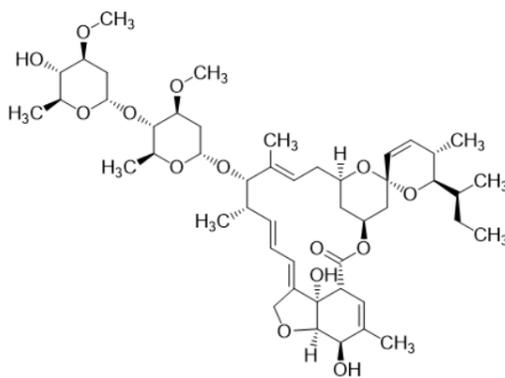
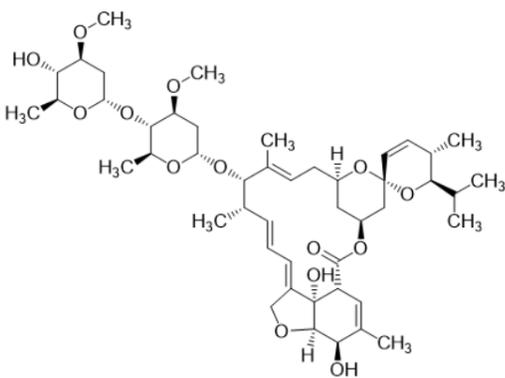
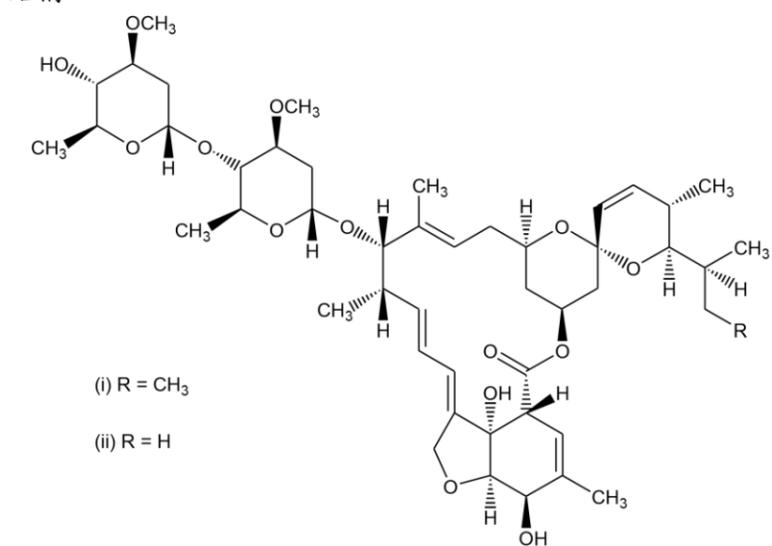


阿巴汀 (Abamectin) 農藥有效成分檢驗方法修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：阿巴汀 (CIPAC No.495)</p> <p>化學名稱：<u>(B_{1a})</u> (10E,14E,16E)-(1R,4S,5'S,6S,6'R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'-[(S)-sec-butyl]-21,24-dihydroxy-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]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-α-L-arabino-hexopyranosyl)-3-O-methyl-α-L-arabino-hexopyranoside. <u>(B_{1b})</u> (10E,14E,16E)-(1R,4S,5'S,6S,6'R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-21,24-dihydroxy-6'-isopropyl-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]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-α-L-arabino-hexopyranosyl)-3-O-methyl-α-L-arabino-hexopyranoside. (IUPAC). <u>(B_{1a})</u> 5-O-demethylavermectin A1a. <u>(B_{1b})</u> 5-O-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (CA; 71751-41-2 <u>(B_{1a})</u> 65195-55-3. <u>(B_{1b})</u> 65195-56-4). Mixture containing $\geq 80\%$ avermectin B_{1a} and $\leq 20\%$ avermectin B_{1b}.</p> <p>化學結構：</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>avermectin B_{1a}</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>avermectin B_{1b}</p> </div> </div> <p>分子式：(i) C₄₈H₇₂O₁₄ (avermectin B_{1a})；(ii) C₄₇H₇₀O₁₄ (avermectin B_{1b})</p> <p>分子量：(i)873.1 (avermectin B_{1a})；(ii)859.1 (avermectin B_{1b})</p> <p>理化性質：</p> <p>外觀：無色至淡黃色結晶體。</p> <p>熔點：161.8–169.4 °C。</p> <p>蒸氣壓：<0.0037 mPa (25 °C)</p> <p>比重：1.18 (20-25 °C)</p> <p>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)。</p> <p>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。</p>	<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：阿巴汀</p> <p>化學名稱：(10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6S,6'R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'[(S)-sec-butyl]-21,24-dihydroxy-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]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-α-arabino-hexopyranosyl)-3-O-methyl-α-arabino-hexopyranoside (i) mixture with (10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6S,6'R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-21,24-dihydroxy-6'-isopropyl-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]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-α-arabino-hexopyranosyl)-3-O-methyl-α-arabino-hexopyranoside (ii) (4:1) (IUPAC). 5-O-demethylavermectin A1a (i) mixture with 5-O-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (ii) (CA;71751-41-2₁ (i) 65195-55-3. (ii) 65195-56-4). A mixture containing $\geq 80\%$ avermectin B_{1a} and $\leq 20\%$ avermectin B_{1b}.</p> <p>化學結構：</p> <div style="display: flex; justify-content: center; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>(i) R = CH₃</p> <p>(ii) R = H</p> </div> </div> <p>分子式：(i) C₄₈H₇₂O₁₄ (avermectin B_{1a})；(ii) C₄₇H₇₀O₁₄ (avermectin B_{1b})</p> <p>分子量：(i) 873.1 (avermectin B_{1a})；(ii) 859.1 (avermectin B_{1b})</p> <p>理化性質：</p> <p>外觀：無色至淡黃色結晶。</p> <p>熔點：150-155 °C。</p> <p>蒸氣壓：<2 × 10⁻⁴ mPa。</p> <p>溶解度：水 7-10 µg/L (20 °C)，甲苯 350、丙酮 100、異丙醇 70、氯仿 25、乙醇 20、甲醇 19.5、正丁醇 10、環己烷 6 (g/L, 21 °C)。</p>	<p>現行檢驗方法僅適用於乳劑，因應市場上新增水基乳劑劑型並廣泛使用，爰將水基乳劑劑型納入，同時依據國際具公信力之檢驗機構英國作物生產學會 (the British Crop Production Council，簡稱 BCPC) 之理化資料更新物理化學性質及圖譜，增加檢驗準確度。</p>

二、劑型：乳劑 (EC)、水基乳劑 (EW)。

三、作用：殺蟲劑、殺蟎劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於阿巴汀乳劑、水基乳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)，C18(Gemini-NX-5μ110A) Phenomenex，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：阿巴汀，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 甲醇 (Methanol) HPLC 級溶劑。

2.2.4 醋酸 (Acetic acid) HPLC 級溶劑。

2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ₂cm 以上，經 0.22 μm 濾膜過濾)。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL。

2.3.2 刻度吸管。

2.3.3 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：

秤取約含阿巴汀 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 25 mL 定量瓶中，加入 20 mL 甲醇，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以甲醇定容至刻度，再取此溶液 5 mL，置於 25 mL 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，為 200 μg/mL 貯存標準液。

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

取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 200 μg/mL 阿巴汀貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，使成含 20、40、60、80、100 μg/mL 之阿巴汀操作標準液 (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，分別秤取 3 重複約含阿巴汀 3±0.3 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 甲醇，以超音波振盪 15 分鐘，回至室溫，以甲醇定容至刻度，混合均勻 (最後濃度約含 60 μg/mL 阿巴汀)，混合均勻，並以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，做為檢液。

2.7 鑑別試驗及含量測定：

2.7.1 儀器操作條件：

安定性：在 pH 5、7、9 (25 °C) 水溶液中安定，對強酸、強鹼敏感，紫外光照射會導致轉換成 8,9-Z-異構物，然後分解。

二、劑型：乳劑 (EC)。

三、作用：殺蟲劑，殺蟎劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於阿巴汀乳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，3.2 mm × 250 mm (ID × L)，Inertsil 7 μm ODS-3，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：阿巴汀，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 甲醇 (Methanol) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 醋酸 (Acetic acid) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ₂cm，經 0.2 μm 濾膜過濾)。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 5 mL、25 mL、50 mL。

2.3.2 刻度吸管。

2.3.3 0.2 μm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。

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

精確稱取已知純度之阿巴汀分析級對照用標準品 3 mg (精確至 0.1 mg)，置於 25 mL 定量瓶中，加入甲醇，以超音波振盪至完全溶解後，回至室溫以甲醇定容至刻度，為 120 μg/mL 貯存標準液。

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

取 1.0、2.0、3.0、4.0 mL 之 120 μg/mL 阿巴汀貯存標準液，分別置於 5 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋定容至刻度，使成含 24、48、72、96 μg/mL 之阿巴汀操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 20 μL 注入高效液相層析儀分析之，以其濃度為 x 軸、尖峰面積總和 (含 avermectin B_{1a} (滯留時間 31.5 分鐘) 和 avermectin B_{1b} (滯留時間 22.7 分鐘)) 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，分別稱取三重覆約含 3.5 mg 主成分之樣品，置入 50 mL 定量瓶中，加入甲醇並以超音波振盪 3 分鐘後，回至室溫以甲醇定容至刻度 (最後濃度約含 70 μg/mL 阿巴汀)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。

2.7 鑑別試驗及含量測定：

2.7.1.1 波長：243nm。

2.7.1.2 動相：氬甲烷+去離子水+醋酸 (60+40+2.5, v/v/v)。

2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10 μL。

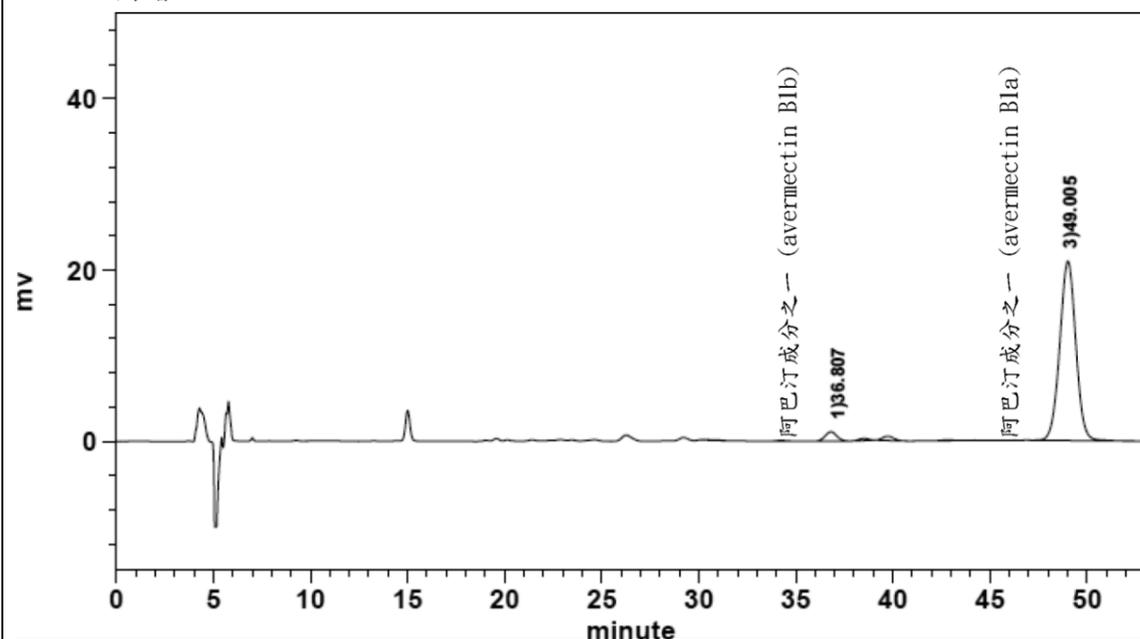
2.7.1.5 分析溫度：40 °C。

2.7.2 取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，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中 x 為檢液中阿巴汀濃度，y 為檢液中阿巴汀尖峰面積，並依下式計算其含量：

有效成分 (%，w/w)

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

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1. 阿巴汀 (Abamectin) 農藥有效成分檢驗方法。行政院農業委員會 89 年 5 月 30 日 89 農糧字第 890020475 號公告。

2. BCPC Online Pesticide Manual.

<http://pmonline.azurewebsites.net/Main/Pesticide.aspx> (擷取日期：2018/12/17)

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，其稱取量應大於 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。

2.7.1 儀器操作條件：

2.7.1.1 波長：243nm。

2.7.1.2 動相：氬甲烷+水+醋酸 (700+300+2.5, v/v/v)。

2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。

2.7.1.4 注入量：20 μL。

2.7.1.5 分析溫度：室溫。

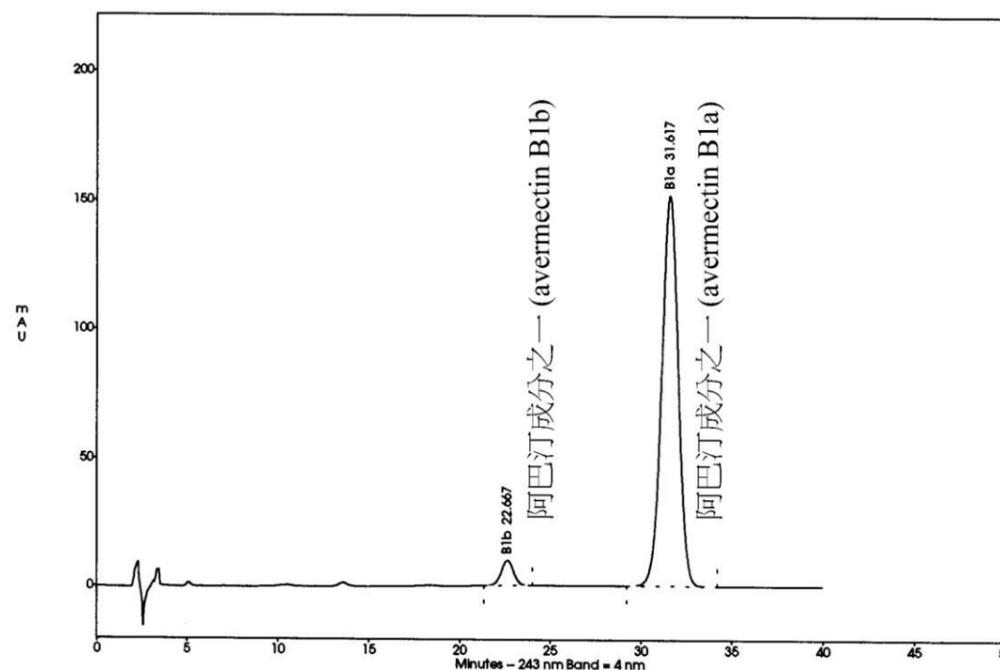
2.7.2 取操作標準液及檢液各 20 μL，分別注入液相層析儀，就操作標準液與檢液所得尖峰之滯留時間比較鑑別之，二類似物尖峰面積總和中 (avermectin B1a (滯留時間 31.5 分鐘) 和 avermectin B1b (滯留時間 22.7 分鐘)，如圖譜)，阿巴汀成分之一 (avermectin B1a) 的面積應不小於面積總和之 80%。

由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中 x 為檢液中阿巴汀濃度，y 為檢液中阿巴汀尖峰面積總和，並依下式計算其含量：

有效成分 (%，克/克)

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

2.8 圖譜：



3. 參考文獻：

(1) Tomlin, C. D. S., Ed. 1997. "The Pesticide Manual", 11th ed., BCPC and RSC, UK.

五、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. 檢量線至少包含三個不同濃度 (含) 以上標準液。其線性相關係數 (r^2) 需達 0.995 以上。

- 3.系統平衡測試：重複連續注入操作標準液 (STD A-3)，其連續 2 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_r 值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$)， $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，2.0% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
- $$C = 0.020$$
- $$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.020)} = 3.60$$
- $$RSD_r = 3.60 \times 0.67 = 2.41$$
- 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。

3. 重複注入標準液之變異不可超過 1%，注入儀器之順序為標準液 1/1-標準液 2/1-檢液 1/1-檢液 2/1-標準液 1/2-標準液 2/2-檢液 1/2-檢液 2/2-標準液 1/3-標準液 2/3-檢液 1/3-檢液 2/3。
4. 每測定 15 個樣品後，必須以另一標準液查核檢量線，以比較其感應因子與原感應因子，若其相對偏差在 10% 以內，則可使用原檢量線分析，若超過 10%，則應重新製備檢量線。
5. 重複樣品分析時，每個樣品需做二重複。重複樣品是指經由同樣之樣品前處理及分析步驟，用來測定分析之精密度。重複樣品分析求得相對百分偏差需小於 10%。並可依 CIPAC 農藥成品分析方法確認指南中 Horwitz 方程式計算可接受之 RSD_r 值。例如 75% 之有效成分含量， $\%RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ， $C=0.75$ ， $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)} = 2.09$ 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.40$ 。