

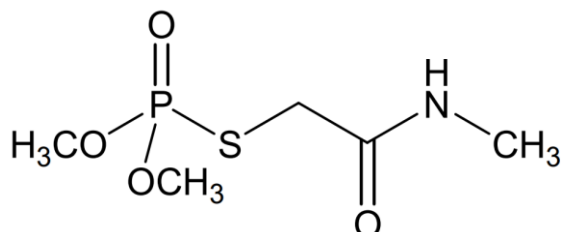
大滅松 (Dimethoate) 農藥中其他成分毆滅松 (Omethoate) 檢驗方法

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： $C_5H_{12}NO_4PS$

分子量：213.2

理化性質：

外觀：無色液體。

熔點： $-28^{\circ}C$ 。

蒸氣壓： 3.3 mPa ($20^{\circ}C$)。

比重： 1.32 ($20-25^{\circ}C$)。

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 $20-25^{\circ}C$)。

安定性：於 $135^{\circ}C$ 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： $0.25\text{ mm} \times 30\text{ m}$ (ID $\times$ L)，J&W DB-5， $0.25\text{ }\mu\text{m}$ film thickness，或相當等級。

2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 $40-50\text{ KHz}$)，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 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 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 $12.5 \pm 2.5\text{ mg}$ (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 $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ 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 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 2.0、4.0、6.0、8.0、10 mL 之 100 µg/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 µg/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 ± 0.75 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 µg/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°C。

層析管柱：175°C，維持 2 分鐘，以每分鐘升溫 2°C 至 200°C，維持 5 分鐘，再以每分鐘升溫 20°C 至 300°C，維持 10 分鐘。

檢出器：250°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

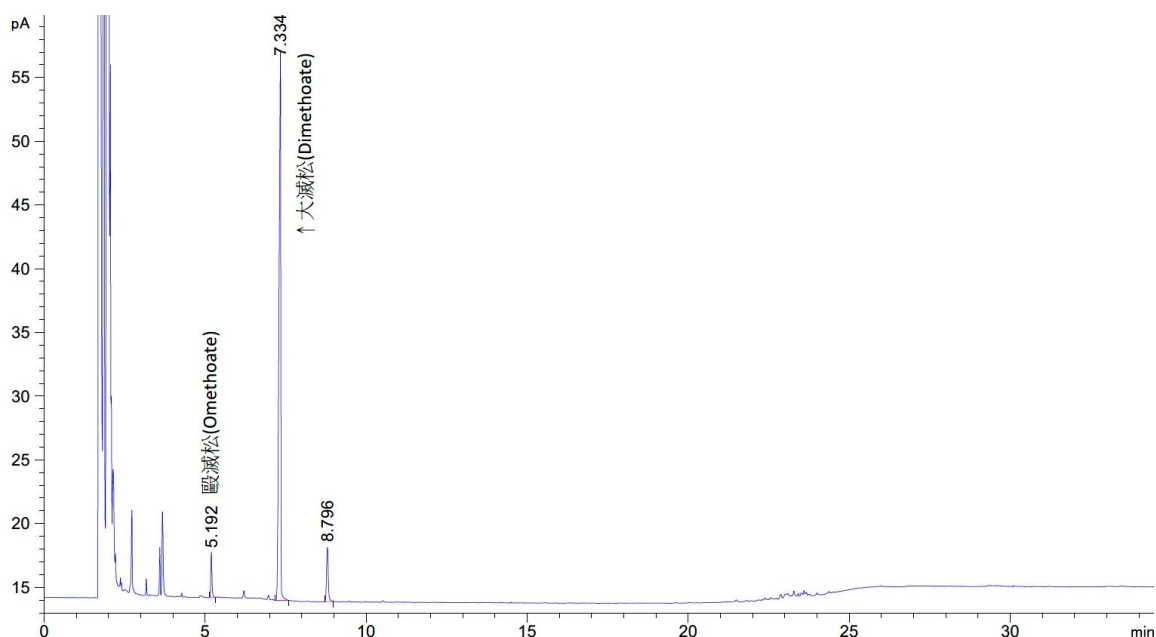
尖峰之滯留時間比較鑑別之，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，式中

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)

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

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。