



CS

备案号:

Q/ZBNY

广西植保农药厂有限公司企业标准

Q/ZBNY 15—2018

5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂

2018 - 02-01 发布

2018- 02-15 实施

广西植保农药厂有限公司 发布



前 言

本标准以 HG/T 2467.10—2003《农药微乳剂产品标准编写规范》为基础，按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》的要求，结合本产品的开发研制情况，制订本企业标准。

本标准由广西植保农药厂有限公司提出。

本标准由广西植保农药厂有限公司批准。

本标准由广西植保农药厂有限公司负责起草。

本标准起草人：江朝明、雷声波。

本标准为 2018年2月首次发布。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年02月09日 09点33分



5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂

1 范围

本标准规定了 5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药、水和助剂加工成的5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂。

注：有效成分甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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，仅所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—1993 农药pH值的测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796—2018 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 12475 农药贮运、销售和使用的防毒规程

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137—2011 农药持久起泡性测定方法

GB/T 1603—2001 乳液稳定性测定方法

JJF1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规则

HG/T 2467.10—2003 农药微乳剂产品标准编写规范

国家质量监督检验检疫总局令第75号“定量包装商品计量监督管理办法”



3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药、水和助剂加工制成，外观为无色至红棕色液体，应为透明或半透明均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 控制项目指标

5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂应符合表 1 要求。

表 1 5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂控制项目指标

项 目	指 标
甲氨基阿维菌素质量分数，% (m/m)	5.0±0.5
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数，% (m/m)	5.7±0.6
α (B _{1a} /B _{1b})	≥20.0
苯甲酸离子质量分数，% (m/m)	≥0.7
pH 值	5.0~8.0
乳液稳定性 (稀释 200 倍)	合格
持久起泡性 (1 min 后)，mL	≤25
低温稳定性 ^a (0°C±2°C, 7d)	合格
热贮稳定性 ^a (54°C±2°C, 14d)	合格
^a 热贮稳定性试验/低温稳定性，为型式检测指标，正常生产时每三个月至少进行一次。	

3.3 净含量

须符合国家质量监督检验检疫总局令第75号“定量包装商品计量监督管理办法”。

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 一般要求

除另有说明外，本试验所用的试剂均为分析纯试剂，水应符合 GB/T 6682—2008 中的三级水规格。所属溶液未指明溶剂均为水溶液。

4.2 抽样



按照 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，最终抽样量一般应不少于 500mL。

4.3 鉴别试验

4.3.1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的鉴别

高效液相色谱法——本鉴别试验可与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐色谱峰的保留时间与标样溶液中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3.2 苯甲酸鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯甲酸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苯甲酸的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇/乙腈/乙酸铵水溶液为流动相，使用以 Eclipse XDB-C₁₈ 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苯甲酸盐(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：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

乙酸铵：分析纯。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样：已知质量分数≥98.0%。

水：新蒸二次蒸馏水。

流动相：甲醇：乙腈：0.2%乙酸铵水溶液=45:45:10（V:V: V），真空抽滤，装于棕色瓶中，用超声波超声脱气。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：带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.)不锈钢色谱柱, 内装Eclipse XDB-C₁₈填充物, 粒径 5 μm。

自动进样器

过滤器: 滤膜孔径 0.45 μm。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: 甲醇: 乙腈: 0.2%乙酸铵水溶液=45:45:10 (V:V: V); , 经0.45 μm滤膜过滤, 并脱气20 min。

检测波长: 245 nm。

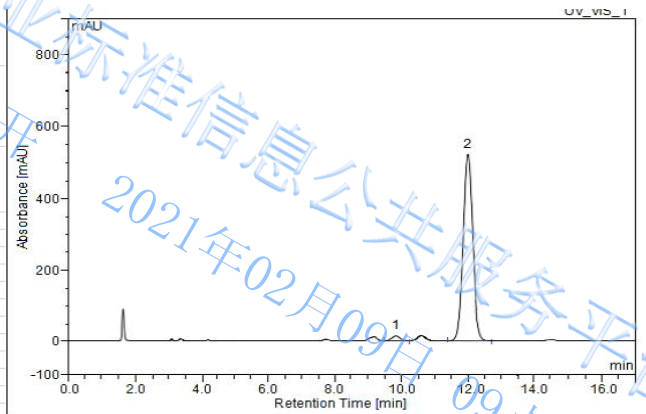
流速: 1.0mL/min。

柱温: 30±2°C。

进样量: 5 μL。

保留时间: 氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1b}约 9.8min; B_{1a}约12.0 min。(见色谱图1)

上述操作条件, 系典型操作参数。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。



峰1 (9.8min) : 氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1b}; 峰2 (12.0min) : 氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1a}

图1 氨基阿维菌素苯甲酸盐的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制



分别准确称取甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 0.05g (精确至 0.0002 g)，置于一个 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，在超声波浴中超声振荡约 10 min，取出，恢复至室温后用甲醇定容至刻度，摇匀，用 0.45 μm 的滤膜过滤，备用。

4.4.5.2 试样溶液的配制

准确称取试样约 0.88 g (精确至 0.0002 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，在超声波浴中超声振荡约 10 min，取出，恢复至室温后用甲醇定容至刻度，摇匀，用 0.45 μm 的滤膜过滤，备用。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标准溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针甲氨基阿维菌素苯甲酸盐峰面积相对变化小于 1.0% 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。

4.4.5.4 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的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐面积，分别进行平均。

试样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数 X_1 ，按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \times \omega_1 \times m_1}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中，甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 ($B_{1a}+B_{1b}$) 峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中，甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 ($B_{1a}+B_{1b}$) 峰面积的平均值；

m_1 ——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐标样的质量，单位为克 (g)；

m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)；

ω_1 ——标样中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量分数，数值以%表示。

试样中甲氨基阿维菌素质量分数 X_2 ，按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{886.13}{1008.26} \times X_1 \dots\dots\dots(2)$$

886.13——甲氨基阿维菌素的相对分子质量；

1008.26——甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的相对分子质量。

α (B_{1a}/B_{1b}) 的按式 (3) 计算



$$\alpha(B_{1a} / B_{1b}) = \frac{A_3}{A_4} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A₃—两针试样溶液中, 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 B_{1a}峰面积的平均值;

A₄—两针试样溶液中, 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐B_{1b}峰面积的平均值。

4.4.5.5 允许差

本方法两次平行测定结果相差甲氨基阿维菌素苯甲酸盐不应大于 1.0%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 苯甲酸离子含量的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水+冰乙酸为流动相, 使用以 C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (245 nm), 对试样中的苯甲酸进行高效液相色谱分离和测定, 外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇: 色谱级。

水: 新蒸二次蒸馏水或超纯水。

冰乙酸。

苯甲酸标样: 已知苯甲酸质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 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(i.d.)不锈钢柱, 内装 C₁₈、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。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ψ (甲醇:水:冰乙酸) =50:50:0.1。

流速: 1.0 mL/ min。

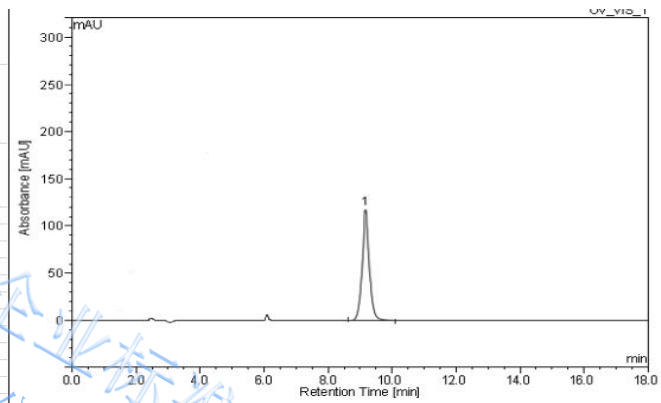
柱温: 室温(温差变化应不大于2°C)。

检测波长: 245 nm。

进样体积: 5 μL。

保留时间: 苯甲酸约9.2 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苯甲酸盐微乳剂中苯甲酸测定的高效液相色谱图见图2。



说明：
1—苯甲酸。

图 2 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂中苯甲酸测定的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g苯甲酸盐标样（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。用移液管移取上述溶液5 mL于另一50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含苯甲酸0.01 g的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂（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。

4.5.5.3 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1.5%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。

4.5.5.4 计算

试样中苯甲酸的质量分数按式(4)计算：

$$X_3 = \frac{A_6 \times m_3 \times \omega_2}{A_5 \times m_4 \times 10} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

- X_3 ——苯甲酸的质量分数，以%表示；
- A_6 ——试样溶液中，苯甲酸峰面积的平均值；
- m_3 ——标样的质量，单位为克（g）；
- ω_2 ——标样中苯甲酸的质量分数，以%表示；
- A_5 ——标样溶液中，苯甲酸峰面积的平均值；
- m_4 ——试样的质量，单位为克（g）。
- 10——标样稀释倍数。



4.6 pH值的测定

按 GB/T 1601-1993 中“pH 计法”测定。

4.7 乳液稳定性

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603—2001 进行试验,上无浮油,下无沉油或沉淀为合格。

4.8 持久起泡性试验

按 GB/T 28137-2011 进行。

4.9 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1“乳剂和均相液体制剂”方法进行测定。析出固体或油状物的体积不超过 0.3mL 为合格。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.1“液体制剂”方法进行。热贮后, pH值、乳液稳定性、苯甲酸离子应符合产品指标要求,且甲氨基阿维菌素苯甲酸盐相对分解率均 $\leq 5.0\%$,则热贮稳定性为合格。

4.15 净含量

按JJF 1070-2005进行。

5 检验规则

5.1 5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂每批产品须经生产厂质检部门按本标准检验合格方可出厂。

5.2 产品的验收与数值处理

5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂的产品验收应符合GB/T 1604--1995有关规定,极限数值处理采用GB/T 8170--2008中修约值比较法。

6 标志、标签、包装、贮运、安全、保证期

6.1 标志、标签



5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂标志、标签、包装，应符合GB 3796—2018中的有关规定，并应有农药生产批准证书号、登记证号、标准号、商标。

6.2 包装

5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂内包装为铝箔袋，净含量80 mL、100 mL、250 mL，外包装用瓦楞纸箱，或钙塑箱。也可根据用户要求或定货协议，采用其它形式的包装，但要符合GB 3796—2018中的有关规定。包装袋和包装箱上应有产品名称、生产厂家、农药登记证号、产品标准号、生产批准证号、生产日期、数量、重量及毒性、防水等警示标志。

6.3 贮运

产品在运输时，严防潮湿与日晒，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。产品包装件应贮存在通风、阴凉、干燥的库房中，严防潮湿和日晒。不得与食物、种子、饲料混放。堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

6.4 安全

在使用说明书或包装容器上，除有醒目的毒性标志外，还应有相关的毒性说明。使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施。

5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂属低毒类杀菌剂，对眼睛、皮肤有一定刺激作用，吞噬或吸入均有一定毒性。使用本品应带有防护手套穿干净的防护服。施药后，应立即用肥皂和水洗净，若因误服或其它原因发生中毒现象，应立即携带标签请医生诊治。

6.5 质量保证期

在规定的贮运条件下，5%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微乳剂的质量保证期，从生产日期算起为2年。



附录A

(资料性附录)

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐其他名称、结构式和基本物化参数

本产品中各有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

(1) 甲氨基阿维菌素

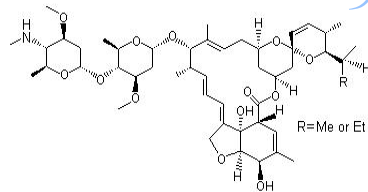
英文通用名称: abamectin-aminomethyl;

其它名称: 埃玛菌素(因灭汀);

化学名称: 4''-表-甲胺基-4''-脱氧阿维菌素;

CAS 号: 119791-41-2

结构式:



实验式: B1a: $C_{49}H_{77}NO_{13}$; B1b: $C_{48}H_{75}NO_{13}$;

相对分子量: B1a:886.13; B1b:872.11;

溶解度: 溶于丙酮和甲醇, 微溶于水, 不溶于己烷。

稳定性: 在通常贮存条件下稳定, 对紫外线不稳定。

(2) 存在形式: 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐

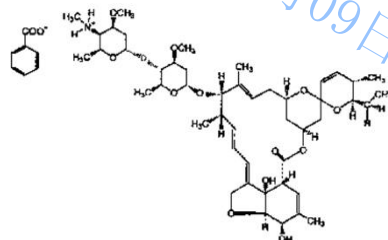
英文通用名称: emamectin benzoate ;

其它名称: 威克达、抗蛾斯、饿死虫、菜乃馨等;

化学名称: 4-表-甲胺基-4-脱氧阿维菌素苯甲酸盐;

CAS 号: 155569-91-8

结构式:



(B₁₁: R=-CH₃; B₁₂: R=-CH₂CH₃)

实验式: B1a: $C_{56}H_{81}NO_{15}$; B1b: $C_{55}H_{79}NO_{15}$

相对分子量: B1a:1008.3; B1b:994.2;

生物活性: 具有杀虫、杀螨性能;

熔点: 141°C~146°C;

外观: 白色至类白色粉末

蒸气压: 4×10^{-3} mPa (21 °C)



正辛醇分配系数 $K_{ow} \log P = 5.0$ (pH 7)

Henry 常数 $1.7 \times 10^{-4} \text{ Pa m}^3 \text{ mol}^{-1}$ (pH 7, 计算值)

相对密度: 1.20 (23 °C)

溶解度: 水中 0.024 g/l (pH 7, 25°C)

稳定性: 在 pH 5, 6, 7 and 8 (25 °C)条件下, 不水解; 迅速光解。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年02月09日 09点33分

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年02月09日 09点33分