

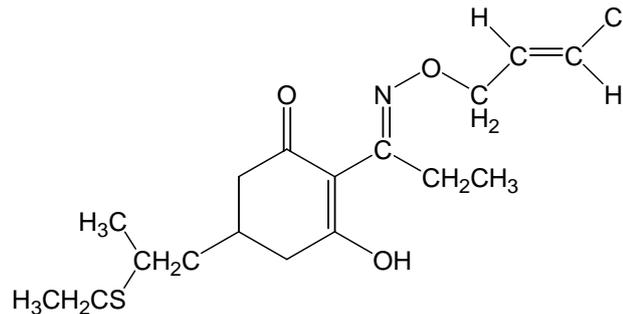
剋草同 (Clethodim) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：剋草同 (CIPAC No. 508)

化學名稱：(±)-2-[(*E*)-1-[(*E*)-3-chloroallyloxyimino]propyl]-5-[2-(ethylthio)propyl]-3-hydroxycyclohex-2-enone (IUPAC). (*E,E*)-(±)-2-[1-[(3-chloro-2-propenyl)oxy]imino]propyl]-5-[2-(ethylthio)propyl]-3-hydroxy-2-cyclohexen-1-one (CA; 99129-21-2).

化學結構：



分子式：C₁₇H₂₆ClNO₃S

分子量：359.9

理化性質：

外觀：琥珀色澄清液體。

沸點：分解。

蒸氣壓：< 0.01 mPa (20 °C)。

溶解度：溶於大多數有機溶劑。

安定性：對高溫、強酸或強鹼及紫外光照射不安定。

二、劑型：乳劑 (EC)。

三、作用：除草劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於剋草同乳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，3.2 mm × 250 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：剋草同，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 醋酸 (Acetic acid) 為分析級試藥。

2.2.4 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。

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：

稱取約含剋草同 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 氰甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。

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

取 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL 之 1000 μg/mL 剋草同貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以氰甲烷稀釋定容至刻度，使成含 100、150、200、250、300 μg/mL 之剋草同操作標準液 (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，分別稱取三重覆約含剋草同 50±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 氰甲烷，以超音波振盪 5 分鐘，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，混合均勻，再取此氰甲烷溶液 2.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，以氰甲烷定容至刻度 (最後濃度約含 200 μg/mL 剋草同)，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：254 nm。

2.7.1.2 動相：氰甲烷 + 水 + 醋酸 (65.6 + 33 + 1.4, v/v)。

2.7.1.3 流速：0.5 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： $x =$

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

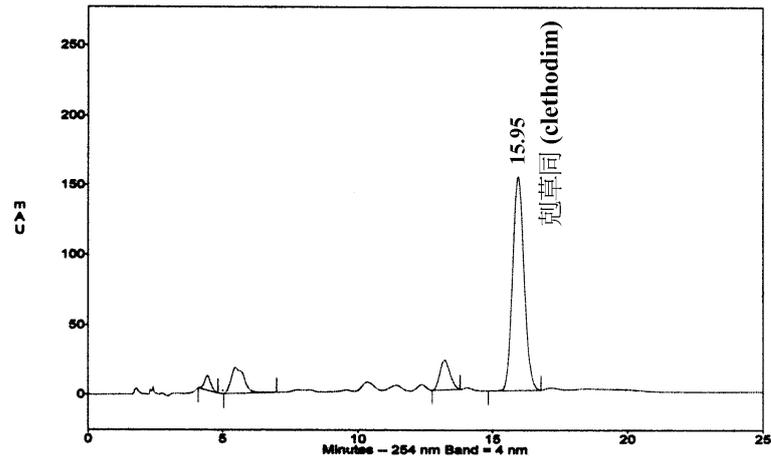
，式中 x 為檢液中剋草同濃度，y 為檢液中剋草同尖峰面積，並依下

式計算其含量：

有效成分 (% w/w)

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

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1. Analytical method of RE-45601 by reversed-phase HPLC. 1985. Chevron Chem. Co. Agric. Chem. Div. File No. 750.15.
2. Tomlin, C. D. S., Ed. 1997. "The Pesticide Manual", 11th 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 13.2% 之有效成分含量， $\%RSD_R = 2^{(1-0.51\log C)}$ ， $C=0.132$ ， $RSD_R = 2^{(1-0.51\log C)} = 2.71$ 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 $RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 1.82$ 。

制定說明：

- 91.6.12行政院農業委員會 91 農糧字第 0910020561 號公告