

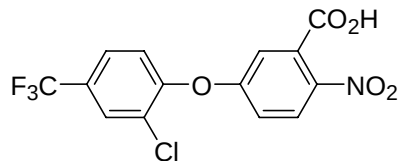
本達亞喜芬 (Acifluorfen + Bentazone) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：亞喜芬 (Acifluorfen, 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 小時分解。

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)。

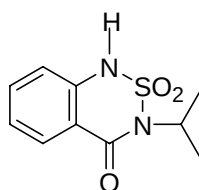
溶解度：水 62.07, (pH7) 60.81, (pH9) 60.71 (g/100g, 25 °C)。辛醇 5.37、甲醇 64.15、正己烷 <5×10⁻⁵ (均為 g/100mL, 25 °C)。

安定性：於 20-25 °C 水溶液下，安定性大於 2 年。

普通名稱：本達隆 (Bentazone, CIPAC No. 366)

化學名稱：3-isopropyl-1*H*-2,1,3-benzothiadiazin-4(3*H*)-one 2,2-dioxide (IUPAC). 3-(1-methylethyl)-1*H*-2,1,3-benzothiadiazin-4(3*H*)-one 2,2-dioxide (CA; 25057-89-0).

化學結構：



分子式： $C_{10}H_{12}N_2O_3S$

分子量：240.3

理化性質：

外觀：無色結晶體。

熔點：139.4-141 °C。

蒸氣壓：0.17 mPa (20 °C)。

溶解度：水 570 mg/L (pH 7, 20 °C)。丙酮 1387、甲醇 1061、乙酸乙酯 582、二氯甲烷 206、正庚烷 0.5×10^{-3} (均為 g/L, 20 °C)。

安定性：酸性和鹼性中抗水解。日光下分解。

本達隆鈉鹽 (Bentazone-sodium)

分子式： $C_{10}H_{11}N_2NaO_3S$

分子量：262.3

理化性質：

溶解度：水 2.3×10^6 ppm。

二、劑型：溶液 (SL)。

三、作用：除草劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於本達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, 4.6 mm × 250 mm (ID × L), BDS Hypersil 5 μ m 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：

2.2.1.1 亞喜芬, 純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.1.2 本達隆, 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 M Ω -cm, 經 0.2 μ m 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 三角燒瓶，25 mL。
- 2.3.3 刻度吸管。
- 2.3.4 0.2 μm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。
- 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：
- 2.4.1 亞喜芬貯存標準液：
- 秤取約含亞喜芬 $25 \pm 5 \text{ mg}$ (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 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 $\mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。
- 2.4.2 本達隆貯存標準液：
- 秤取約含本達隆 $25 \pm 5 \text{ mg}$ (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 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 $\mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。
- 2.4.3 混合貯存標準液：
- 精確量取 5.0 mL 之 1000 $\mu\text{g/mL}$ 亞喜芬貯存標準液及 20.0 mL 之 1000 $\mu\text{g/mL}$ 本達隆貯存標準液，置於 25 mL 三角燒瓶中，混合均勻，為含 200 $\mu\text{g/mL}$ 亞喜芬及 800 $\mu\text{g/mL}$ 本達隆之混合貯存標準液。
- 2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：
- 取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之混合貯存標準液，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 20+80、40+160、60+240、80+320、100+400 $\mu\text{g/mL}$ 之本達亞喜芬 (亞喜芬+本達隆) 混合操作標準液 (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 $7 \pm 2 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之樣品 (亞喜芬與本達隆為 1：4.5 之混合劑中同時約含 31.5 mg 本達隆)，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 70 $\mu\text{g/mL}$ 亞喜芬及 315 $\mu\text{g/mL}$ 本達隆)，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 + 氘甲烷 + 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：30 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 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，分別由二有效成分標準檢量線計算檢

液濃度： $x_a = \frac{y_a - a}{b}$ ，式中 x_a 為檢液中亞喜芬濃度， y_a 為檢液中亞喜芬尖峰

面積； $x_b = \frac{y_b - a}{b}$ ，式中 x_b 為檢液中本達隆濃度， y_b 為檢液中本達隆尖峰

面積並依下式計算其含量：

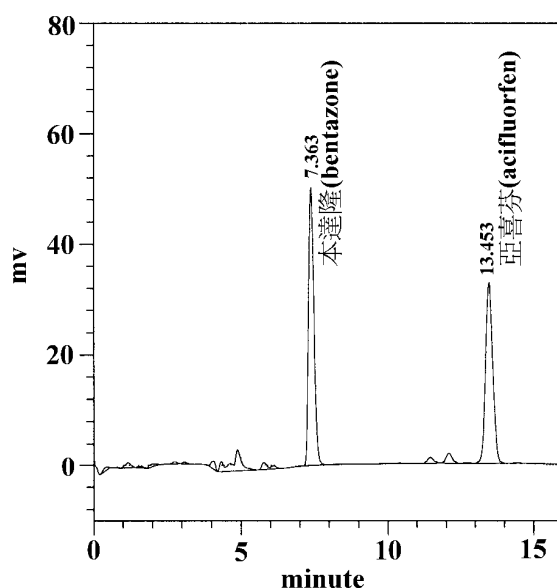
有效成分 (% w/w)

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

$$\text{亞喜芬 (鈉鹽) } (\% \text{ w/w}) = \text{亞喜芬含量} \times \frac{383.6}{361.7}$$

$$\text{本達隆 (鈉鹽) } (\% \text{ w/w}) = \text{本達隆含量} \times \frac{262.3}{240.3}$$

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

- 1.Determination of bentazone and acifluorfen in BAS 501 08H, BAS 501 09H and BAS 501 10H. 1985. BASF Aktiengesellschaft. 12pp.
- 2.Tomlin, C. D. S., Ed. 2003. "The Pesticide Manual", 13th 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)，其連續二次注入所得之標準品尖峰滯留時間之比值及尖峰面積之比值，皆應介於 98 ~ 102% 之間。
- 4.標準液查核：注入查核標準液 (STD B-3)，其與前一次注入之操作標準液所得之標準品尖峰滯留時間之比值，應介於 98 ~ 102% 之間，其二者尖峰面積經標準品純度與用量校正之比值 ($\frac{A_A}{A_B} \times \frac{S_B \times P_B}{S_A \times P_A}$ ，式中 A 為尖峰面積， S 為標準品秤取量， P 為標準品純度)，亦應介於 98 ~ 102% 之間。
- 5.檢量線之線性相關係數 r^2 需達 0.999 或以上。

- 6.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。
- 7.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與標準液查核時所得之滯留時間平均值相較，其比值應介於 98 ~ 102% 之間。
- 8.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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ， $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，30.3% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
 $C = 0.303$
 $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.303)} = 2.39$
 $RSD_r = 2.39 \times 0.67 = 1.60$
- 9.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。

制定說明：

- 94.2.15 行政院農業委員會動植物防疫檢疫局防檢三字第 0941484134 號公告