对分子质量。

试样中  $\alpha(B_{1a}/B_{1b})$  按式(2)计算：

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

式中：

$r_{B_{1a}}$ ——两针试样溶液中，甲氨基阿维菌素  $B_{1a}$  峰面积和的平均值；

$r_{B_{1b}}$ ——两针试样溶液中，甲氨基阿维菌素  $B_{1b}$  峰面积和的平均值。

4.3.7 允许差

甲氨基阿维菌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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行试验，上无浮油、下无沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“液体制剂”进行，离心管底部析析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，甲氨基阿维菌素质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 95%，乳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。极限数值处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 甲氨基阿维菌素乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

5.2 甲氨基阿维菌素乳油应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶、铝瓶或氟化瓶包装，每瓶净含量为 50 g (mL)、100 g (mL)、250 g (mL)；外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量应不超过 15 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可采用其他形式的包装，但应符合 GB 4838 的规定。

- 5.4 甲氨基阿维菌素乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
- 5.5 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。
- 5.6 安全:甲氨基阿维菌素乳油为低毒。应避免甲氨基阿维菌素药剂污染水源。避免药剂接触皮肤,以免经皮肤吸收中毒。避免将药剂溅入眼中或吸入药雾。如果药剂接触皮肤或衣服,应立即用大量清水和肥皂冲洗;如溅入眼中,用大量清水冲洗后,请医生诊治;如有误服,立即催吐后,请医生诊治。
- 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,甲氨基阿维菌素乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。
-