

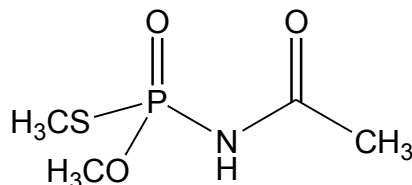
毆殺松 (Acephate) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：毆殺松 (CIPAC No. 338)

化學名稱：*O,S*-dimethyl acetylphosphoramidothioate (IUPAC). *N*-[methoxy (methylthio)phosphinoyl]acetamide (CA; 30560-19-1).

化學結構：



分子式： $C_4H_{10}NO_3PS$

分子量：183.2

理化性質：

外觀：無色結晶體。

熔點：88-90 °C (原體 82-89 °C)。

蒸氣壓：0.226 mPa (24 °C)。

溶解度：水 790 g/L (20 °C)。丙酮 151、乙醇 >100、乙酸乙酯 35、苯 16、己烷 0.1 (g/L, 20 °C)。

安定性：對水解安定，40 °C 下 DT_{50} 60 小時 (pH 9)、710 小時 (pH 3)。

二、劑型：可濕性粉劑 (WP)、可溶性粉劑 (SP)、乳劑 (EC)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於毆殺松可濕性粉劑、可溶性粉劑及乳劑中有效成分之定性及定量分析。

2. 檢驗方法：氣液相層析法 (Gas liquid chromatography, 簡稱 GLC)。

2.1 裝置：

2.1.1 氣液相層析儀：

2.1.1.1 檢出器：火焰離子化檢出器 (Flame ionization detector, 簡稱 FID)。

2.1.1.2 層析管柱：0.25 mm × 30 m (ID × L), HP-1MS (Crosslinked methyl siloxane), 0.25 μm film thickness, 融矽管柱或相當等級。

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：毆殺松，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 內標準品：二苯甲酮 (Benzophenone), 純度經標定之分析級試藥。

2.2.3 丙酮 (Acetone) 為分析級溶劑。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、50 mL、100 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：

稱取約含毆殺松 50 ± 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 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 貯存標準液。

2.5 貯存內標準液 (Internal standard stock solution) 配製：

稱取約含二苯甲酮 100 ± 5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級內標準品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 貯存內標準液。

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

取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 毆殺松貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 0.5 mL 之 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 貯存內標準液，以丙酮稀釋定容至刻度，使成含 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 內標準品之 100、200、300、400、500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之毆殺松操作標準液 (Working standard solution)。分別取 1 μL 注入氣液相層析儀分析之，以其濃度比為 x 軸、尖峰面積比為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線： $y = a + bx$ ，a、b 為常數。

2.7 檢液之配製：

2.7.1 可溶性粉劑：

將檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含毆殺松 100 ± 5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 丙酮，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以丙酮定容至刻度，混合均勻，再取此丙酮溶液 3.0 mL 置於 10 mL 定量瓶中，加入 0.5 mL 貯存內標準液，混合均勻，以丙酮定容至刻度 (最後濃度約含 300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 毆殺松及 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 內標準品)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。

2.7.2 乳劑：

將檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含毆殺松 30 ± 5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 5.0 mL 貯存內標準液，混合均勻，加入 85 mL 丙酮，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以丙酮定容至刻度 (最後濃度約含 300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 毆殺松及 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 內標準品)。

2.8 鑑別試驗及含量測定：

2.8.1 儀器操作條件：

2.8.1.1 溫度：

注入器：230 $^{\circ}\text{C}$ 。

層析管柱：170 $^{\circ}\text{C}$ 。

檢出器：250 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.8.1.2 氣體流速：

攜帶氣體 (氮氣)：1.0 mL/min。

分流比：1 / 25。

補充氣體 (氮氣)：30 mL/min。

氫氣：30 mL/min。

空氣：300 mL/min。

2.8.2 取操作標準液及檢液各 1 μL ，分別注入氣液相層析儀，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比： $x =$

$$\frac{y - a}{b},$$

式中 x 為檢液之濃度比 ($= \frac{\text{檢液中毆殺松濃度}}{\text{檢液中內標準品濃度}}$)，

y 為檢液之面積比 ($= \frac{\text{檢液中毆殺松尖峰面積}}{\text{檢液中內標準品尖峰面積}}$)，

並依下式計算其含量：

有效成分 (% w/w)

$$= \text{檢液濃度比} \times \text{檢液中添加之內標準品濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100 (\%)$$

2.9 圖譜：



五、參考文獻：

1. Dobrat, W., and A. Martijn, Eds. 1998. "CIPAC Handbook H, Analysis of Technical and Formulated Pesticides", 338/Acephate. pp.5-9. Black Bear Press Ltd., Cambridge, England.
2. Tomlin, C. D. S., Ed. 1997. "The Pesticide Manual", 11th ed., BCPC and RSC, UK.

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. 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-標準液1-檢液1-檢液1-標準液2-標準液2-檢液2-檢液2-標準液3-標準液3-檢液3-檢液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 $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.40$ 。