

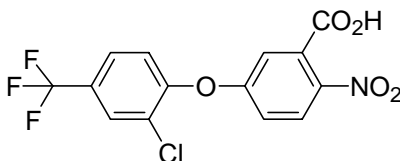
亞喜芬 (Acifluorfen) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：亞喜芬 (CIPAC No. 497)

化學名稱：5-(2-chloro- α, α, α -trifluoro-*p*-tolxyloxy)-2-nitrobenzoic acid (IUPAC). 5-[2-chloro-4-(trifluoromethyl)phenoxy]-2-nitrobenzoic acid (CA; 50594-66-6).

化學結構：



分子式：C₁₄H₇ClF₃NO₅

分子量：361.7

理化性質：

外觀：淡褐色固體。

熔點：142-160 °C。

蒸氣壓：<0.01 mPa (20 °C)。

溶解度：水 120 mg/L (原體 23-25 °C)。丙酮 600、乙醇 500、二氯甲烷 50、二甲苯 <10、煤油 <10 (均為 g/kg, 25 °C)。

安定性：235 °C 分解。酸性和鹼性介質中 pH 3-9 (40 °C) 安定。能被紫外光分解，半衰期約 110 小時。

亞喜芬鈉鹽 (Acifluorfen-sodium)

化學名稱：sodium 5-(2-chloro- α, α, α -trifluoro-*p*-tolxyloxy)-2-nitrobenzoic acid (IUPAC). sodium 5-[2-chloro-4-(trifluoromethyl)phenoxy]-2-nitrobenzoic acid (CA; 62476-59-9).

分子式：C₁₄H₆ClF₃NNaO₅

分子量：383.6

理化性質：

外觀：乾燥狀態下為淡黃色。

熔點：274-278 °C (分解)。

蒸氣壓：<0.01 mPa (25 °C)。

溶解度：水 62.07, (pH7) 60.81, (pH9) 60.71 (g/100g, 25 °C)。辛醇 5.37、甲醇 64.15、正己烷 <5×10⁻⁵ (均為 g/100mL, 25 °C)。

安定性：於 20-25 °C 水溶液下，安定性大於 2 年。

二、劑型：溶液 (SL)。

三、作用：殺草劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於亞喜芬溶液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，4.6mm × 250mm (ID × L)，Synergi 4 μm Fusion-RP 80A (C18)，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：亞喜芬，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 四氫呋喃 (Tetrahydrofuran) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 硫酸 (Sulfuric acid)，以去離子水稀釋為 0.5 M 備用。

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、25 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：

秤取約含亞喜芬 25±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 22 mL 四氫呋喃，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以四氫呋喃定容至刻度，為 1000 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 1000 μg/mL 貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，加入 5.0 mL 去離子水後，以四氫呋喃稀釋定容至刻度，使成含 100、200、300、400、500 μg/mL 之亞喜芬操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 10 μL 注入高效液相層析儀分析之，以其濃度為 x 軸、尖峰面積為 y 軸，經迴歸分析分別求得二有效成分標準檢量線： $y = a + bx$ ，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亞喜芬 30±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 40 mL 四氫呋喃，以振盪器混合後，加入 50 mL 去離子水，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以四氫呋喃定容至刻度，混合均勻 (最後濃度約含 300 μg/mL 亞喜芬)，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：277 nm。

2.7.1.2 動相：四氫呋喃 + 去離子水 + 氰甲烷 + 0.5 M 硫酸 (500 + 450 + 50 + 20, v/v/v/v)。

2.7.1.3 流速：0.6 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10 μL。

2.7.1.5 分析溫度：40 °C。

2.7.2 取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： $x =$

$\frac{y-a}{b}$ ，式中 x 為檢液中亞喜芬濃度， y 為檢液中亞喜芬尖峰面積，並依下

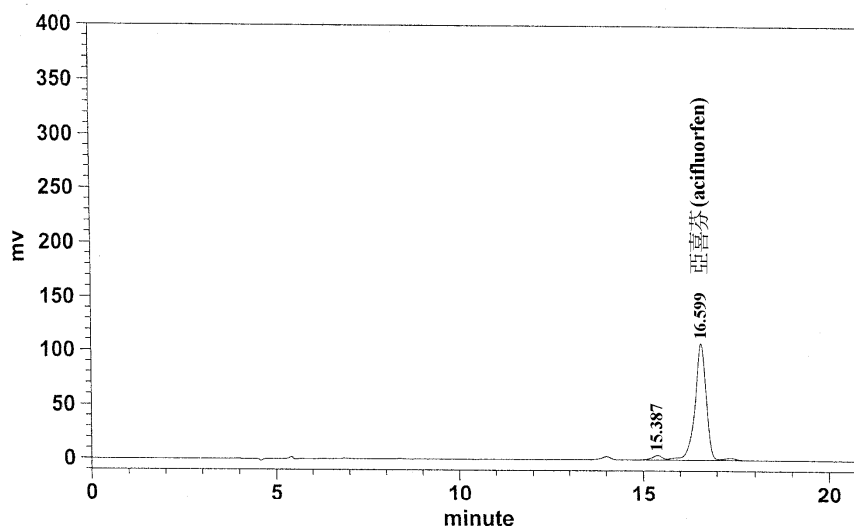
式計算其含量：

有效成分 (% w/w)

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

有效成分含量依其鈉鹽含量表示者，乘以 $\frac{383.6}{361.7}$ 換算之。

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1. Tomlin, C. D. S., Ed. 2006. "The Pesticide Manual", 14th 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. 配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STD B) 之標準品，其稱取量應大於 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)，其連續二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 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 RSDr 值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSDr = RSD_R \times 0.67$), 20.1% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：

$$C = 0.201$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.201)} = 2.55$$

$$RSDr = 2.55 \times 0.67 = 1.71$$

- 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。