

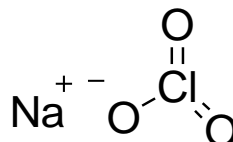
## 氯酸鈉 (Sodium chlorate) 農藥有效成分檢驗方法

### 一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：氯酸鈉(CIPAC No. 7, chlorates)

化學名稱：Sodium chlorate (IUPAC, CA; 7775-09-9).

化學結構：



分子式：ClNaO<sub>3</sub>

分子量：106.4

理化性質：

外觀：無色粉末狀固體。

熔點：248 °C。

沸點：300 °C分解。

比重：2.49(15 °C)

溶解度：水 790 g/L (0 °C)、2300 g/L (100 °C)；可溶於乙醇與甘油。

安定性：常溫下安定。遇酸、可氧化物或銨鹽不安定。可與有機化合物產生氧化反應，易生火災。

### 二、劑型：溶液 (SL)。

### 三、作用：除草劑。

### 四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於氯酸鈉溶液中有效成分之定性及定量分析。

2. 檢驗方法：高效離子層析法 (High Performance Ion chromatography，簡稱 HPIC)。

#### 2.1 裝置：

##### 2.1.1 高效液相層析儀：

2.1.1.1 檢出器：電導度偵測器 (Electroconductivity detector，簡稱 ECD)。

2.1.1.2 層析管柱：離子交換層析管柱，4 mm × 250 mm (ID × L)，Dionex IonPac AS4A-SC (附保護管柱)，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：氯酸鈉，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 碳酸鈉 (Sodium carbonate) 為分析級試藥。

2.2.3 碳酸氫鈉 (Sodium hydrogen carbonate) 為分析級試藥。

2.2.4 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、50 mL、100 mL。

2.3.2 刻度吸管。

2.3.3 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜。

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

秤取約含氯酸鈉  $25 \pm 2.5$  mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 去離子水，以超音波振盪至完全溶解後 (約 30 分鐘)，回至室溫，以去離子水定容至刻度，為 250  $\mu\text{g/mL}$  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 250  $\mu\text{g/mL}$  氯酸鈉貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以去離子水定容至刻度，使成含 25、50、75、100、125  $\mu\text{g/mL}$  之氯酸鈉操作標準液 (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，分別秤取三重複含氯酸鈉  $7.5 \pm 0.8$  mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 去離子水，以超音波振盪 30 分鐘，回至室溫，以去離子水定容至刻度 (最後濃度約含 75  $\mu\text{g/mL}$  氯酸鈉)，混合均勻，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 陽離子抑制：使用陽離子抑制器 (去離子水流速 1.0 mL/min)。

2.7.1.2 動相：1.7 mM 碳酸氫鈉 1.8 mM 碳酸鈉水溶液：取約 142 mg 碳酸氫鈉及 190 mg 碳酸鈉以去離子水溶解定容至 1000 mL。

2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10  $\mu\text{L}$ 。

2.7.1.5 分析溫度：40°C。

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，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y - a}{b}$ ，式中 x 為檢液中氯酸鈉濃度，y 為檢液中氯酸鈉尖峰面積，並依下

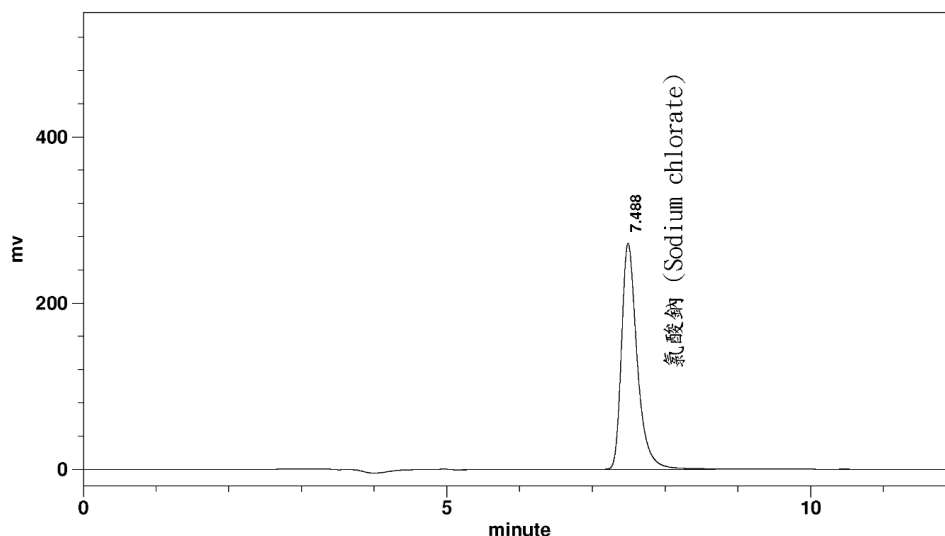
式計算其含量：

有效成分 (%，w/w)

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. BCPC Online Pesticide Manual.  
[http://pmonline.azurewebsites.net/\\_Main/Pesticide.aspx](http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx) (擷取日期：2017/11/24)
2. 福賽得 (Fosetyl-aluminium) 農藥有效成分檢驗方法。行政院農業委員會 92 年 7 月 22 日 92 農糧字第 0920021316 號公告。

## 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 ( $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ),  $RSD_r = RSD_R \times 0.67$ )，52% 有效成分含量之樣品可接受 RSD<sub>r</sub> 值，計算如下：  
 $C = 0.52$   
 $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.52)} = 2.21$   
 $RSD_r = 2.21 \times 0.67 = 1.48$
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。