

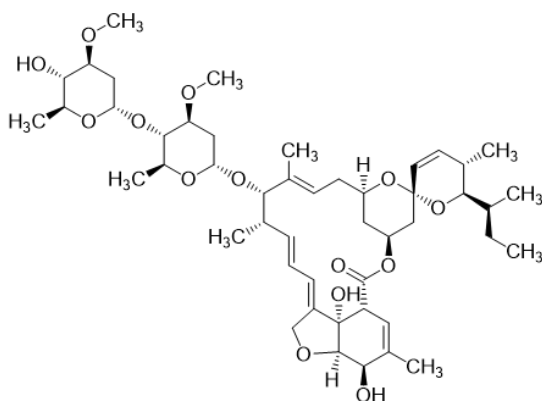
阿巴汀 (Abamectin) 農藥有效成分檢驗方法修正規定

一、農藥結構及物理化學性質：

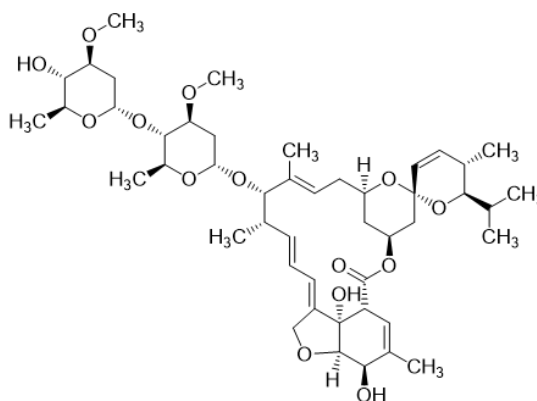
普通名稱：阿巴汀 (CIPAC No.495)

化學名稱：(B_{1a}) (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^{4,8}.0^{20,24}]pentacos-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. (B_{1b}) (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^{4,8}.0^{20,24}]pentacos-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). (B_{1a}) 5-*O*-demethylavermectin A1a. (B_{1b}) 5-*O*-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 >80% avermectin B_{1a} and <20% avermectin B_{1b}.

化學結構：



avermectin B_{1a}



avermectin B_{1b}

分子式：(i) C₄₈H₇₂O₁₄ (avermectin B_{1a})；(ii) C₄₇H₇₀O₁₄ (avermectin B_{1b})

分子量：(i)873.1 (avermectin B_{1a})；(ii)859.1 (avermectin B_{1b})

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。

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-5 μ 110A) Phenomenex, 5 μ m, 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 M Ω .cm 以上, 經 0.22 μ m 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 μ m 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 \pm 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 μ g/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 μ g/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 μ g/mL 之阿巴汀操作標準液 (Working standard solution), 各操作標準液以 0.22 μ m 親水性聚丙烯過濾膜過濾後, 分別取 10 μ L 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 \pm 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 μ g/mL 阿巴汀), 混合均勻, 並以 0.22 μ m 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：

2.7.1.1 波長：243nm。

2.7.1.2 動相：乳劑：氰甲烷+去離子水+醋酸 (700+300+2.5, v/v/v)。

水基乳劑：氫甲烷+去離子水+醋酸 (600+400+2.5, v/v/v)。

2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10 μ L。

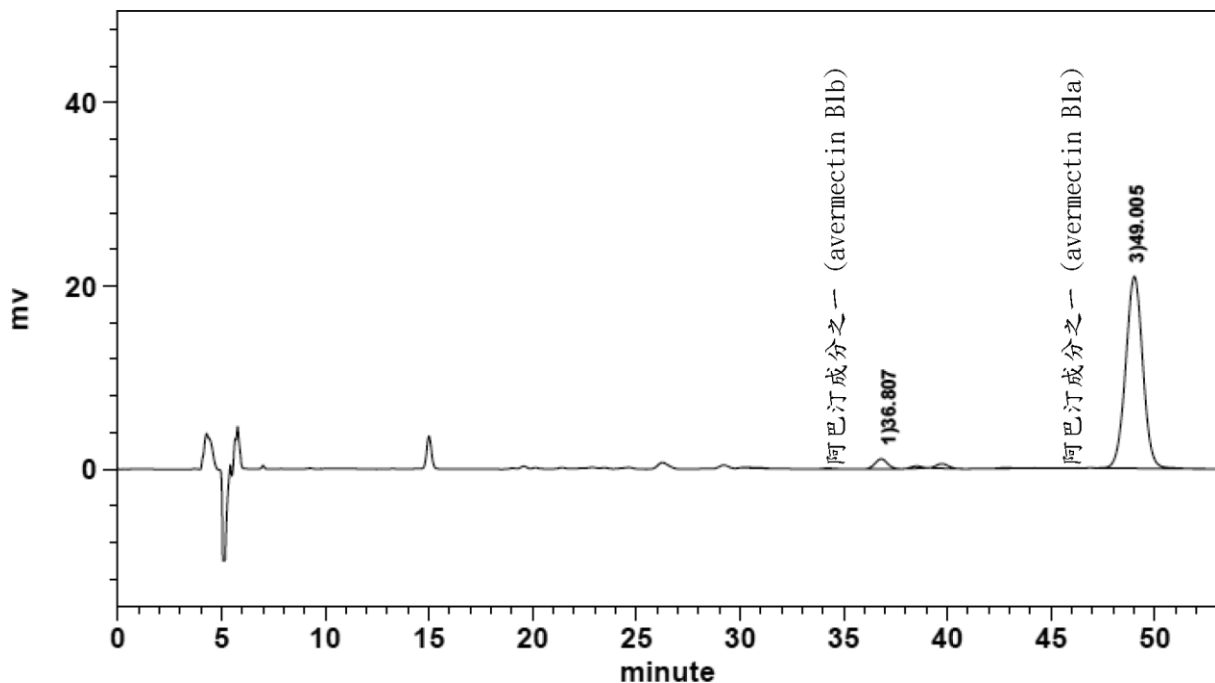
2.7.1.5 分析溫度：40 $^{\circ}$ C。

2.7.2 取操作標準液及檢液各 10 μ L，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 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。