

阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油

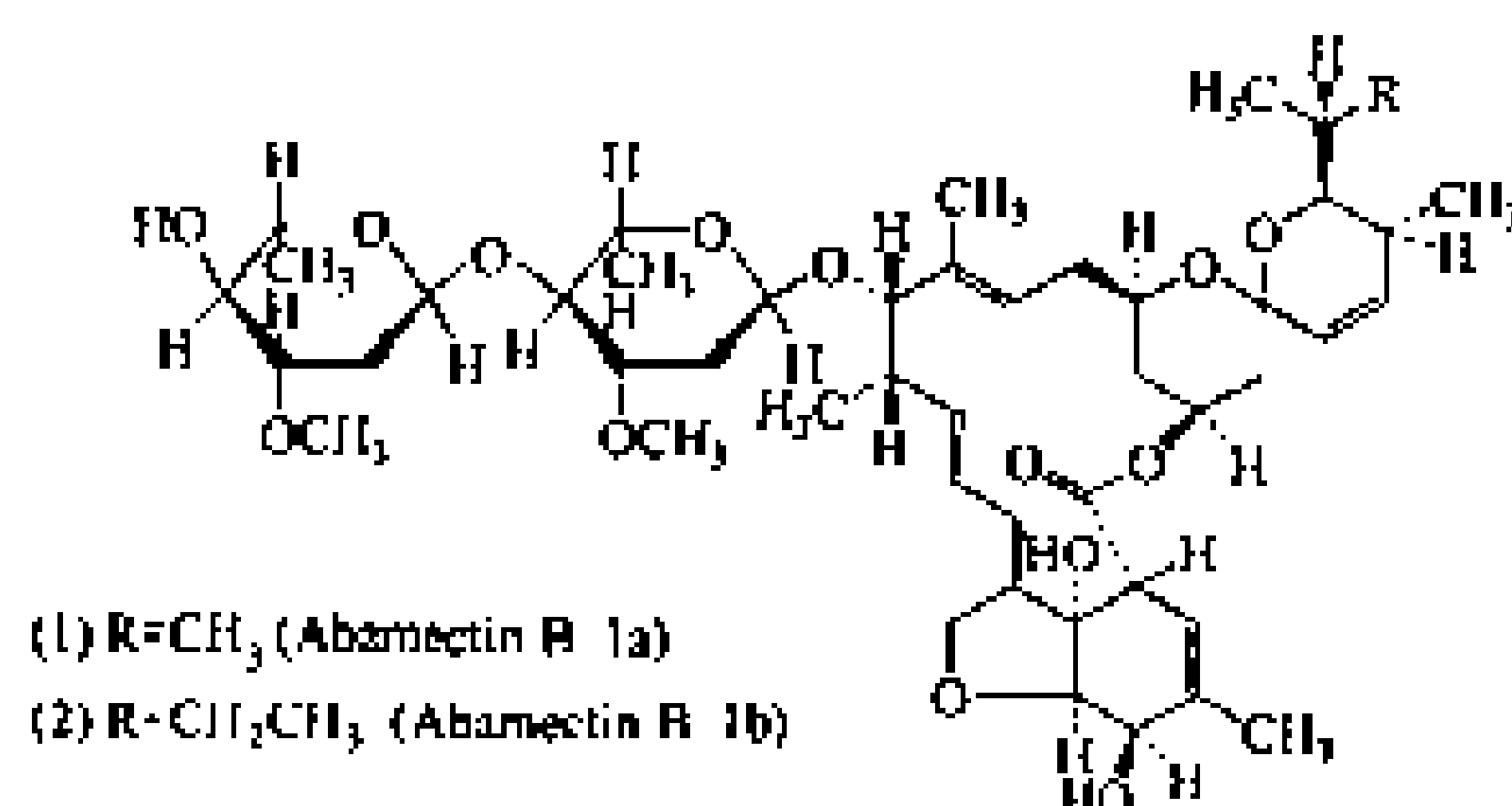
该产品有效成分阿维菌素和高效氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

a) 阿维菌素

ISO 通用名称: Abamectin

化学名称: (10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*)-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*S*,6'*S*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-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(10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*)-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*S*,6'*R*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-21,22-二羟基-6'-异丙基-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)(4:1)的混合物。

结构式:



实验式: (1)B₁₆C₄₇H₇₀O₁₄, (2)B₁₆C₄₈H₇₂O₁₄

相对分子质量: B₁₆, 858.1; B₁₄, 872.1 (按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: 150 ℃~155 ℃

蒸气压(20 ℃): <2×10⁻⁴ mPa

溶解度(21 ℃, g/L): 水 (7~10)×10⁻⁶, 甲苯 350, 丙酮 100, 异丙醇 70, 三氯甲烷 25, 乙醇 20, 甲醇 19.5, 正丁醇 10, 环己烷 6

稳定性: 在 pH 值 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转变为 8,9-*Z* 异构体, 然后降解为未知产物。

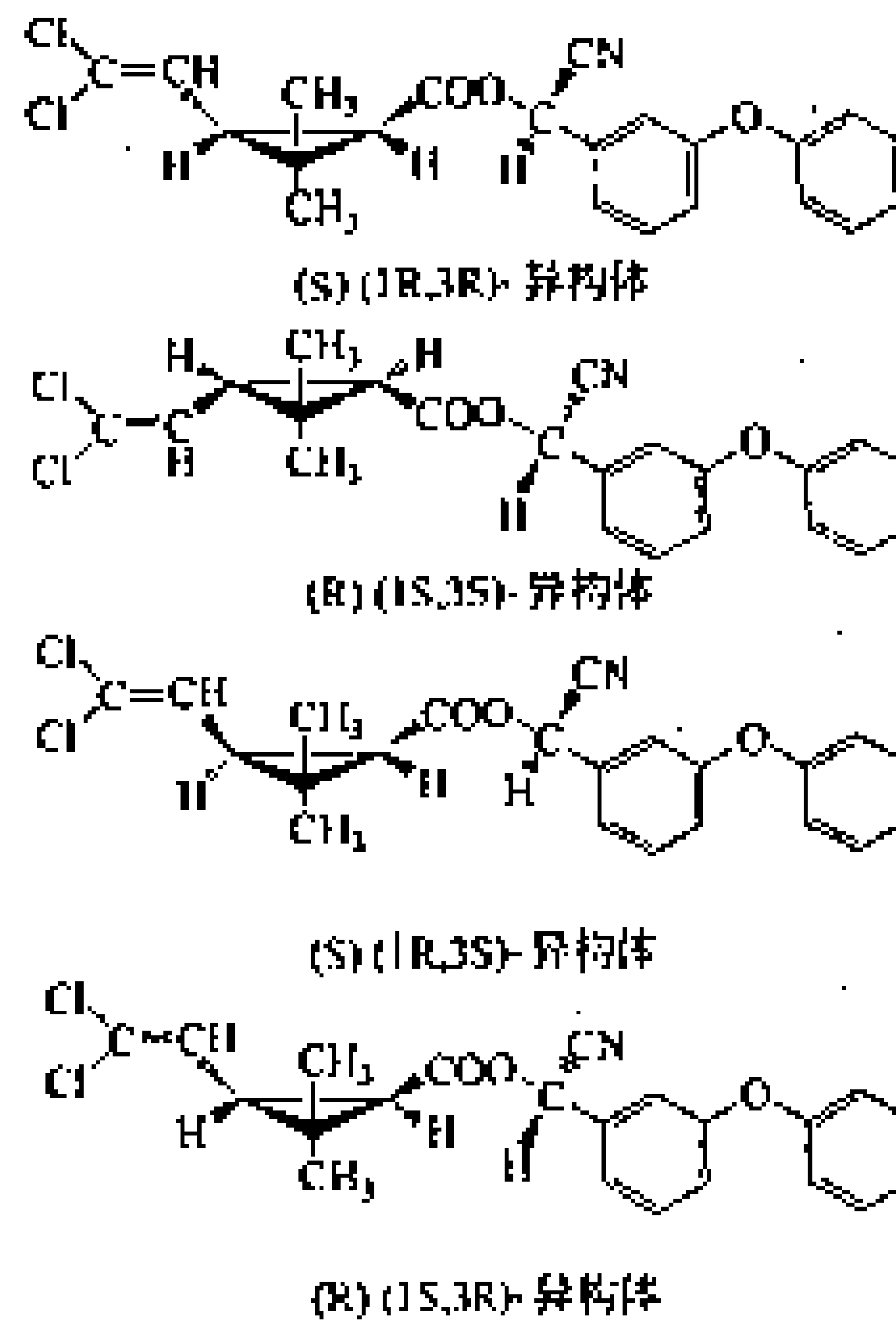
b) 高效氯氰菊酯

ISO 通用名称: beta-cypermethrin

CIPAC 数字代号: 332

化学名称: (*S*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*R*,3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*S*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯与(*S*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*R*,3*S*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(*R*)- α -氰基-3-苯氧基苄基(1*S*,3*R*)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯。

结构式:



实验式: $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量: 416.3 (按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: $63\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 65\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): $<2 \times 10^{-4}\text{ mPa}$

溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$, g/L): 水中为 1×10^{-5} 、己烷 9, 二甲苯 370, 易溶于醇、酮、芳烃类

稳定性: 在碱性条件下发生差相异构, 强碱性介质中水解。在弱酸及中性条件下稳定, 对空气和日光稳定, 热稳定性好

1 范围

本标准规定了阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由阿维菌素原药、高效氯氰菊酯原药或浓剂与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油。

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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604—2001 商品农药验收规则

GB/T 1605 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

3 要求

3.1 组成和外观: 本品应由符合标准的阿维菌素原药、高效氯氰菊酯原药或浓剂制成, 应是稳定的均相

液体,无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标:阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油应符合表 1 要求。

表 1 阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油控制项目指标

项 目	指 标
阿维菌素 B ₁ 质量分数/%	标示值 ^a
高效氯氰菊酯质量分数/%	标示值 ^a
水分/%	0.5
pH 值范围	4.0~7.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^b	合格
^a 标示值为标签标明值,并保留 1 位小数,阿维菌素、高效氯氰菊酯含量之和应≥1.0 %。 ^b 低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂的采样”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

4.2.1 阿维菌素(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,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中阿维菌素色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5 % 以内。

4.2.2 高效氯氰菊酯(液相色谱法)——本鉴别试验可与高效氯氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氰菊酯色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5 % 以内。

当以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 阿维菌素 B₁质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+水为流动相,使用以 Hypersil ODS 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。

水:新蒸二次蒸馏水。

乙腈:色谱级。

阿维菌素标样:已知阿维菌素 B₁质量分数≥96.0 %。

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:200 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Hypersil ODS,5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\ \mu\text{m}$ 。

微量进样器: $50\ \mu\text{L}$ 。

定量进样管: $5\ \mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi(\text{乙腈}+\text{水})=65+35$,经滤膜过滤,并进行脱气。

流量: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$ 。

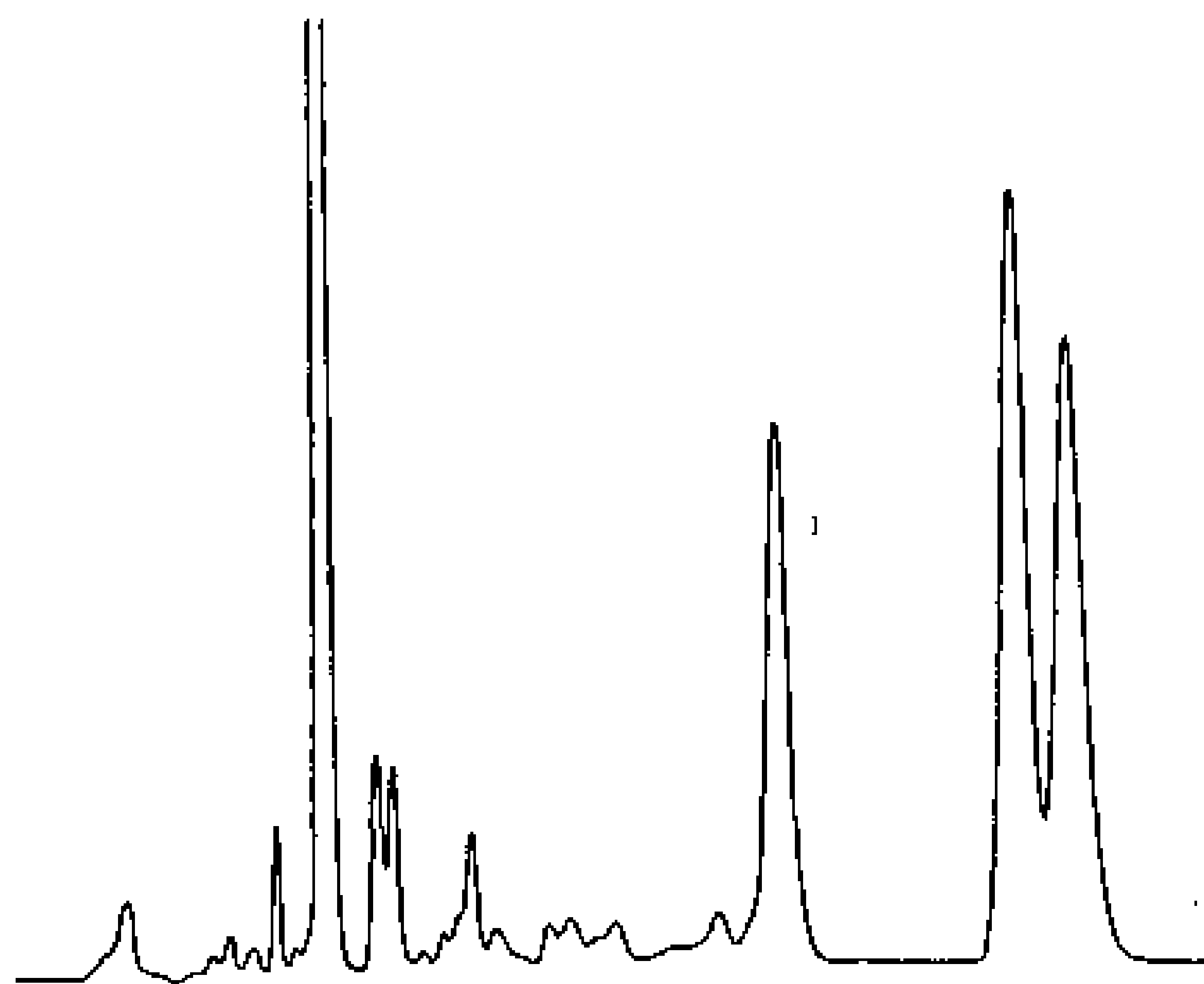
柱温:室温(温差变化应不大于 $2\ ^\circ\text{C}$)。

检测波长: $245\ \text{nm}$ 。

进样体积: $5\ \mu\text{L}$ 。

保留时间: B_{11} , $13.0\ \text{min}$ 。

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·高效氯氰菊酯乳油中阿维菌素测定的液相色谱图见图 1。



1——阿维菌素 B_{11} 。

图 1 阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油中阿维菌素的液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取阿维菌素标样 $0.05\ \text{g}$ (精确至 $0.0002\ \text{g}$),置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含阿维菌素 $0.05\ \text{g}$ 的试样(精确至 $0.0002\ \text{g}$),置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,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,直至相邻两针阿维菌素 B_{11} 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。

4.3.6 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阿维菌素的峰面积,分别进行平均。

阿维菌素 B_{1a} 的质量分数 w_1 (%) 按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,阿维菌素 B_{1a} 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 ——标样中阿维菌素 B_{1a} 的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.7 允许差

对阿维菌素质量分数大于 1.0 % 的试样两次平行测定结果之相对差,应不大于 5 %;对阿维菌素质量分数不大于 1.0 % 的试样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 高效氯氰菊酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用正己烷溶解,以正己烷+无水乙醚混合溶剂为流动相,使用以 Hypersil-Si 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm),对试样中的高效氯氰菊酯进行正相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

正己烷:色谱级。

无水乙醚:色谱级。

高效氯氰菊酯标样:已知高效氯氰菊酯质量分数 ≥ 99.0 %

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱:200 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱,内装 Hypersil-Si、5 μ m 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器:50 μ L。

定量进样管:5 μ L。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (正己烷+无水乙醚)=98+2,经滤膜过滤,并进行脱气。

流量:1.0 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)。

检测波长:230 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间(min):低效顺式[(R)- α , (1R)-顺式+(S)- α , (1S)-顺式]约 8.4;

高效顺式[(S)- α , (1R)-顺式+(R)- α , (1S)-顺式]约 9.4;

低效反式[(R)- α , (1R)-反式+(S)- α , (1S)-反式]约 10.9;

高效反式[(S)- α , (1R)-反式+(R)- α , (1S)-反式]约 12.1。

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·高效氯氰菊酯乳油中高效氯氰菊酯测定的液相色谱图见图 2。

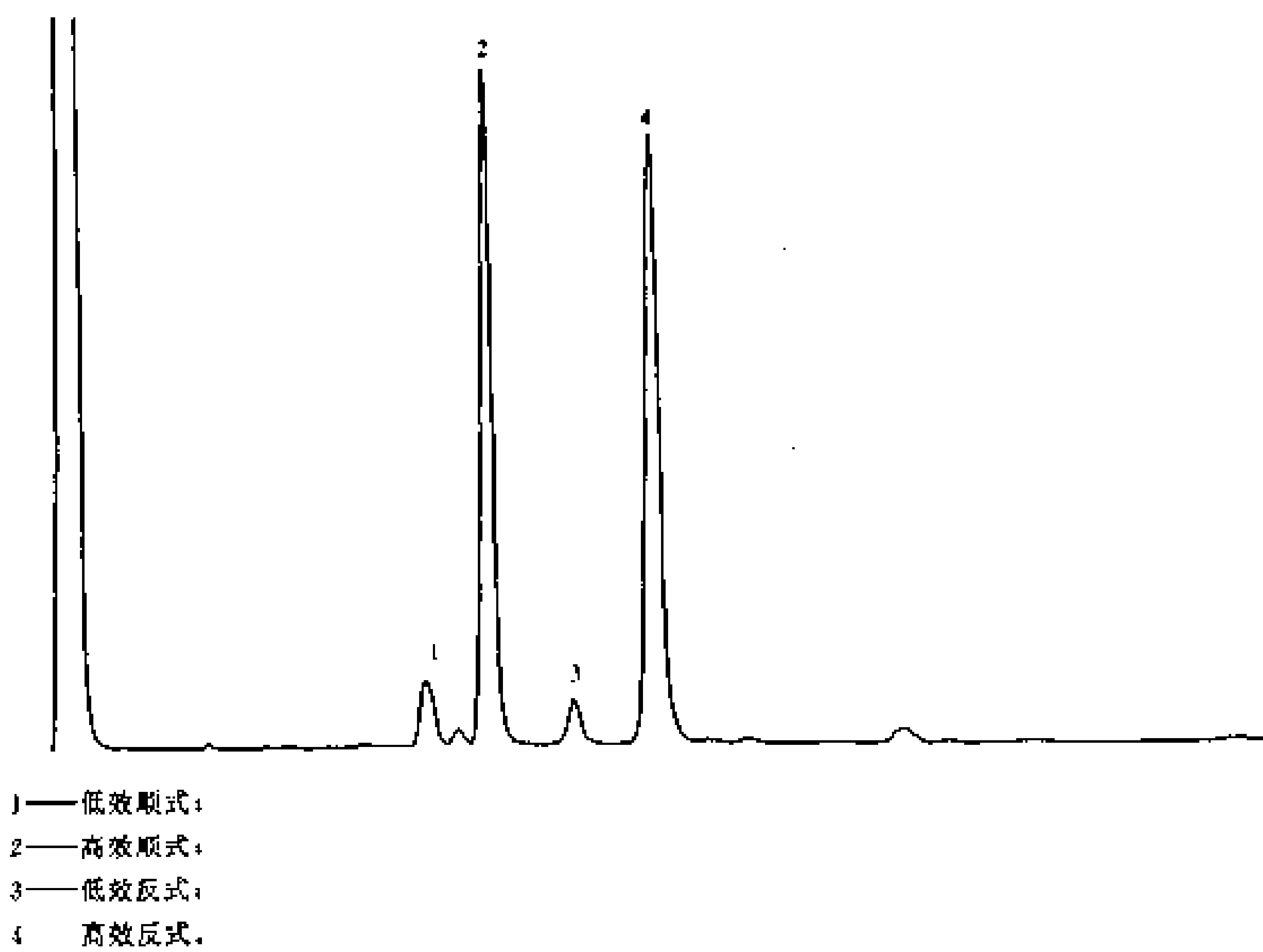


图 2 阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油中高效氯氰菊酯测定的液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取高效氯氰菊酯标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用正己烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氯氰菊酯 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用正己烷溶解并稀释至刻度,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,直至相邻两针高效氯氰菊酯(高效顺式+高效反式)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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中高效氯氰菊酯的峰面积,分别进行平均。
高效氯氰菊酯的质量分数 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 A_1 ——标样溶液中,高效氯氰菊酯峰面积和的平均值;
 A_2 ——试样溶液中,高效氯氰菊酯峰面积和的平均值;
 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 ——标样中高效氯氰菊酯的质量分数,单位为百分数(%)。

4.4.7 允许差

对高效氯氰菊酯质量分数大于 1.0 % 的试样两次平行测定结果之相对差,应不大于 5 %;对高效氯氰菊酯质量分数不大于 1.0 % 的试样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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。试验结果,上无浮油和油膏,下无沉油和沉淀为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行,析出固体或液体的体积不大于 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行,于热贮后 24 h 内完成阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油中阿维菌素、高效氯氰菊酯质量分数和乳液稳定性的测定,阿维菌素、高效氯氰菊酯质量分数分别应不低于贮前各自测定含量的 95 %。乳液稳定性应符合标准要求。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油应用玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 100 mL、250 mL、450 mL、500 mL 等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 4838 的规定。

5.4 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:阿维菌素·高效氯氰菊酯属中等毒性的杀虫剂。可通过皮肤渗入,使用本品应戴防护手套、口罩,穿干净防护服。使用后,应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,阿维菌素·高效氯氰菊酯乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。