

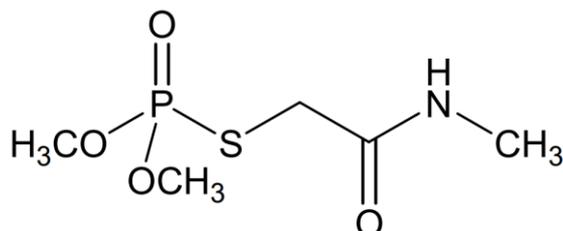
大滅松 (Dimethoate) 農藥中其他成分毆滅松 (Omethoate) 檢驗方法草案

一、結構及物理化學性質：

普通名稱：毆滅松 (CIPAC No.202)

化學名稱：2-dimethoxyphosphinoylthio-*N*-methylacetamide, *O,O*-dimethyl *S*-methylcarbamoylmethyl phosphorothioate (IUPAC). *O,O*-dimethyl *S*-[2-(methylamino)-2-oxoethyl] phosphorothioate (CAS ; 1113-02-6)

化學結構：



分子式：C₅H₁₂NO₄PS

分子量：213.2

理化性質：

外觀：無色液體。

熔點：-28°C。

蒸氣壓：3.3 mPa (20 °C)。

比重：1.32 (20-25 °C)。

溶解度：水 500 g/L、溶於丙酮、甲醇，微溶於乙醚，不溶於石油醚 (均為 20-25 °C)。

安定性：於 135 °C 下分解。

二、劑型：乳劑 (EC)。

三、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於大滅松 (Dimethoate) 乳劑成品農藥中其他成分毆滅松 (Omethoate) 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), J&W DB-5, 0.25 μm film thickness, 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：毆滅松 (Omethoate), 純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 丙酮 (Acetone) 為分析級溶劑。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL、100 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)：

精確稱取約含毆滅松 12.5±2.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 25 mL 定量瓶中，加入 20 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 500 μg/mL 貯存標準液。再取此貯存

標準液 10 mL，置於 50 mL 定量瓶中，以丙酮定容至刻度，混合均勻，為 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 貯存標準液。

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

取 2.0、4.0、6.0、8.0、10 mL 之 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 毆滅松貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以丙酮定容至刻度，使成含 20、40、60、80、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之毆滅松操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以親水性聚丙烯濾膜過濾後，取 1 μL 注入氣相層析儀分析之，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，分別秤取三重複約含毆滅松 $7.5 \pm 0.75 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之大減松樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 80 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，再取此溶液 8 mL 置於 10 mL 定量瓶中，以丙酮定容至刻度(最後濃度約含毆滅松 60 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，混合均勻，並以 0.22 μm 親水性聚丙烯濾膜過濾，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 溫度：

注入器：240 $^{\circ}\text{C}$ 。

層析管柱：175 $^{\circ}\text{C}$ ，維持 2 分鐘，以每分鐘升溫 2 $^{\circ}\text{C}$ 至 200 $^{\circ}\text{C}$ ，維持 5 分鐘，再以每分鐘升溫 20 $^{\circ}\text{C}$ 至 300 $^{\circ}\text{C}$ ，維持 10 分鐘。

檢出器：250 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.7.1.2 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)：50 mL/min。

氫氣：40 mL/min。

空氣：450 mL/min。

2.7.2 操作標準液及檢液各 1 μL ，分別注入氣相層析儀，就操作標準液與檢液所得

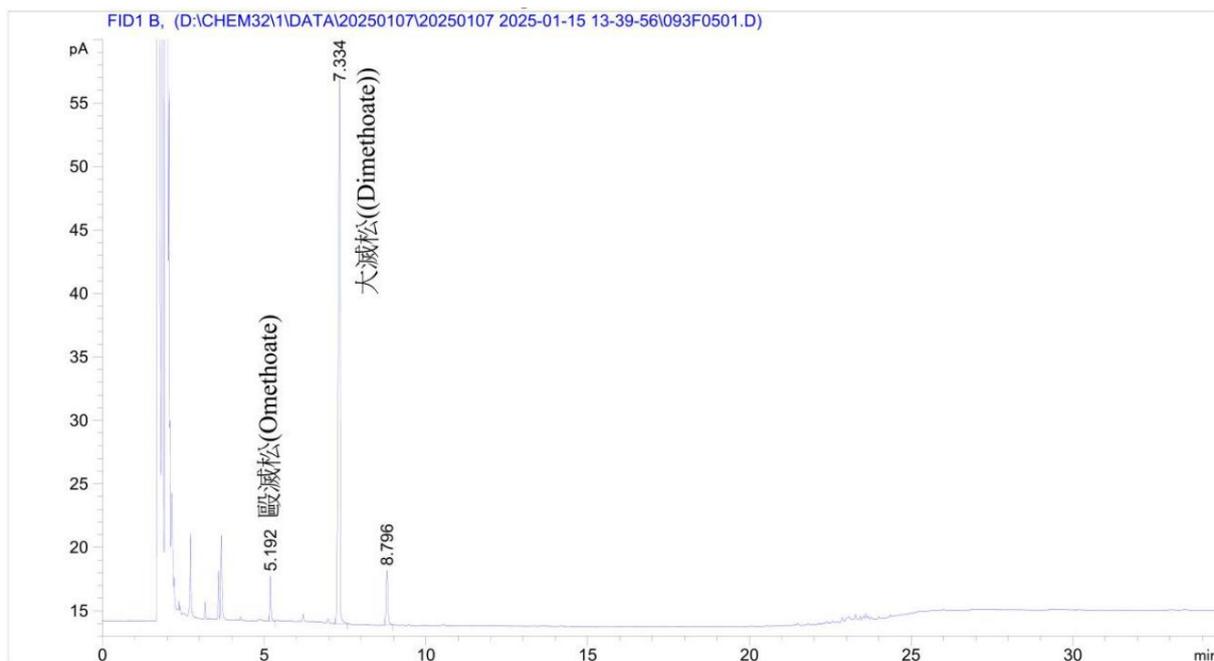
尖峰之滯留時間比較鑑別之，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中

x 為檢液中毆滅松濃度，y 為檢液中毆滅松尖峰面積，並依下式計算其他成分含量：

其他成分 (%，w/w)

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

2.8 圖譜：



四、參考文獻：

1. BCPC Online Pesticide Manual.

http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2024/01/31)

2. 毆滅松 (Omethoate) 農藥有效成分檢驗方法。農業部改制前行政院農業委員會 91 年 6 月 12 日農糧字第 0910020561 號公告。

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. 建議使用不同來源或相同來源不同批號之標準品做為查核標準品，配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STD B) 之標準品，其秤取量應大於 25 mg，且二者之相差應不大於 0.2 mg。
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 20 小時。
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：每注入三個檢液後，須注入查核標準液 (STD B-3) 查核檢量線，依所得之標準品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，其標準品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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$, $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，例如 0.176 % 之毆滅松含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：

$$C = 0.00176$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.00176)} = 5.20$$

$$RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 3.48$$

- 11.若有查核樣品應於其他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，或對分析其他成分有懷疑時，應以添加試驗、變更層析條件或其他鑑定方法加以確認。
- 13.分析時間：建議室溫 20 小時內分析完畢。