

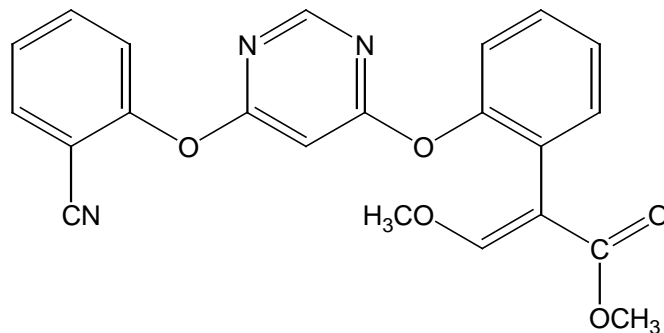
## 亞托敏 (Azoxystrobin) 農藥有效成分檢驗方法

## 一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：亞托敏 (CIPAC No. 571)

化學名稱：Methyl (*E*)-2-{2-[6-(2-cyanophenoxy) pyrimidin-4-yloxy]phenyl}3-methoxyacrylate (IUPAC). Methyl (*E*)-2-[[6-(2-cyanophenoxy)-4-pyrimidinyl]oxy]- (methoxymethylene)benzeneacetate (CA; 131860-33-8).

化學結構：



分子式：C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>

分子量：403.4

理化性質：

外觀：白色固體。

熔點：116 。

蒸氣壓：1.1 × 10<sup>-7</sup> mPa (25 )。

溶解度：20 溶解度：水 (6 mg/L) ，易溶解於乙酸乙酯、氰甲烷、二氯甲烷，微溶於己烷、正辛醇。

安定性：水中光分解半衰期為11-17天。

二、劑型：水懸劑 (SC) 。

三、作用：殺菌劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於水懸劑中亞托敏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：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，振盪器。
- 2.2 試藥：
- 2.2.1 標準品：亞托敏，純度經標定之分析級對照用標準品。
- 2.2.2 內標準品：Bis-(2-ethylhexyl)-phthalate，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、100 mL、250 mL。
- 2.3.2 刻度吸管。
- 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：  
精確稱取已知純度之亞托敏分析級對照用標準品100 mg (精確至0.1 mg)，置於100 mL定量瓶中，加入80 mL丙酮，混合均勻以超音波振盪至完全溶解後，回至室溫以丙酮定容至刻度，相當於1000 µg/mL貯存標準液。
- 2.5 貯存內標準液 (Internal standard stock solution) 配製：  
精確稱取已知純度之Bis-(2-ethylhexyl)-phthalate內標準品250 mg (精確至0.1 mg)，置於250 mL定量瓶中，加入丙酮，以超音波振盪5分鐘至完全溶解後，回至室溫以丙酮定容至刻度，為1000 µg/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 µg/mL亞托敏貯存標準液，分別置於10 mL定量瓶中，各加入1.0 mL之1000 µg/mL貯存內標準液，以丙酮稀釋，混合均勻並定容至刻度，使成含100 µg/mL內標準品之100 200 300 400 500 µg/mL之亞托敏操作標準液 (Working standard solution)。分別取 1 µL注入氣液相層析儀分析之，以其尖峰面積比為Y軸、濃度比為X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20 mg主成分之水懸劑樣品，置於100 mL定量瓶中，加入10 mL貯存內標準液，混合均勻後，加入丙酮並以超音波振盪5分鐘後，回至室溫以丙酮定容至刻度 (最後約含200 µg/mL亞托敏及100 µg/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：270 °。  
層析管：265 °。  
檢出器：280 °。
- 2.8.1.2 氣體流速：  
擔氣 (氮氣)：採程式壓力控制 (Programmable pressure control, PPC)，固定流速 1.2 mL/min。  
分流比率：1/25。  
氫氣：45 mL/min。

空氣：450 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 ( =  $\frac{\text{檢液濃度}}{\text{內標準品濃度}}$  )

$y$  為檢液之面積比 ( =  $\frac{\text{檢液面積}}{\text{內標準品面積}}$  )

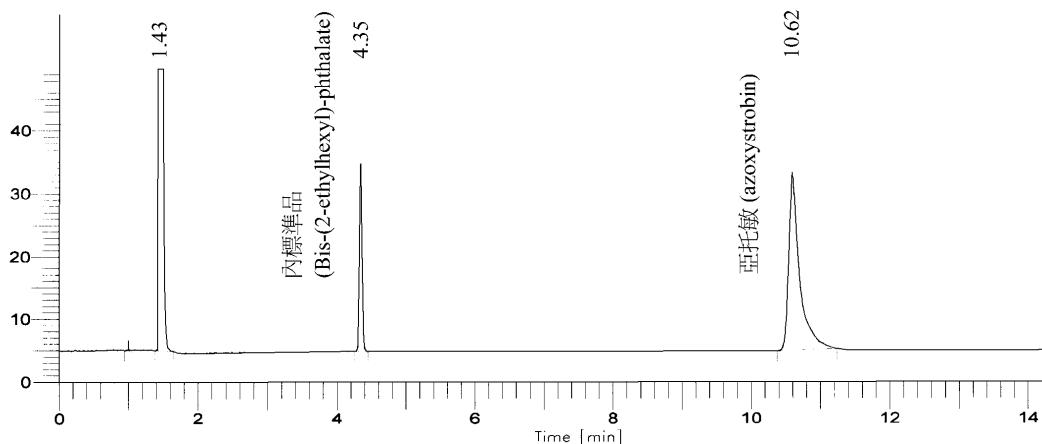
並依下式計算其含量：

有效成分 (% , 克/克)

= 檢液濃度比 × 檢液中添加之內標準品濃度(μg/mL) × 稀釋體積(mL) ×

$$\frac{1g}{10^6 \mu g} \times \frac{1}{\text{檢體重}(g)} \times 100 (\%)$$

2.9 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。
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：

- 88.3.25 行政院農業委員會 88 農糧字第 88112072 號公告