

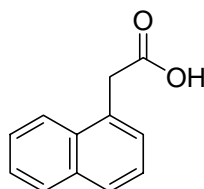
## 萘乙酸 (1-Naphthylacetic acid) 農藥有效成分檢驗方法

### 一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：萘乙酸 (CIPAC No. 313)

化學名稱：1-naphthylacetic acid (IUPAC). 1-naphthaleneacetic acid (CA; 86-87-3).

化學結構：



分子式： $C_{12}H_{10}O_2$

分子量：186.2

理化性質：

外觀：無色結晶固體。

熔點：134-135 °C。

蒸氣壓： $< 0.01$  mPa (25 °C)。

溶解度：水 420 mg/L (20 °C)。二甲苯 55、四氯化碳 10.6 (g/L, 26 °C)。易溶於醇類與丙酮，溶於乙醚與氯仿。與鹼金屬或銨形成之鹽類易溶於水。

安定性：貯存時安定。

二、劑型：水溶性粉劑 (SP)、水溶性片劑 (ST)。

三、作用：植物生長調節劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於萘乙酸水溶性粉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 × 150 mm (ID × L)，Inertsil 5 μm ODS-2，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：萘乙酸，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 甲醇 (Methanol) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

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

2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ-cm，經 0.2 μm 濾膜過濾)。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、50 mL、100 mL。

2.3.2 刻度吸管。

2.3.3 0.2 μm耐龍 (Nylon) 過濾膜。

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

秤取約含萘乙酸 50±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 45 mL 甲醇，以超音波振盪至完全溶解後 (約10 分鐘)，回至室溫，以甲醇定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。再取 5.0 mL 之 1000 μg/mL 貯存標準液，置於 50 mL 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，為 100 μg/mL 貯存標準液。

2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：

取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 100 μg/mL 萘乙酸貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋定容至刻度，使成 10、20、30、40、50 μg/mL 之萘乙酸操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 20 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 (片劑先取約 30 g 以研鉢研磨為細粉)，分別秤取三重複約含萘乙酸 30±5 mg (記錄至0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 甲醇，以超音波振盪 15 分鐘，回至室溫，以甲醇定容至刻度，混合均勻，再取此甲醇溶液 5.0 mL 置於 50 mL 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，混合均勻 (最後濃度約含 30 μg/mL 萘乙酸)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，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：225 nm。

2.7.1.2 動相：氰甲烷 + 0.04% (v/v) 磷酸水溶液 (330 + 670, v/v)。

2.7.1.3 流速：1.0 mL/min。

2.7.1.4 注入量：20 μL。

2.7.1.5 分析溫度：室溫。

2.7.2 取操作標準液及檢液各 20 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 為檢液中萘乙酸濃度，y 為檢液中萘乙酸尖峰面積，並依下

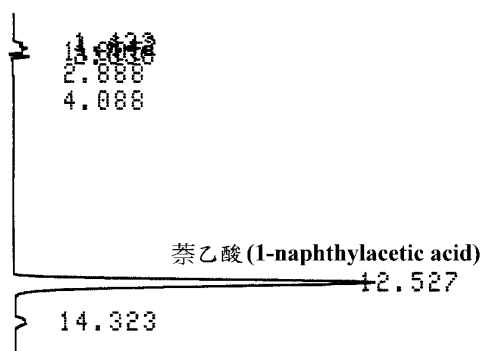
式計算其含量：

有效成分 (% w/w)

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

註：萘乙酸 (鈉鹽) (%) = 萘乙酸含量 × 1.118

2.8 圖譜：



#### 五、參考文獻：

1. Tomlin, C. D. S., Ed. 2000. "The Pesticide Manual", 12th ed., BCPC and RSC, UK.

#### 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. 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-標準液1-檢液1-檢液1-標準液2-標準液2-檢液2-檢液2-標準液3-標準液3-檢液3-檢液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 22% 之有效成分含量， $\%RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ， $C=0.22$ ， $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)} = 2.51$  是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之  $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.68$ 。

#### 制定說明：

- 93.3.4 行政院農業委員會 93 農授防字第 0931484128 號公告