

因滅汀 (Emamectin benzoate) 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：

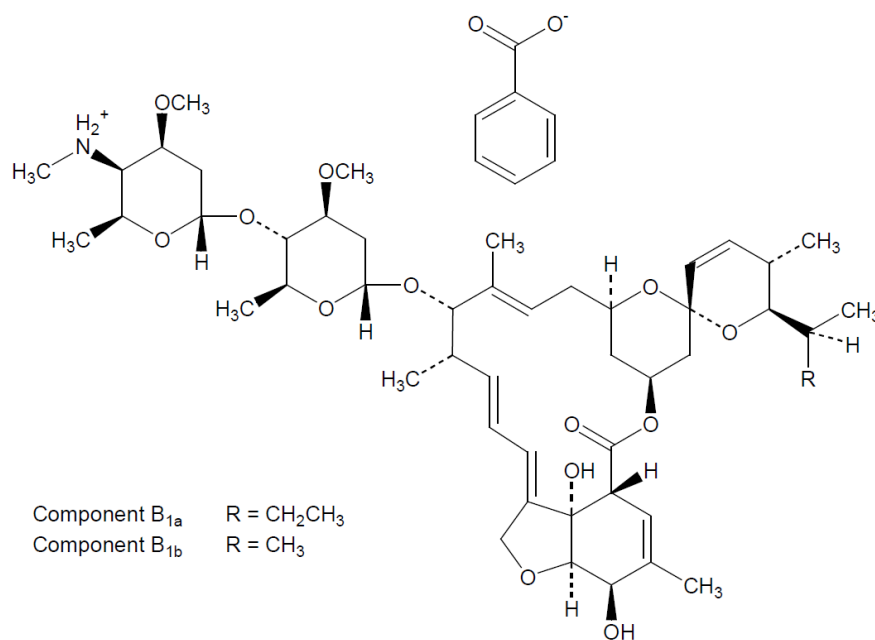
普通名稱：因滅汀(CIPAC No. 791)

化學名稱：Mixture of emamectin B_{1a}(>90%) and emamectin B_{1b}(<10%), as their benzoate salts.

(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[15.6.1.14,8,0^{20,24}]pentacosa-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'*H*-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-3-*O*-methyl-4-*O*-(2,4,6-trideoxy-3-*O*-methyl-4-methylamino- α -L-*lyxo*-hexopyranosyl)- α -L-*arabino*-hexopyranoside (emamectin 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*)-21,24-dihydroxy-6'-isopropyl-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetracyclo[15.6.1.1⁴,8,0^{20,24}]pentacosa-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'*H*-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-3-*O*-methyl-4-*O*-(2,4,6-trideoxy-3-*O*-methyl-4-methylamino- α -L-*lyxo*-hexopyranosyl)- α -L-*arabino*-hexopyranoside (emamectin B_{1b}) (IUPAC).

(4"*R*)-5-*O*-demethyl-4"-deoxy-4"-(methylamino)avermectin A1a (emamectin B_{1a}) ; (4"*R*)-5-*O*-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-4"-deoxy-4"-(methylamino)-25-(1-methylethyl)avermectin A1a (emamectin B_{1b}) (CAS; 121124-29-6(emamectin B_{1a}) ; 121424-52-0(emamectin B_{1b})).

化學結構：

分子式：(i) C₅₆H₈₁NO₁₅ (4"-*epi*-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1a} benzoate) ;(ii) C₅₅H₇₉NO₁₅ (4"-*epi*-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1b} benzoate)分子量：(i) 1008.26 (4"-*epi*-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1a} benzoate) ;(ii) 994.23 (4"-*epi*-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1b} benzoate)

理化性質：

外觀：白色或淡白色粉末。

熔點：141-146 °C

蒸氣壓：0.004 mPa(21°C)

解離常數：pKa 4.18(20-25°C)

比重：1.2 (20-25°C)

溶解度：水 24 mg/L (20-25°C ,pH 7)。

安定性：在 25°C 下，於 pH 5.2、6.2、7.2、8 之水溶液中安定，於 pH 9 之水解半衰期為 19.5 天。

水中光分解安定性：在 25.3°C 下，於 pH 7 之水中光分解半衰期為 21 小時。於 194 °C 下分解。

二、劑型：乳劑 (EC)、水溶性粒劑 (SG)、水基乳劑(EW)、水懸劑(SC)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於因滅汀乳劑、水溶性粒劑、水基乳劑及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，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Gemini-NX 5u C18 110A，5 μm，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 參考物質：因滅汀，純度經標定之分析級對照用參考物質。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 乙醇胺 (Ethanolamine) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 去離子水 (18.0 MΩ.cm 以上，經 0.22 μm 濾膜過濾)。

2.2.5 稀釋溶劑：氰甲烷：水 (70：30，v/v)

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 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。

2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製(STD A)：

秤取約含因滅汀 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用參考物質，置於 25 mL 定量瓶中，加入 20 mL 氰甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。

2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作(STD A-1 ~ STD A-5)：

取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 因滅汀貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之因滅汀操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾後，分別取 10 μL 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 重複約含因滅汀 7.5 ± 0.7 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，回

至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度(最後濃度約含 150 µg/mL 因滅汀)，混合均勻，並以 0.22 µm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，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：245 nm。

2.7.1.2 動相：氬甲烷：0.4%乙醇胺水溶液(70：30，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 °C。

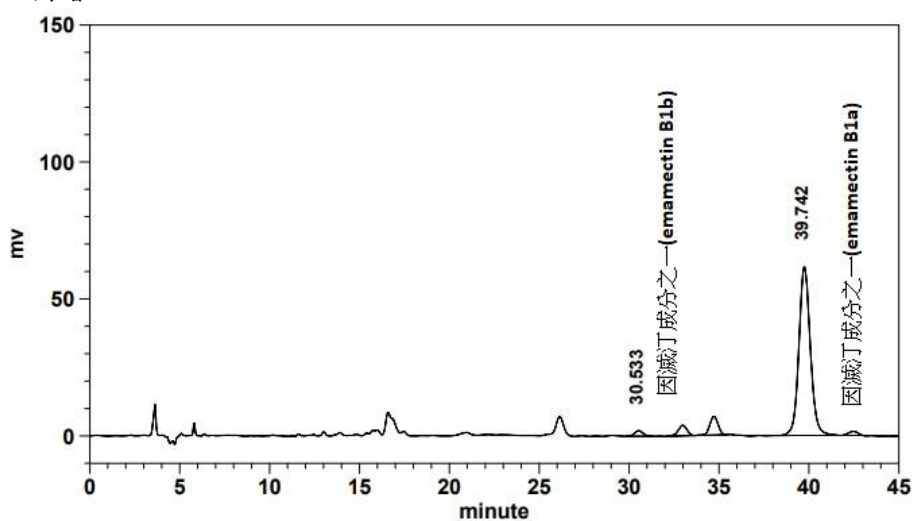
2.7.2 取操作標準液及檢液各 10 µL，分別注入高效液相層析儀，就操作標準液與檢液所得尖峰之滯留時間比較鑑別之，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中 x 為檢液中因滅汀濃度，y 為檢液中因滅汀尖峰面積，並依下式

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. 因滅汀 (Emamectin benzoate) 農藥有效成分檢驗方法，農業部改制前行政院農業委員會 89 年 5 月 30 日農糧字第 890020475 號公告。
2. BCPC Online Pesticide Manual.
http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2022/02/17)

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) 之參考物質，其稱取量應為 25±5mg，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參考物質，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，依所得之參考物質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，其參考物質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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，2.15% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
 $C = 0.0215$
 $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.0215)} = 3.57$
 $RSD_r = 3.57 \times 0.67 = 2.39$
 - 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。