

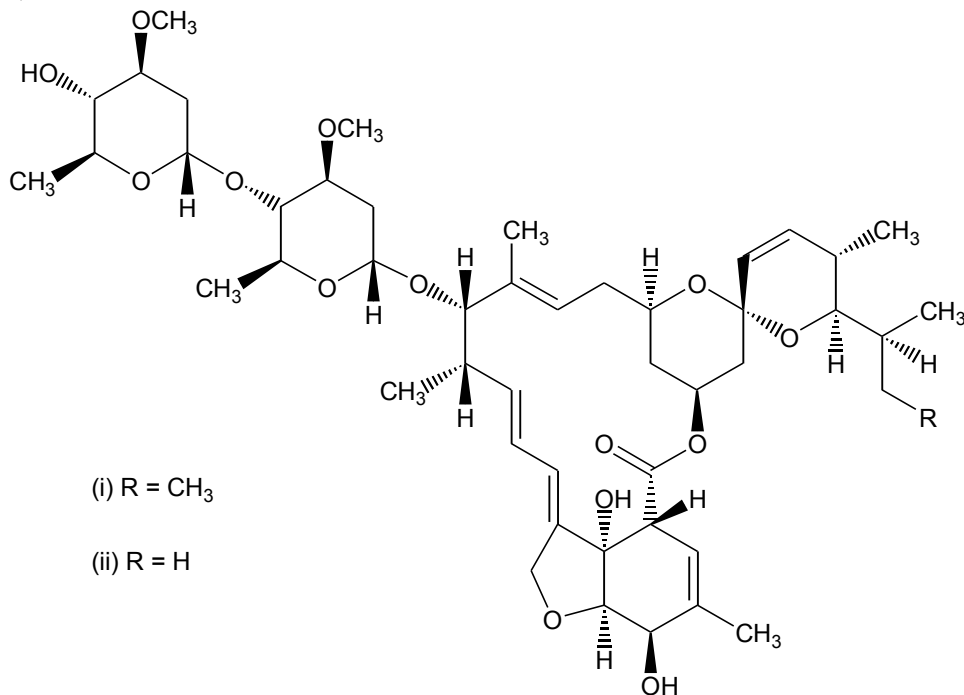
阿巴汀 (Abamectin) 農藥有效成分檢驗方法

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：(10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*)-(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 (i) mixture with (10*E*,14*E*,16*E*,22*Z*)-(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 (ii) (4:1) (IUPAC). 5-*O*-demethylavermectin A_{1a} (i) mixture with 5-*O*-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-25-(1-methylethyl)avermectin A_{1a} (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}.

化學結構：



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。

熔點：150-155 °C。

蒸氣壓： $< 2 \times 10^{-4}$ mPa。

溶解度：水 7-10 $\mu\text{g/L}$ (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)。

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 MΩ-cm，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)，如圖譜) 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 儀器操作條件：

2.7.1.1 波長：243nm。

2.7.1.2 動相：氰甲烷 + 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 B_{1a} (滯留時間 31.5 分鐘) 和avermectin B_{1b} (滯留時間 22.7 分鐘)，如圖譜)，阿巴汀成分之一 (avermectin B_{1a}) 的面積應不小於面積總和之80%。

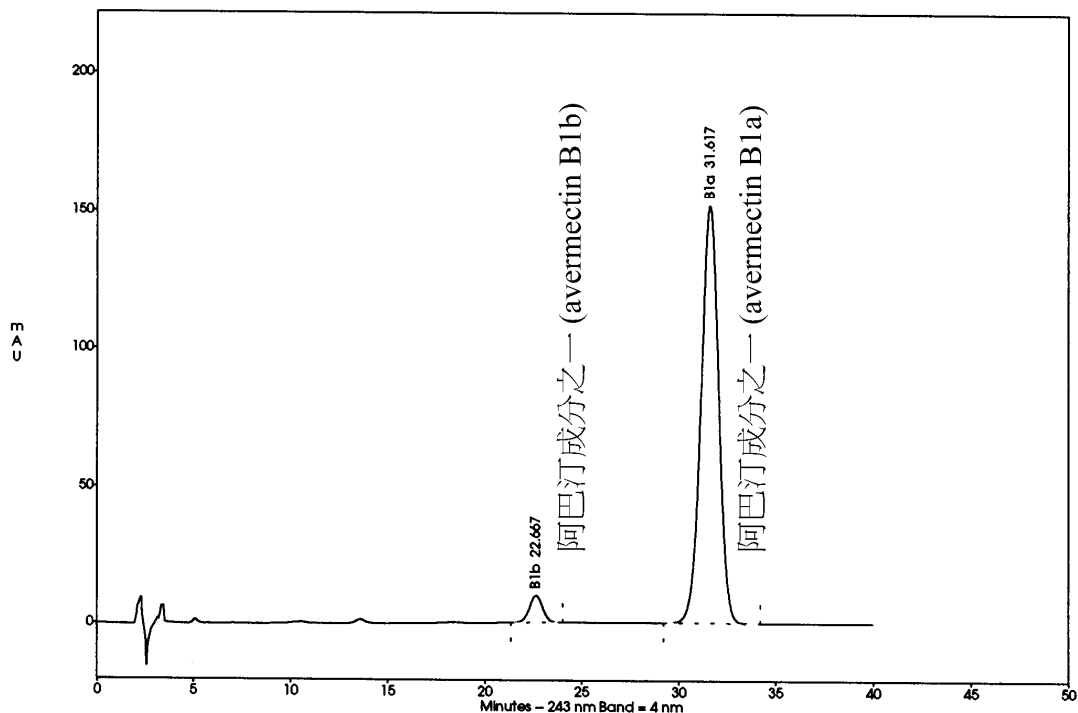
由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中x為檢液中阿巴汀濃度，y為檢

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)

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

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. 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 $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.40$ 。

制定說明：

- 89.5.30 行政院農業委員會 89 農糧字第 890020475 號公告