

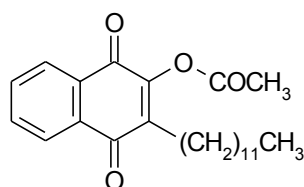
亞醯蠟 (Acequinocyl) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：亞醯蠟 (CIPAC No. n/a)

化學名稱：3-dodecyl-1,4-dihydro-1,4-dioxo-2-naphthyl acetate (IUPAC). 3-(acetyloxy)-2-dodecyl-1,4-naphthalenedione (CA; 57960-19-7).

化學結構：



分子式：C₂₄H₃₂O₄

分子量：384.5

理化性質：

外觀：黃色粉末。

熔點：59.6 °C。

蒸氣壓：5.18 × 10⁻⁵ Pa (40 °C)。

溶解度：水：6.7 × 10⁻³ mg/L，二氯甲烷 620、丙酮 220、甲醇 7.8、正己烷 44、甲苯 450、*N,N*-二甲基甲醯胺 190 (g/L)。

安定性：水解 DT₅₀ 19 天 (pH 1.2, 37 °C)、86 天 (pH 4, 25 °C)、52 小時 (pH 7, 25 °C)、76分鐘 (pH 9, 25 °C)。水溶液光分解 DT₅₀ (pH 5) 6天。

二、劑型：水懸劑 (SC)。

三、作用：殺蠟劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於亞醯蠟水懸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 5 μm C8 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：亞醯蠟, 純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 內標準品：鄰苯二甲酸二[2-乙基己基]酯 (Bis-(2-ethylhexyl)-phthalate), 純度經標定之分析級試藥。

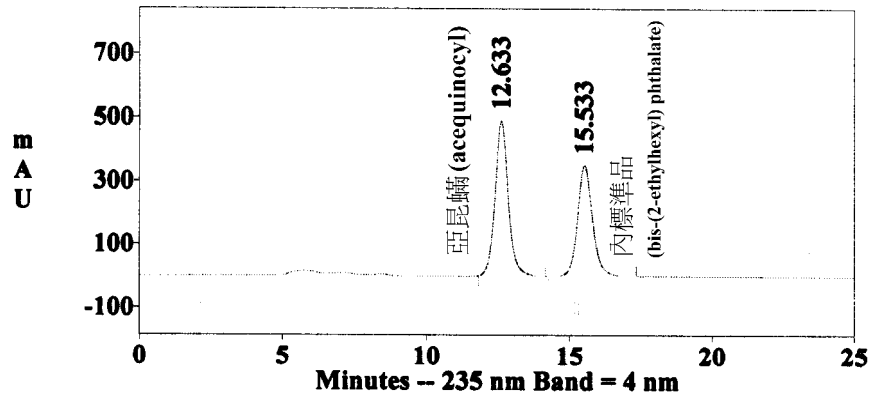
2.2.3 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 磷酸 (Phosphoric acid) 為 HPLC 級試藥。

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 10 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：
稱取約含 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 氘甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以氘甲烷定容至刻度，為 $1000 \mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。
- 2.5 貯存內標準液 (Internal standard solution) 配製：
稱取約含鄰苯二甲酸二[2-乙基己基]酯 50 ± 5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級內標準品，置於 50 mL 定量瓶中，加入氘甲烷 45 mL，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以氘甲烷定容至刻度，為 $1000 \mu\text{g/ml}$ 貯存內標準液。
- 2.6 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：
取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 $1000 \mu\text{g/mL}$ 亞醜蟻貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 4.0 mL 之 $1000 \mu\text{g/mL}$ 貯存內標準液，以氘甲烷稀釋定容至刻度，使成含 $400 \mu\text{g/mL}$ 內標準品之 50、100、150、200、250 $\mu\text{g/mL}$ 之亞醜蟻操作標準液 (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：
將檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含亞醜蟻 15 ± 3 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 氘甲烷，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以氘甲烷定容至刻度，混合均勻，再取此氘甲烷溶液 5.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，加入 4.0 mL 貯存內標準液，混合均勻，以氘甲烷定容至刻度 (最後濃度約含 $150 \mu\text{g/mL}$ 亞醜蟻及 $400 \mu\text{g/mL}$ 內標準品)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。
- 2.8 鑑別試驗及含量測定：
- 2.8.1 儀器操作條件：
- 2.8.1.1 波長：235 nm。
- 2.8.1.2 動相：氘甲烷 + 水 (85 + 15, v/v)，水先以磷酸調整 pH 值為 4.0。
- 2.8.1.3 流速：0.6 mL/min。
- 2.8.1.4 注入量：20 μL 。
- 2.8.1.5 分析溫度：室溫。
- 2.8.2 取操作標準液及檢液各 20 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比： $x = \frac{y - a}{b}$ ，式中
- x 為檢液之濃度比 (= 檢液中亞醜蟻濃度 / 檢液中內標準品濃度)，
- y 為檢液之面積比 (= 檢液中亞醜蟻尖峰面積 / 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. Tomlin, C. D. S., Ed. 1997. "The Pesticide Manual", 11th ed., BCPC and RSC, UK.
2. Tsuji, A. 1997. Determination of acequinocyl in Kanemite® Flowable by HPLC. Research Center, Analytical Research Group, Agro Kanesho Co., Ltd.

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 15% 之有效成分含量， $\%RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ， $C = 0.15$ ， $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)} = 2.66$ 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.78$ 。

制定說明：

90.12.20 行政院農業委員會 90 農糧字第 900021456 號公告