

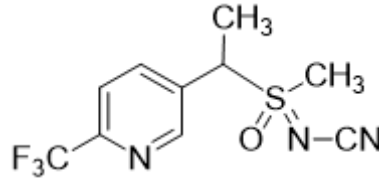
速殺氟(Sulfoxaflor) 農藥有效成分檢驗方法草案

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：速殺氟 (CIPAC No.820)

化學名稱：[methyl(oxo){1-[6-(trifluoromethyl)-3-pyridyl]ethyl}- λ^6 -sulfanylidene]cyanamide(IUPAC). *N*-[methyloxido[1-[6-(trifluoromethyl)-3-pyridinyl]ethyl]- λ^4 -sulfanylidene]cyanamide(CA;946578-00-3).

化學結構：



分子式： $C_{10}H_{10}F_3N_3OS$

分子量：277.3

理化性質：

外觀：白色固體。

熔點： $112.9^{\circ}C$ 。

沸點： $167.7^{\circ}C$ 分解。

蒸氣壓： 1.4×10^{-3} mPa($25^{\circ}C$)。

溶解度：水 570.0 mg/L($20-25^{\circ}C$)(pH 7)；丙酮 217、乙酸乙酯 95.2、正庚烷 0.000242、甲醇 93.1、正辛醇 1.66、二甲苯 0.743(均為 g/L， $20-25^{\circ}C$)。

安定性： $54^{\circ}C$, 14 天安定。

假比重：1.5191 ($20-25^{\circ}C$)。

二、劑型：水懸劑(SC)、水分散性粒劑(WG)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於速殺氟水懸劑及水分散性粒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， $4.6 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ (ID $\times$ L)，Gemini-NX C18 Phenomenex， $5 \mu\text{m}$ ，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：速殺氟，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 內標準品：4-乙苯酚(4-ethylphenol)，純度經標定之分析級試藥。

2.2.3 甲醇 (Methanol) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 磷酸 (Phosphoric acid) 為分析級試藥，85% (w/w)，比重 1.71。

2.2.5 去離子水 ($\geq 18.0 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ，經 $0.22 \mu\text{m}$ 濾膜過濾)

2.2.6 0.1%磷酸水溶液(v/v)：秤取約 $1.7 \pm 0.1 \text{ g}$ 磷酸 85% (w/w)於小燒杯，以去離子水洗入 1000 mL 定量瓶中，加入去離子水定容至刻度，混合均勻。(或以刻

度吸管量取 1 mL 之磷酸 85% (w/w)置入 1000 mL 定量瓶中，加入去離子水定容至刻度，混合均勻)

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、50 mL、100 mL、1000 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：

秤取約含速殺氟 25 $\pm$ 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 40 mL 甲醇，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以甲醇定容至刻度，為 500 $\mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。

2.5 貯存內標準液 (Standard stock solution) 配置：

秤取約含乙苯酚 150 $\pm$ 15 mg (紀錄至 1mg) 之已知純度分析級試藥，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 甲醇，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以甲醇定容至刻度，為 1500 $\mu\text{g/mL}$ 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 500 $\mu\text{g/mL}$ 速殺氟貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，分別加入 1.0mL 之 1500 $\mu\text{g/mL}$ 貯存內標準液，以甲醇稀釋定容至刻度，使成含 150 $\mu\text{g/mL}$ 內標準品之 50、100、150、200、250 $\mu\text{g/mL}$ 之速殺氟操作標準液 (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，分別秤取 3 重複約含速殺氟 30 $\pm$ 3 mg 之樣品 (記錄至 0.1mg)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 甲醇，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以甲醇定容至刻度，再從中取 5.0mL 至 10 mL 定量瓶，並加入 1.0mL 貯存內標準液，混合均勻，並以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之(濃度約含 150 $\mu\text{g/mL}$ 內標準品與 150 $\mu\text{g/mL}$ 速殺氟)，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：260 nm。

2.8.1.2 動相：甲醇+0.1%磷酸水溶液 (35 + 65，v/v)。

2.8.1.3 流速：0.8 mL/min。

2.8.1.4 注入量：10 μL 。

2.8.1.5 分析溫度：40 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.8.2 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： $x = \frac{y-a}{b}$ ，

$$\frac{y-a}{b},$$

式中 x 為檢液中速殺氟之濃度，

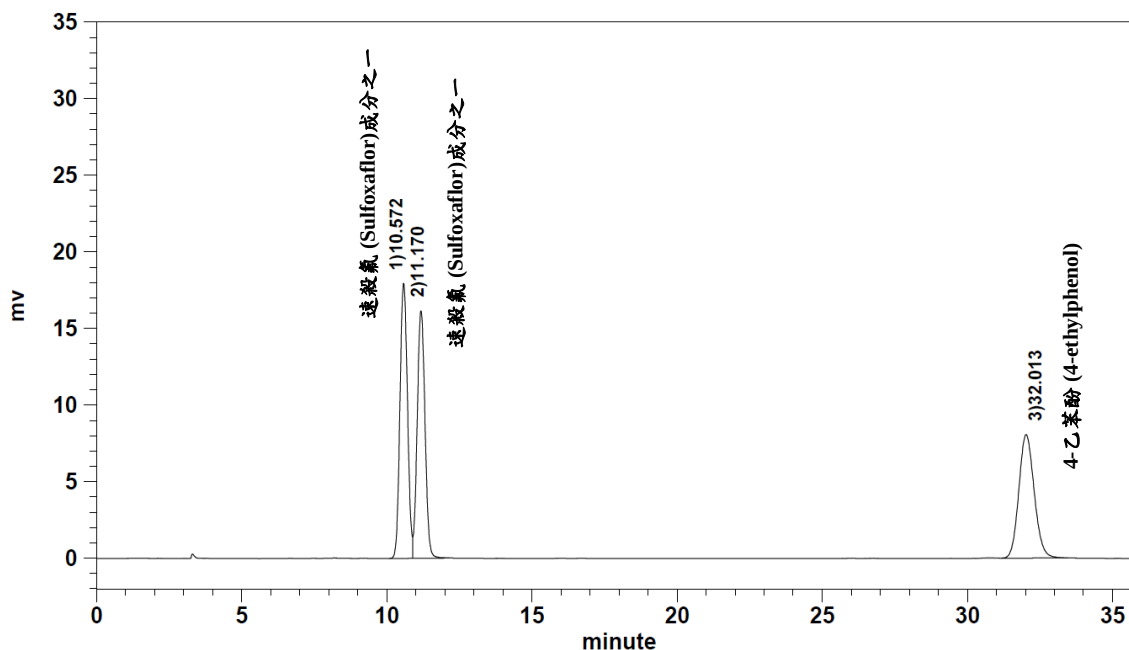
y 為檢液中速殺氟之面積比，計算公式為 $\frac{\text{檢液中速殺氟尖峰面積}}{\text{檢液中內標準品尖峰面積}}$

並依下式計算其含量：

有效成分 (%，w/w)

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

2.9 圖譜：



五、參考文獻：

1. Waid Chris (2010) Analytical Method and Validation for the Determination of XDE-208 in GF-2372 and GF-2032. End Use Products and in XDE-208 Technical Grade Active Ingredient. Dow AgroSciences LLC 55 pp.
2. Waid Chris (2010) Determination of the Stability of XDE-208 Technical to Selected Metals and Metal ions. Dow AgroSciences LLC 40 pp.
3. BCPC Online Pesticide Manual.
http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx(擷取日期：2016/07/06)
4. PPDB: Pesticide Properties DataBase
<http://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/1662.htm>(擷取日期：2017/08/28)

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，若有不同來源或相同來源不同批號之標準品，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 99~101% 之間。(感應因子 = 尖峰面積比 / 濃度比)
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：
 - 5.1 操作標準液 (STD A-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 99~101% 之間，若超出範圍，則應重新注入分析。
 - 5.2 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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，22.4% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
- $$C = 0.224$$
- $$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.224)} = 2.51$$
- $$RSD_r = 2.51 \times 0.67 = 1.68$$
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。