

中华人民共和国国家标准

GB/T 9553—93

井冈霉素水剂

代替 GB 9553—88

Jinggangmeisu aqueous solution

1 主题内容与适用范围

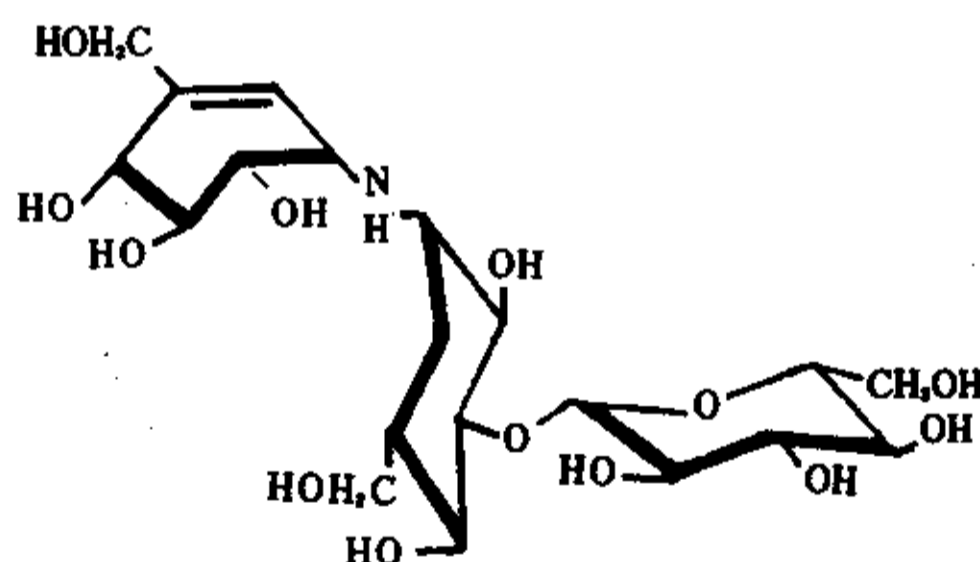
本标准规定了井冈霉素水剂的技术条件、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于吸水链霉素井冈变种,通过微生物发酵法制得的抗生素——井冈霉素。它共有 A、B、C、D、E、F 六个组分。本标准以主要有效成分井冈霉素 A 的含量来衡量产品的质量。井冈霉素水剂主要用于防治水稻纹枯病等。

有效成分:井冈霉素 A

化学成分:N-[1S]-(1,4,6/5)-3 羟甲基-4,5,6-三羟环己-2-烯基)[O-β-D-吡喃葡萄糖基-(1→3)-(1S)-(1,2,4/3,5)-2,3,4-三羟基-5 羟甲基环己基]胺

结构式:



分子式: $C_{20}H_{35}O_{13}N \cdot H_2O$

相对分子质量: 515.51(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1601 农药 pH 值的测定方法

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 8170 数值修约规则

3 技术条件

3.1 外观:黄棕色至深棕色的液体,无霉变,无结块。

3.2 井冈霉素水剂应符合下列指标要求:

项 目	指 标	
	3%井冈霉素水剂	5%井冈霉素水剂
井冈霉素 A, $\mu\text{g/mL}$ \geq	2.4×10^4	4.0×10^4
pH 值范围	2.5~3.5	2.5~3.5
沉淀物, % (V/V) \leq	2.0	2.0

4 试验方法

方法提要:本标准井冈霉素 A 采用液相色谱法测定。试样经 500 倍稀释,使用 ODS- C_{18} 色谱柱,紫外检测器,对井冈霉素进行分离,以外标法峰面积定量;其 pH 测定采用 GB 1601 中规定的方法;沉淀物的测定采用离心法。

4.1 外观的测定

将试样 50 mL 注入比色管中,对光目视法观察。

4.2 井冈霉素 A 含量的测定

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 井冈霉素 A 标样;

4.2.1.2 蒸馏水(新制备的二次重蒸水);

4.2.1.3 甲醇(GB 683):分析纯;

4.2.1.4 磷酸(GB 1282):分析纯;

4.2.1.5 无水磷酸氢二钠(HG 3—1063):分析纯;

4.2.1.6 $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.005 \text{ mol/L}$ 磷酸氢二钠-磷酸(pH=7)缓冲液的配制:称取 0.71 g Na_2HPO_4 于 1 000 mL 容量瓶中,加二次重蒸馏水使溶解并稀释至刻度,摇匀。并以磷酸调节至 pH=7 备用。

上述试剂和溶液使用前须用 0.45 μm 的超微孔薄膜过滤。

4.2.2 仪器

4.2.2.1 高压液相色谱仪:带可变波长紫外检测器;

4.2.2.2 数据处理机;

4.2.2.3 微量注射器:50 μL 或 100 μL ;

4.2.2.4 超微孔薄膜:0.45 μm ;

4.2.2.5 SEP-PAK- C_{18} 或 RP-18 Filter 净化柱。

4.2.3 操作步骤

4.2.3.1 色谱操作条件

a. 色谱柱:长 200 mm,内径 4.6 mm 不锈钢柱,内装填料 ODS- C_{18} , 5 μm ;

b. 柱温:室温;

c. 检测器:紫外 210 nm;

d. 流动相:0.005 mol/L 磷酸氢二钠-磷酸(pH=7)缓冲液+3%以下甲醇¹⁾;

注:1) 甲醇加入量可在 0~3% 范围内变化,使图 1 中井冈霉素 A 峰与两旁杂质峰完全分离。

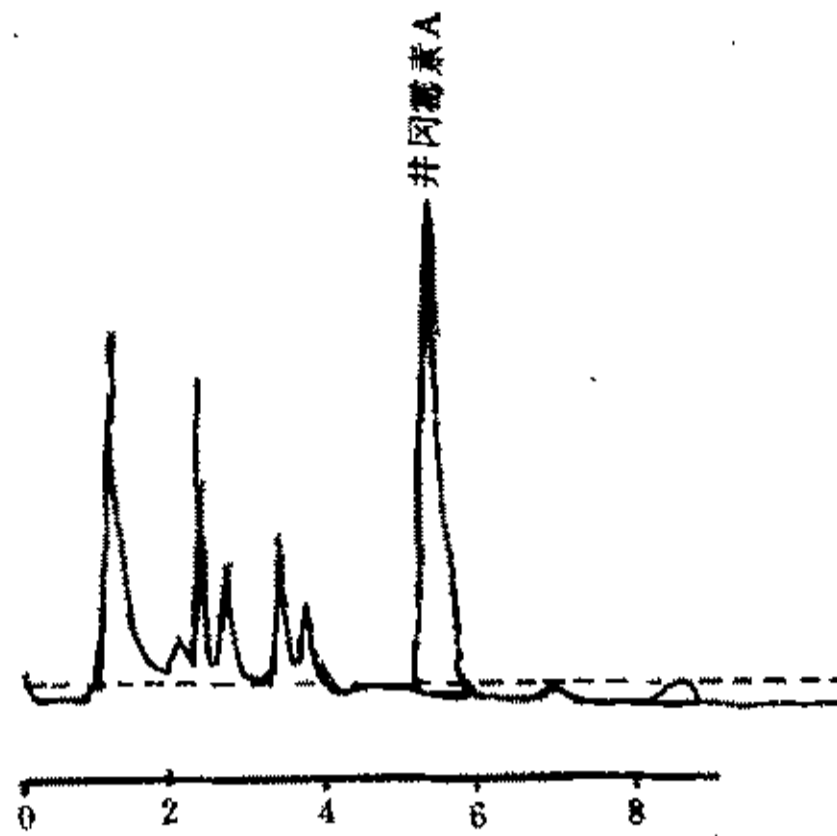
e. 流速:1.5 mL/min;

f. 记录仪纸速:5 mm/min;

g. 进样量:20 μL ;

h. 保留时间:井冈霉素 A 约 5.4 min;

液相色谱图见下图。



井冈霉素水剂液相色谱图

上述所提供的液相色谱操作条件,分析者可根据仪器的特点,作适当调整,以期获得最佳分离条件。

4.2.3.2 井冈霉素 A 标样溶液的配制

称取井冈霉素标样 0.10 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。准确吸取 2 mL 该稀释液于 50 mL 容量瓶中,以蒸馏水稀释至刻度,摇匀。该标样溶液浓度 p 为 80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.2.3.3 井冈霉素水剂试样的配制

用移液管准确吸取 2 mL 试样于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。再准确吸取 5 mL 此稀释液于 50 mL 容量瓶中,并用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

4.2.3.4 试样溶液的预处理

取一只净化柱,先向净化柱中注入 2 mL 蒸馏水,再注入 2 mL 甲醇,使净化柱活化;再连续三次注入 2 mL 蒸馏水,后以试样溶液(4.2.3.3)2 mL 连续注入三次,最后以此试样溶液通过净化柱,收集柱后流出液,进样分析。或改用其他同等效果的试样预处理方法。

4.2.3.5 测定

在上述色谱条件下,待仪器工作状态稳定(连续二针标样溶液的井冈霉素 A 面积比为 0.98~1.02)后,按下列程序进样分析。

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

4.2.3.6 计算

井冈霉素 A 含量 x_1 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{\bar{A}_2 \cdot w \cdot p}{\bar{A}_1} \times n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: \bar{A}_1 —— a、d 两针井冈霉素 A 峰面积平均值;

\bar{A}_2 —— b、c 两针井冈霉素 A 峰面积平均值;

p —— 井冈霉素 A 标样溶液浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

w —— 井冈霉素 A 标样的含量, m/m ;

n —— 井冈霉素水剂稀释倍数。

分析结果的计算数据按 GB 8170 中第 3 章规定进行处理。

4.2.3.7 允许差

二次平行测定结果之差不大于 $0.2 \times 10^4 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.3 pH值的测定

按 GB 1601 规定进行,取试样直接测定。

4.4 沉淀物的测定

4.4.1 仪器和设备

4.4.1.1 LD4-2 型离心机;

4.4.1.2 玻璃尖底刻度离心试管:10 mL(1 mL 以下分刻度 0.1 mL,1 mL 以上分刻度 0.2 mL)。

4.4.2 测定

将被测试样摇匀,立即倒入两支离心试管中,每支试管准确计量 10 mL。放入离心机,在转速 4 000 r/min 条件下,离心 5 min,读出离心管底部沉淀物体积。

4.4.3 计算

沉淀物含量 x_2 (%; V/V) 按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{V_2}{10} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_2 —— 沉淀物体积, mL;

10 —— 试样总体积, mL。

5 检验规则

5.1 本品应由生产厂的质量监督检验部门负责进行检验。生产厂应保证所有出厂的井冈霉素成品都符合本标准的要求。每批出厂的成品都应附有产品质量合格证。

5.2 井冈霉素水剂以不超过生产单批或包装贮罐的容量为一批。

5.3 取样方法参照 GB 1605 进行。

5.4 如在检验中,有的指标不符合标准,则应重新加倍取样,重新检验结果,即使一项不符合标准要求时,则整批产品不得验收。

5.5 当供需双方对产品的质量发生异议,需要仲裁时,仲裁机构由双方协商选定。仲裁时,应按照本标准规定进行仲裁。

5.6 井冈霉素水剂的质量保证期为两年。在保证期内,使用单位有权按照本标准的各项规定检验所收到的井冈霉素水剂是否符合本标准的要求。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 根据 GB 3796 规定进行标志,并加商标。

6.2 参照 GB 3796 规定进行包装。

6.3 运输时,必须小心轻放,不得倒置,并避免碰撞和重压。

6.4 贮存时,必须严防日晒、受潮,并保持良好的通风,置于干燥阴凉处。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由上海市农药研究所负责起草,上海第十八制药厂、浙江海宁农药厂、江苏昆山生化厂、浙江桐庐农药厂参加起草。

本标准主要起草人沈寅初、叶文炳、程大畏、吴翔、薛连娣、厉瑞芬、俞叶明。