

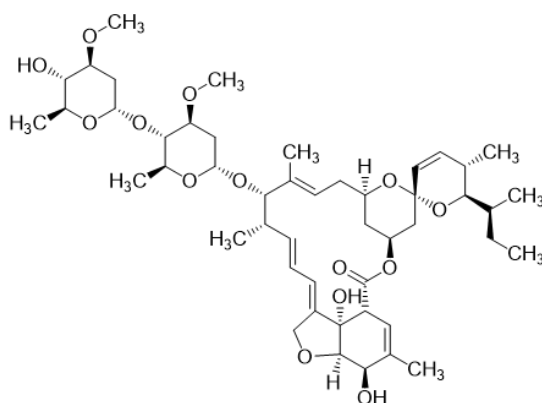
## 阿巴安勃(Abamectin+Chlorantraniliprole) 農藥有效成分檢驗方法

### 一、農藥結構及物理化學性質：阿巴安勃為阿巴汀及剋安勃之混和藥劑

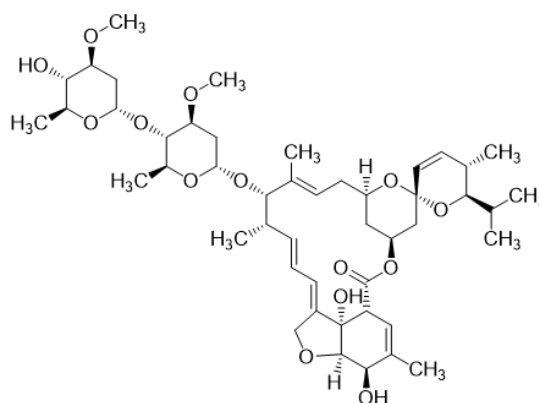
普通名稱：阿巴汀 (CIPAC No.495)

化學名稱：(B<sub>1a</sub>) (10*E*,14*E*,16*E*)-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*S*,6'*R*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-6'-[(*S*)-*sec*-butyl]-21,24-dihydroxy-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1<sup>4,8</sup>.0<sup>20,24</sup>]pentacosa-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'*H*-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-*O*-(2,6-dideoxy-3-*O*-methyl- $\alpha$ -L-*arabino*-hexopyranosyl)-3-*O*-methyl- $\alpha$ -L-*arabino*-hexopyranoside. (B<sub>1b</sub>) (10*E*,14*E*,16*E*)-(1*R*,4*S*,5'*S*,6*S*,6'*R*,8*R*,12*S*,13*S*,20*R*,21*R*,24*S*)-21,24-dihydroxy-6'-isopropyl-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1<sup>4,8</sup>.0<sup>20,24</sup>]pentacosa-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'*H*-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-*O*-(2,6-dideoxy-3-*O*-methyl- $\alpha$ -L-*arabino*-hexopyranosyl)-3-*O*-methyl- $\alpha$ -L-*arabino*-hexopyranoside. (IUPAC). (B<sub>1a</sub>) 5-*O*-demethylavermectin A1a. (B<sub>1b</sub>) 5-*O*-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (CA; 71751-41-2 (B<sub>1a</sub>) 65195-55-3. (B<sub>1b</sub>) 65195-56-4. ). Mixture containing >80% avermectin B<sub>1a</sub> and <20% avermectin B<sub>1b</sub>.

化學結構：



avermectin B<sub>1a</sub>



avermectin B<sub>1b</sub>

分子式：(i) C<sub>48</sub>H<sub>72</sub>O<sub>14</sub> (avermectin B<sub>1a</sub>)；(ii) C<sub>47</sub>H<sub>70</sub>O<sub>14</sub> (avermectin B<sub>1b</sub>)

分子量：(i)873.1 (avermectin B<sub>1a</sub>)；(ii)859.1 (avermectin B<sub>1b</sub>)

理化性質：

外觀：無色至淡黃色結晶體。

熔點：161.8–169.4 °C。

蒸氣壓：<0.0037 mPa (25 °C)

比重：1.18 (20-25 °C)

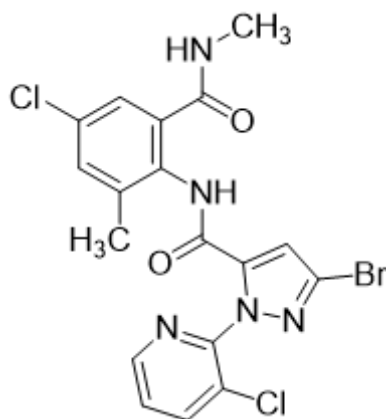
溶解度：水 1.21 mg/L (20-25 °C)。溶於丙酮 72 g/L、二氯甲烷 470 g/L、乙酸乙酯 160 g/L、己烷 0.11 g/L、甲醇 13 g/L、辛醇 83 g/L、甲苯 23 g/L (均為 20-25 °C)。

安定性：在 pH 5、7、9 的水溶液中會穩定水解。且對強酸和強鹼敏感，經紫外光照射後首先會轉化為 8,9-*Z*-異構物，接著會分解成未知的產物。

普通名稱：剋安勃 (CIPAC No.794)

化學名稱：3-bromo-4'-chloro-1-(3-chloro-2-pyridyl)-2'-methyl-6'-(methylcarbamoyl)pyrazole-5-carboxanilide, 3-bromo-*N*-[4-chloro-2-methyl-6-(methylcarbamoyl)phenyl]-1-(3-chloropyridin-2-yl)-1*H*-pyrazole-5-carboxamide (IUPAC). 3-bromo-*N*-[4-chloro-2-methyl-6-[(methylamino)carbonyl]phenyl]-1-(3-chloro-2-pyridinyl)-1*H*-pyrazole-5-carboxamide (CA;500008-45-7).

化學結構：



分子式：C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>BrCl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>O<sub>2</sub>

分子量：483.2

理化性質：

外觀：細結晶，灰白色粉末。

熔點：208-210°C。

蒸氣壓：6.3×10<sup>-9</sup> mPa (20 °C)。

比重：原體 1.5189 (20-25 °C)。

溶解度：水約 1.0 (mg/L, pH4-9, 20-25 °C)。丙酮 3.4、氯甲烷 0.71、二氯甲烷 2.48、二甲基甲醯胺 124、乙酸乙酯 1.14、甲醇 1.71、辛醇 0.386、鄰二甲苯 0.162、己烷<0.001 (均為 g/L, 20-25 °C)。

安定性：於 pH4、25°C 及 pH7、20°C 水溶液中安定，水解半衰期 10 天(pH9, 25°C)；水中光分解半衰期 0.31 天(pH7)。

二、劑型：水懸劑 (SC)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於阿巴安勃水懸劑中有效成分之定性及定量分析。
2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography, 簡稱 HPLC)。

2.1 裝置：

2.1.1 高效液相層析儀：

2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector, 簡稱 UV)。

2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Nucleodur C18 Macherey-Nagel 5 μm，或相當等級。

2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。

## 2.2 試藥：

### 2.2.1 標準品：

2.2.1.1 阿巴汀(Abamectin)，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.1.2 剋安勃(Chlorantraniliprole)，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為分析級溶劑。

2.2.3 甲醇 (Methanol) 為分析級溶劑。

2.2.4 去離子水 (18.0 MΩ.cm 以上，經 0.22 μm 濾膜過濾)。

2.2.5 稀釋溶劑：氰甲烷+水(85+15，v/v)。

## 2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 50 mL。

2.3.2 褐色定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。

2.3.3 刻度吸管。

2.3.4 0.22 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。

## 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：

### 2.4.1 阿巴汀貯存標準液：

稱取約含阿巴汀 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，為 500 μg/mL 貯存標準液。

### 2.4.2 剋安勃貯存標準液：

稱取約含剋安勃 31±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 25 mL 褐色定量瓶中，加入 20 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，為 1240 μg/mL 貯存標準液。

### 2.4.3 混合貯存標準液：

精確量取 20.0 mL 之 500 μg/mL 阿巴汀貯存標準液及 20.0 mL 之 1240 μg/mL 剋安勃貯存標準液，置於 50 mL 褐色定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，混合均勻，為含 200 μg/mL 阿巴汀及 496 μg/mL 剋安勃之混合貯存標準液。(適用於分析阿巴汀與剋安勃為 1：2.5 之混合劑)

## 2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：

取 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL 之混合貯存標準液，分別置於 10 mL 褐色定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 40+99.2、60+149、80+198、100+248、120+298 μg/mL 之阿巴汀+剋安勃混合操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾後，分別取 10 μL 注入高效液相層析儀分析之，以其濃度為 x 軸、尖峰面積為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線： $y=a+bx$ ，a、b 為常數。

## 2.6 檢液之配製：

將檢體充分混合後，分別稱取 3 重複約含阿巴汀 8±0.8 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品 (阿巴安勃為 1：2.5 之混合劑中同時約含 20 mg 剋安勃)，置於 100 mL 褐色定量瓶中，加入 90 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以稀釋溶劑

定容至刻度(最後濃度約含 80 µg/mL 阿巴汀 及 200 µg/mL 剋安勃 )，混合均勻，並以 0.22 µm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。

## 2.7 鑑別試驗及含量測定：

### 2.7.1 儀器操作條件：

2.7.1.1 波長：254 nm。

2.7.1.2 動相：A：去離子水。

B：氟甲烷。

C：甲醇。

2.7.1.3 流速：1.0 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10 µL。

2.7.1.5 分析溫度：室溫。

2.7.1.6 動相梯度：

mins	A(%)	B(%)	C(%)
0	71	25	4
10	55	45	0
35	10	90	0
40	10	90	0
40.5	71	25	4
46	71	25	4
46	STOP		

(註：此動相梯度僅適用於 4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Nucleodur C18 Macherey-Nagel 5 µm 管柱，若使用其他相當等級之管柱需重新尋找適當分離之動相條件)

2.7.2 取混合操作標準液及檢液各 10 µL，分別注入高效液相層析儀，就操作標準液與檢液所得尖峰之滯留時間比較鑑別之，分別由二有效成分標準檢量線計

算檢液濃度： $x_a = \frac{y_a - a}{b}$ ，式中  $x_a$  為檢液中阿巴汀濃度， $y_a$  為檢液中阿巴汀尖峰面積(Avermectin B<sub>1a</sub>(滯留時間 36.2 分鐘)和 Avermectin B<sub>1b</sub>(滯留時間

33.5 分鐘))； $x_c = \frac{y_c - a}{b}$ ，式中  $x_c$  為檢液中剋安勃濃度， $y_c$  為檢液中剋安勃尖峰面積，並依下式計算二有效成分含量：

有效成分 (%，w/w)

$$= \text{檢液濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重(g)}} \times 100$$

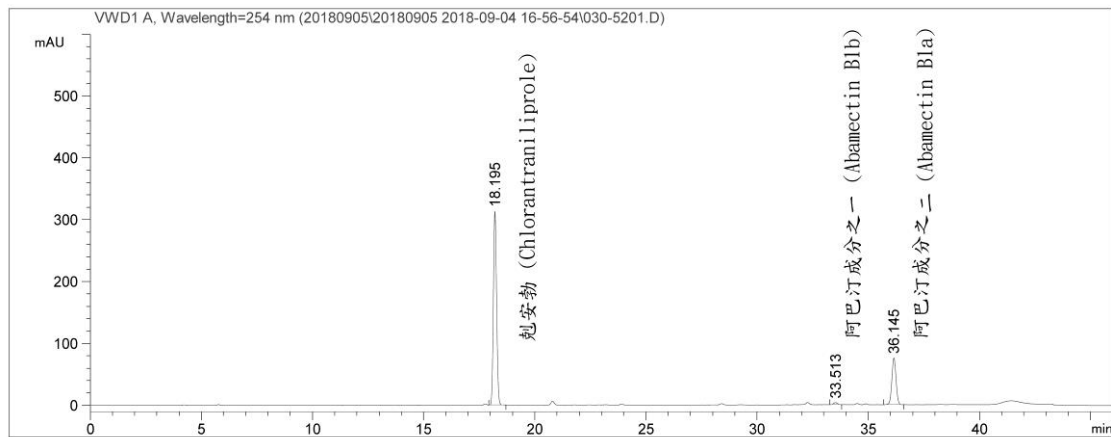
或

$$\text{有效成分 (g/L)} = \text{檢液濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重(g)}}$$

× 密度 (g/mL) × 1000 (mL/L)

註：樣品密度參照 CIPAC MT 3.3.2 密度瓶法 (Density bottle method) 進行，測試樣品於操作室溫之密度。

## 2.8 圖譜：



## 五、參考文獻：

1.BCPC Online Pesticide Manual.

[http://pmonline.azurewebsites.net/\\_Main/Pesticide.aspx](http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx) (擷取日期：2017/11/29)

2.PPDB：Pesticide Properties Database.

<https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/1138.htm> (擷取日期：2018/1/6)

3.Lovingood, Christina. 2011. A15893A-Content of active ingredient(s) after storage in packaging made of PE/PA for 3 years at 20 °C. Final report A15893A. Syngenta 23 pp.

## 六、品質管制：

- 1.所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。
- 2.配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STD B) 之標準品，其秤取量應大於 25 mg，且二者之相差應不大於 0.2 mg，若有不同來源或相同來源不同批號之標準品，應使用於查核標準液之配製。
- 3.系統平衡測試：重複連續注入操作標準液 (STD A-3)，其連續二次注入所得之感應因子比值，皆應介於 98 ~ 102% 之間。(感應因子 = 尖峰面積 / 濃度)
- 4.標準液查核：注入查核標準液 (STD B-3)，其與系統平衡測試操作標準液(STD A-3) 注入 1 所得之感應因子比值，應介於 98~102% 之間。
- 5.感應因子比值管制：操作標準液 (STD A-3) 與查核標準液 (STD B-3) 注入所得之感應因子與系統平衡測試操作標準液 (STD A-3) 注入 1 之比值應介於 98 ~ 102% 之間，若超出範圍，則應重新注入分析。
- 6.貯存標準液與標準檢量線於每次同批檢驗時，新鮮配製，且不可使用超過 3 日。
- 7.檢量線之線性相關係數平方值  $r^2$  需達 0.999 或以上。
- 8.檢量線查核：每注入 3 個檢液後，須注入查核標準液 (STD B-3) 查核檢量線，依所得之標準品尖峰面積代入檢量線計算標準液濃度，其與配製濃度之查核比值應介於 98 ~ 102% 之間，若超出範圍，則應重新配製標準液並製備檢量線。
- 9.滯留時間管制：注入之操作標準液、查核標準液及檢液，其標準品尖峰滯留時間與進行系統平衡測試注入 1 所得之滯留時間相較，其比值應介於 98 ~ 102% 之間。
- 10.每個樣品應取樣 3 重複，其分析結果相對標準差 (RSD, 即 coefficient of variance) 應小於依 CIPAC 農藥成品分析方法確認指南中 Horwitz 方程式計算之可接受 RSD<sub>r</sub> 值。例如：依 Horwitz 方程式 ( $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ,  $RSD_r = RSD_R \times 0.67$ )，1.8% 有效成分含量之樣品可接受 RSD<sub>r</sub> 值，計算如下：

$$C = 0.018$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.018)} = 3.66$$

$$RSDr = 3.66 \times 0.67 = 2.45$$

- 11.若有查核樣品應於有效成分檢驗後重複注入分析 2 次，並注入查核標準液(STD B-3) 查核檢量線，其管制依 8.規定。
- 12.由樣品分析結果之層析圖研判，或對分析有效成分有懷疑時，應以添加試驗、變更層析條件或其他鑑定方法加以確認。