

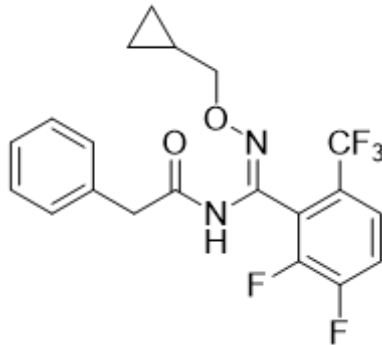
## 得克芬胺 (Cyflufenamid + Tebuconazole) 農藥有效成分檢驗方法

### 一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：賽芬胺 (CIPAC No. 759)

化學名稱：(Z)-N-[ $\alpha$ -(cyclopropylmethoxyimino)-2,3-difluoro-6-(trifluoromethyl)benzyl]-2-phenylacetamide (IUPAC). (Z)-N-[[cyclopropylmethoxyamino][2,3-difluoro-6-(trifluoromethyl)phenyl]methylene]benzeneacetamide (CA; 180409-60-3).

化學結構：



分子式：C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>F<sub>5</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

分子量：412.4

理化性質：

外觀：白色固體。

熔點：61.5-62.5 °C。

沸點：256.8 °C。

蒸氣壓：3.54 × 10<sup>-2</sup> mPa (20 °C)。

比重：1.347 (20-25 °C)

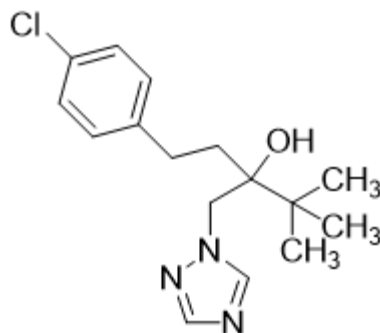
溶解度：水 0.52 mg/L (pH 6.5, 20 °C-25 °C)。丙酮 920 g/L、乙醇 500 g/L、甲醇 653 g/L、二甲苯 658 g/L、氯甲烷 943 g/L、正己烷 18.6 g/L、正庚烷 15.7 g/L、二氯甲烷 902 g/L、乙酸乙酯 808 g/L (均為 20 °C-25 °C)。

安定性：pH 4 及 pH 7 時安定；半衰期 288 天 (pH 9)。水中光分解半衰期 594 天。

普通名稱：得克利 (CIPAC No. 494)

化學名稱：(RS)-1-*p*-chlorophenyl-4,4-dimethyl-3-(1*H*-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)pentan-3-ol (IUPAC). (±)- $\alpha$ -[2-(4-chlorophenyl)ethyl]- $\alpha$ -(1,1-dimethylethyl)-1*H*-1,2,4-triazole-1-ethanol (CA; 107534-96-3).

化學結構：



分子式：C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>O

分子量：307.8

理化性質：

組成：消旋體 (Racemate)。

外觀：無色結晶體，原體為無色至淡褐色粉末。

熔點：105 °C。

蒸氣壓：1.7 × 10<sup>-3</sup> mPa (20 °C)。

比重：1.25 (20-25 °C)

溶解度：水 36 mg/L (pH 5-9, 20 °C-25 °C)。丙酮 >200 g/L、氯甲烷 89 g/L、二氯甲烷 >200 g/L、二甲基甲醯胺 >200 g/L、二甲基亞砜 >200 g/L、異丙醇 99 g/L、甲苯 57 g/L、正己烷 0.08 g/L、正辛醇 96 g/L (均為 20 °C)。

安定性：對熱安定，溶於純水中不易光分解及水解，水解半衰期 >1 年 (pH 4-9, 22°C)。

二、劑型：乳劑 (EC)。

三、作用：殺菌劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於得克芬胺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，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Phenomenex Gemini 110A 5 μm 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 賽芬胺 (Cyflufenamid)，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.1.2 得克利 (Tebuconazole)，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 氯甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 磷酸 (Phosphoric acid) 為 HPLC 級試藥，85% (w/w)。

2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ. cm 以上，經 0.22 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 0.22  $\mu\text{m}$  親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。

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

### 2.4.1 賽芬胺貯存標準液：

秤取約含賽芬胺  $25 \pm 5$  mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 25 mL 定量瓶中，加入 22 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 1000  $\mu\text{g/mL}$  貯存標準液。

### 2.4.2 得克利貯存標準液：

秤取約含得克利  $50 \pm 5$  mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 25 mL 定量瓶中，加入 22 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 2000  $\mu\text{g/mL}$  貯存標準液。

### 2.4.3 混合貯存標準液：

精確量取 5.0 mL 之 1000  $\mu\text{g/mL}$  賽芬胺貯存標準液及 16.0 mL 之 2000  $\mu\text{g/mL}$  得克利貯存標準液，置於 25 mL 定量瓶中，以甲醇定容至刻度，混合均勻，為含 200  $\mu\text{g/mL}$  賽芬胺及 1280  $\mu\text{g/mL}$  得克利之混合貯存標準液。(適用於分析賽芬胺與得克利為 2：13 之混合劑)

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

取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之混合貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋定容至刻度，使成含 10+64、20+128、30+192、40+256、50+320  $\mu\text{g/mL}$  之得克芬胺(賽芬胺 + 得克利)混合操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.22  $\mu\text{m}$  親水性聚丙烯過濾膜過濾後，分別取 10  $\mu\text{L}$  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賽芬胺  $3 \pm 0.3$  mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品 (賽芬胺與得克利為 2：13 之混合劑中同時約含 19.5 mg 得克利)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 甲醇，以超音波振盪 30 分鐘，回至室溫，以甲醇定容至刻度，混合均勻(最後濃度約含 30  $\mu\text{g/mL}$  賽芬胺及 195  $\mu\text{g/mL}$  得克利)，並以 0.22  $\mu\text{m}$  親水性聚丙烯過濾膜過濾之，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：210 nm。

2.7.1.2 動相：氰甲烷 + 去離子水 + 磷酸 (600 + 400 + 1，v/v/v)。

2.7.1.3 流速：1.0 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10  $\mu\text{L}$ 。

2.7.1.5 分析溫度：室溫。

2.7.2 取操作標準液及檢液各 10  $\mu\text{L}$ ，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，由二有效成分標準檢量線計算檢液得

克利濃度： $x_t = \frac{y_t - a}{b}$ ，及賽芬胺濃度： $x_c = \frac{y_c - a}{b}$ ，

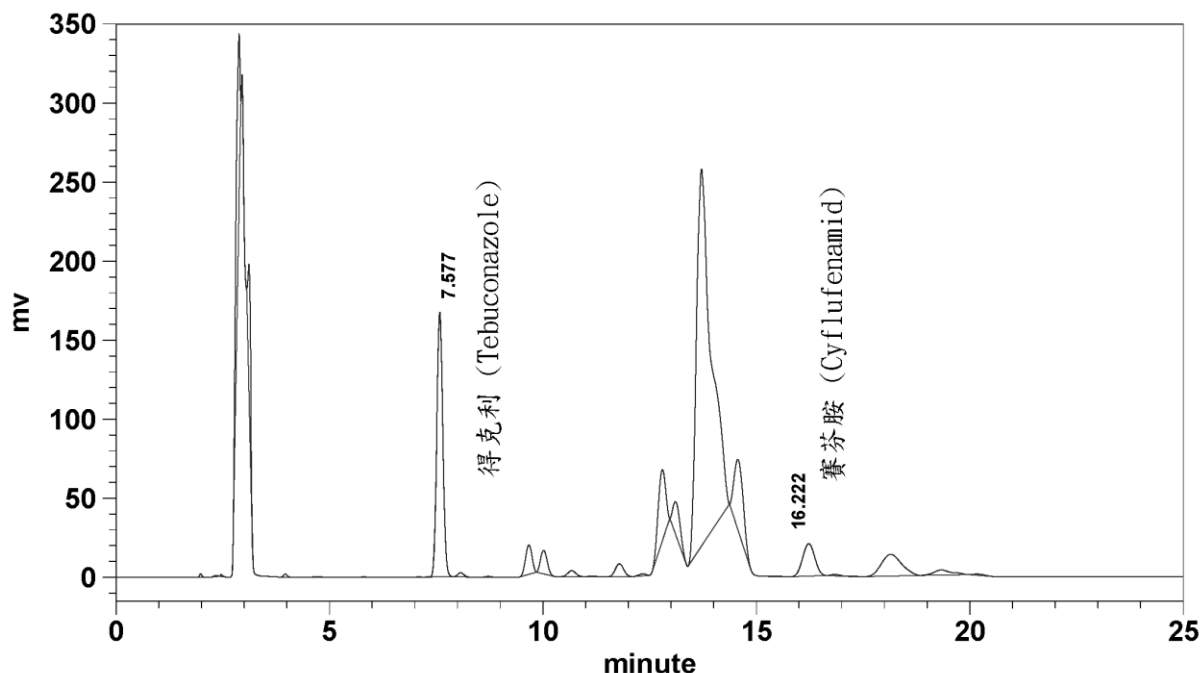
式中  $x_t$  為得克利之濃度， $y_t$  為檢液中得克利尖峰面積，  
 $x_c$  為賽芬胺之濃度， $y_c$  為檢液中賽芬胺尖峰面積，

並依下式計算二有效成分含量：

有效成分 (% , w/w)

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

2.8 圖譜：



#### 五、參考文獻：

1. HK-149T 分析方法及驗證。惠光化學股份有限公司。1pp。
2. HK-149T 15% EC 分析方法補正說明。惠光化學股份有限公司。1pp。
3. BCPC Online Pesticide Manual.  
[http://www.bcpc.org/page\\_Pesticide-Manual\\_100.html?name=pesticide-manual&type=page](http://www.bcpc.org/page_Pesticide-Manual_100.html?name=pesticide-manual&type=page)( 擷取日期：2017/12/18)

#### 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 RSD<sub>r</sub> 值。例如：依 Horwitz 方程式 ( $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ),  $RSD_r = RSD_R \times 0.67$ ), 15% 有效成分含量之樣品可接受 RSD<sub>r</sub> 值，計算如下：

$$C = 0.15$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.15)} = 2.66$$

$$RSD_r = 2.66 \times 0.67 = 1.78$$

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。