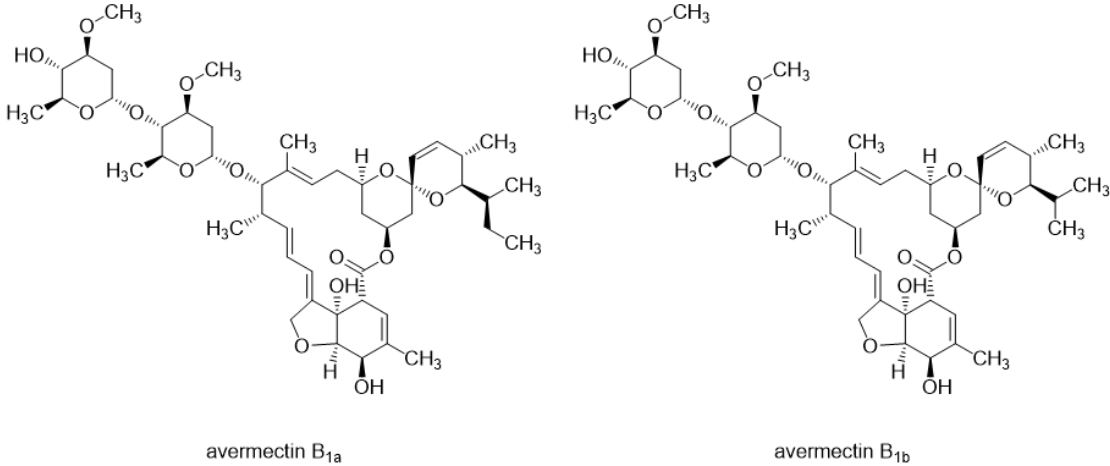
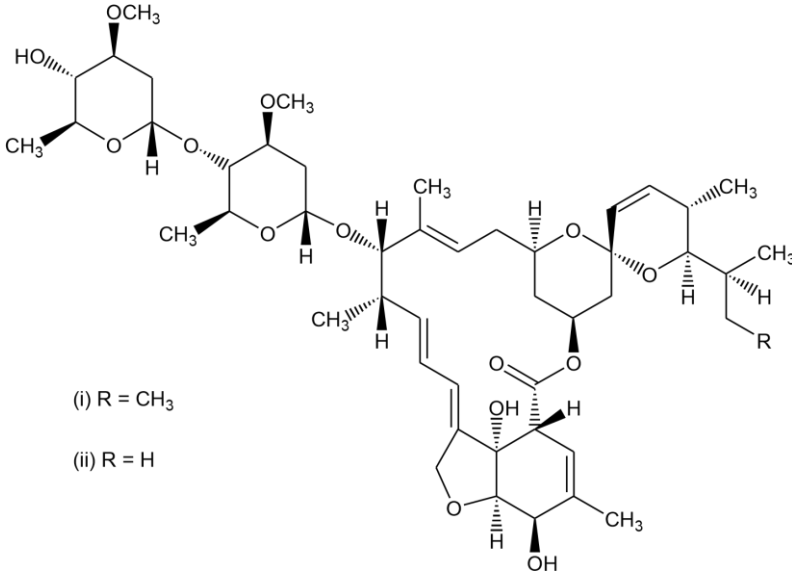


阿巴汀 (Abamectin)農藥有效成分檢驗方法修正對照表

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：(B_{1a}) (10<i>E</i>,14<i>E</i>,16<i>E</i>)-(1<i>R</i>,4<i>S</i>,5'<i>S</i>,6<i>S</i>,6'<i>R</i>,8<i>R</i>,12<i>S</i>,13<i>S</i>,20<i>R</i>,21<i>R</i>,24<i>S</i>)-6'-[(<i>S</i>)-<i>sec</i>-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'<i>H</i>-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-<i>O</i>-(2,6-dideoxy-3-<i>O</i>-methyl-α-L-<i>arabino</i>-hexopyranosyl)-3-<i>O</i>-methyl-α-L-<i>arabino</i>-hexopyranoside. (B_{1b}) (10<i>E</i>,14<i>E</i>,16<i>E</i>)-(1<i>R</i>,4<i>S</i>,5'<i>S</i>,6<i>S</i>,6'<i>R</i>,8<i>R</i>,12<i>S</i>,13<i>S</i>,20<i>R</i>,21<i>R</i>,24<i>S</i>)-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'<i>H</i>-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-<i>O</i>-(2,6-dideoxy-3-<i>O</i>-methyl-α-L-<i>arabino</i>-hexopyranosyl)-3-<i>O</i>-methyl-α-L-<i>arabino</i>-hexopyranoside. (IUPAC). (B_{1a}) 5-<i>O</i>-demethylavermectin A1a_ (B_{1b}) 5-<i>O</i>-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (CA; 71751-41-2 (B_{1a}) 65195-55-3. (B_{1b}) 65195-56-4_). Mixture containing $\geq 80\%$ avermectin B_{1a} and $\leq 20\%$ avermectin B_{1b}.</p> <p>化學結構：</p>  <p>avermectin B_{1a} avermectin B_{1b}</p> <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-<i>Z</i>-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：(10<i>E</i>,14<i>E</i>,16<i>E</i>,22<i>Z</i>)-(1<i>R</i>,4<i>S</i>,5'<i>S</i>,6<i>S</i>,6'<i>R</i>,8<i>R</i>,12<i>S</i>,13<i>S</i>,20<i>R</i>,21<i>R</i>,24<i>S</i>)-6'[(<i>S</i>)-<i>sec</i> 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'<i>H</i>-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-<i>O</i>-(2,6-dideoxy-3-<i>O</i>-methyl-α-<i>arabino</i>-hexopyranosyl)-3-<i>O</i>-methyl-α-<i>arabino</i>-hexopyranoside (i) mixture with (10<i>E</i>,14<i>E</i>,16<i>E</i>,22<i>Z</i>)-(1<i>R</i>,4<i>S</i>,5'<i>S</i>,6<i>S</i>,6'<i>R</i>,8<i>R</i>,12<i>S</i>,13<i>S</i>,20<i>R</i>,21<i>R</i>,24<i>S</i>)-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'<i>H</i>-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-4-<i>O</i>-(2,6-dideoxy-3-<i>O</i>-methyl-α-<i>arabino</i>-hexopyranosyl)-3-<i>O</i>-methyl-α-<i>arabino</i>-hexopyranoside (ii) (4:1) (IUPAC). 5-<i>O</i>-demethylavermectin A1a (i) mixture with 5-<i>O</i>-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (ii) (CA;71751-41-2_ (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>  <p>(i) R = CH₃</p> <p>(ii) R = H</p> <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>

<p>二、劑型：<u>乳劑 (EC)、水基乳劑 (EW)</u>。</p> <p>三、作用：殺蟲劑、殺蟎劑。</p> <p>四、分析方法：</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於阿巴汀乳劑、<u>水基乳劑</u>中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，<u>4.6 mm × 250 mm (ID × L)</u>，<u>C18(Gemini-NX-5μ 110A) Phenomenex，5 μm</u>，或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 標準品：阿巴汀，純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 甲醇 (Methanol) HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 醋酸 (Acetic acid) HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ·cm <u>以上</u>，經 <u>0.22 μm</u> 濾膜過濾)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 <u>10 mL</u>、25 mL、50 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 <u>0.22 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)</u>過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：</p> <p><u>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</u>，置於 25 mL 定量瓶中，加入 <u>20 mL</u> 甲醇，以超音波振盪至完全溶解後 (<u>約 5 分鐘</u>)，回至室溫，以甲醇定容至刻度，再取此溶液 5 mL，置於 25 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，為 200 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 1.0、2.0、3.0、4.0、<u>5.0 mL</u> 之 <u>200 μg/mL</u> 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 <u>20、40、60、80、100 μg/mL</u> 之阿巴汀操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 <u>0.22 μm 親水性聚丙烯</u>過濾膜過濾後，分別取 <u>10 μL</u> 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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別<u>稱取 3 重複約含阿巴汀 3±0.3 mg (記錄至 0.1 mg)</u> 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 <u>45 mL</u> 甲醇，<u>以超音波振盪 15 分鐘</u>，回至室溫，以甲醇定容至刻度，<u>混合均勻</u> (最後濃度約含 <u>60 μg/mL</u> 阿巴汀)，<u>混合均勻</u>，並以 <u>0.22 μm 親水性聚丙烯</u>過濾膜過濾之，做為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p>	<p>安定性：在 pH 5、7、9 (<u>25 °C</u>) 水溶液中安定，對強酸、強鹼敏感，紫外光照射會<u>導致轉換成 8,9-Z-異構物</u>，<u>然後</u>分解。</p> <p>二、劑型：乳劑 (EC)。</p> <p>三、作用：殺蟲劑，殺蟎劑。</p> <p>四、分析方法：</p> <p>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。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。</p> <p>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。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 標準品：阿巴汀，純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 甲醇 (Methanol) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 醋酸 (Aectic acid) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ·cm，經 0.2 μm 濾膜過濾)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 5 mL、25 mL、50 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.2 μm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：</p> <p><u>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)</u>，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。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 1.0、2.0、3.0、4.0 mL 之 <u>120 μg/mL</u> 阿巴汀貯存標準液，分別置於 5 mL 定量瓶中，以甲醇<u>稀釋</u>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<u>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))</u>，如圖<u>譜</u> 為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線：y=a+bx，a、b 為常數。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含 3.5 mg <u>主成分</u>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。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p>
--	--

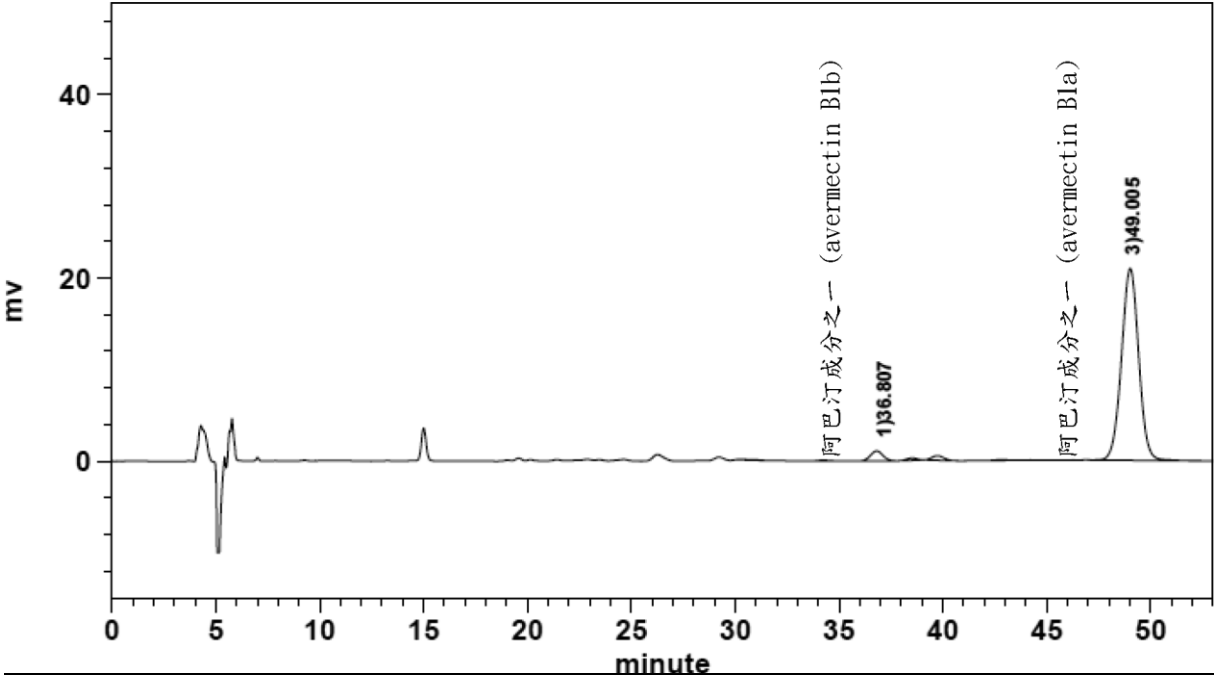
- 2.7.1.1 波長：243nm。
- 2.7.1.2 動相：氘甲烷+去離子水+醋酸 (60+40+2.5，v/v/v)。
- 2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。
- 2.7.1.4 注入量：10 μL。
- 2.7.1.5 分析溫度：40 ℃。

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）

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

- 2.7.1 儀器操作條件：
- 2.7.1.1波長：243nm。
- 2.7.1.2動相：氘甲烷+_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%。

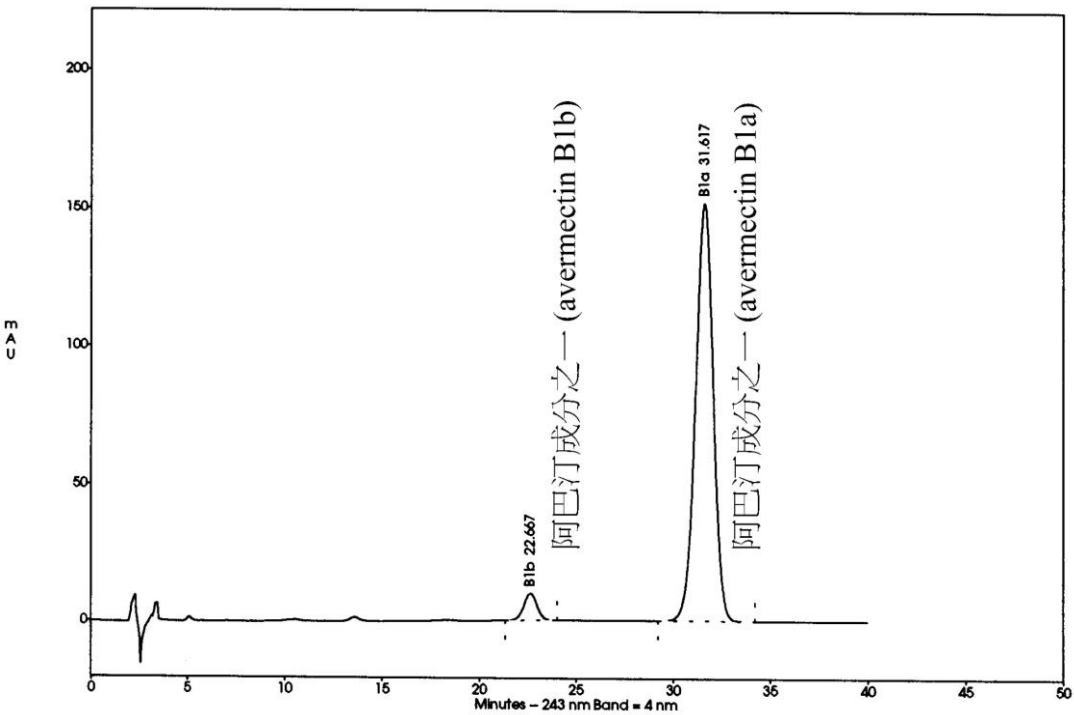
由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y - a}{b}$ ，式中 x 為檢液中阿巴汀濃度，y 為

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）

= 檢液濃度 (μg/mL) × 稀釋體積 (mL) × $\frac{1g}{10^6 \mu g}$ × $\frac{1}{檢體重(g)}$ × 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 (r²) 需達 0.995 以上。

<p><u>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)</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>7.檢量線之線性相關係數平方值 r² 需達 0.999 或以上。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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^(1-0.5logC)，RSD_r = RSD_R × 0.67)，2.0% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：</u></p> <p><u>C = 0.020</u></p> <p><u>RSD_R = 2^(1-0.5log0.020) = 3.60</u></p> <p><u>RSD_r = 3.60 × 0.67 = 2.41</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p>	<p>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。</p> <p>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。</p> <p>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^(1-0.5logC)，C = 0.75，RSD_R = 2^(1-0.5logC) = 2.09 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 RSD_r = RSD_R × 0.67 = 1.40。</p>	
--	--	--