

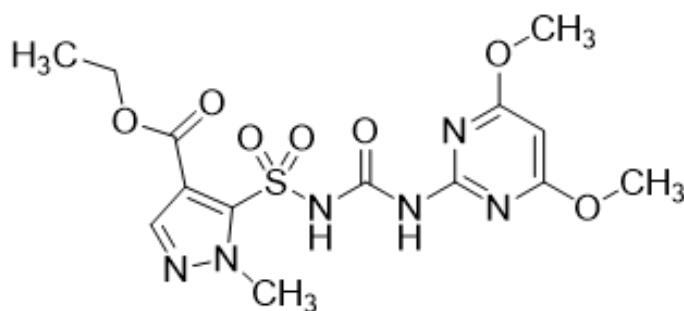
## 百速隆 (Pyrazosulfuron-ethyl) 農藥有效成分檢驗方法修正規定

### 一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：百速隆

化學名稱：Ethyl 5-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoylsulfamoyl)-1-methylpyrazole-4-carboxylate (IUPAC). Ethyl-5-[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-1-methyl-1H-pyrazole-4-carboxylate (C.A.).

化學結構：



分子式：C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>6</sub>O<sub>7</sub>S

分子量：414.4

理化性質：

外觀：無色結晶體。

熔點：177.8-179.5°C。

蒸氣壓：4.2×10<sup>-5</sup> mPa (25°C)。

比重：1.46 (20°C)。

溶解度：20°C下溶解度：水 (9.76 mg/L)、甲醇 (4.32 g/L)、己烷 (0.0185 g/L)、苯 (15.6 g/L)、氯仿 (200 g/L)、丙酮 (33.7 g/L)。

安定性：於pH值7時較穩定，酸、鹼介質下不安定；於50°C環境溫度下穩定，可維持六個月。

二、劑型：片劑 (TB)、可濕性粉劑 (WP)、水懸劑 (SC)。

三、作用：除草劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於百速隆片劑、可濕性粉劑及水懸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)，Cogent e series C18，5μm，或相當等級。
- 2.1.2 超音波振盪裝置(頻率40-50KHz)，振盪器。
- 2.2 試藥：
- 2.2.1 標準品：百速隆，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 去離子水 (18.0 MΩ.cm 以上，經0.22 μm濾膜過濾)
- 2.2.4 醋酸 (Acetic acid) 為試藥級。
- 2.2.5 稀釋溶液：氰甲烷：0.05% 醋酸水溶液 (60：40，V/V)，同層析動相。
- 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 μm親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。
- 2.3.4 玻璃研鉢。
- 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：
- 精確秤取已知純度之百速隆分析級對照用標準品25±5mg (精確至0.1 mg)，置於25 mL定量瓶中，加入氰甲烷20 mL，以超音波振盪5分鐘，振盪完全溶解後，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，相當於1000 μg/mL貯存標準液。
- 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1000 μg/mL百速隆貯存標準液，分別置於10 mL定量瓶中，並以氰甲烷定容至刻度，使成50、100、150、200、250 μg/mL之百速隆操作標準液 (Working standard solution)。各操作標準液分別以0.22 μm親水性聚丙烯過濾膜過濾後，分別取10 μL注入高效液相層析儀分析之，以其尖峰面積為Y軸、濃度為X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：
- 2.6.1 片劑及可濕性粉劑：
- 將檢體全部倒入透明塑膠袋，翻動混和攤平，以藥勺分20處取樣至少5.0g以上，倒入研鉢研磨粉碎至粉末(可濕性粉劑可直接秤取)，充分混合後，分別秤取三重複約含15±1.5 mg (紀錄至0.1 mg)之百速隆樣品，置於100 mL之定量瓶中，加入約90 mL稀釋溶液，混合均勻後，以超音波振盪器振盪5分鐘，回至室溫之後，再以稀釋溶液定容至刻度(最後濃度約含150 μg/mL百速隆)，混合均勻，並以0.22 μm親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。
- 2.6.2 水懸劑：
- 將檢體充分混合後，分別秤取三重複含百速隆15±1.5 mg (紀錄至0.1 mg)之樣品，置於100 mL定量瓶中，加入10 mL去離子水，混合均勻後，再加入80 mL稀釋溶液，以超音波振盪10分鐘，回至室溫，混合均勻，以稀釋溶液定容至刻度(最後濃度約含150 μg/mL百速隆)，混合均勻，並以0.22 μm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：240 nm。
- 2.7.1.2 動相：氰甲烷：0.05% 醋酸水溶液 (60：40，V/V)。

2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10  $\mu$ 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  $\mu$ 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：

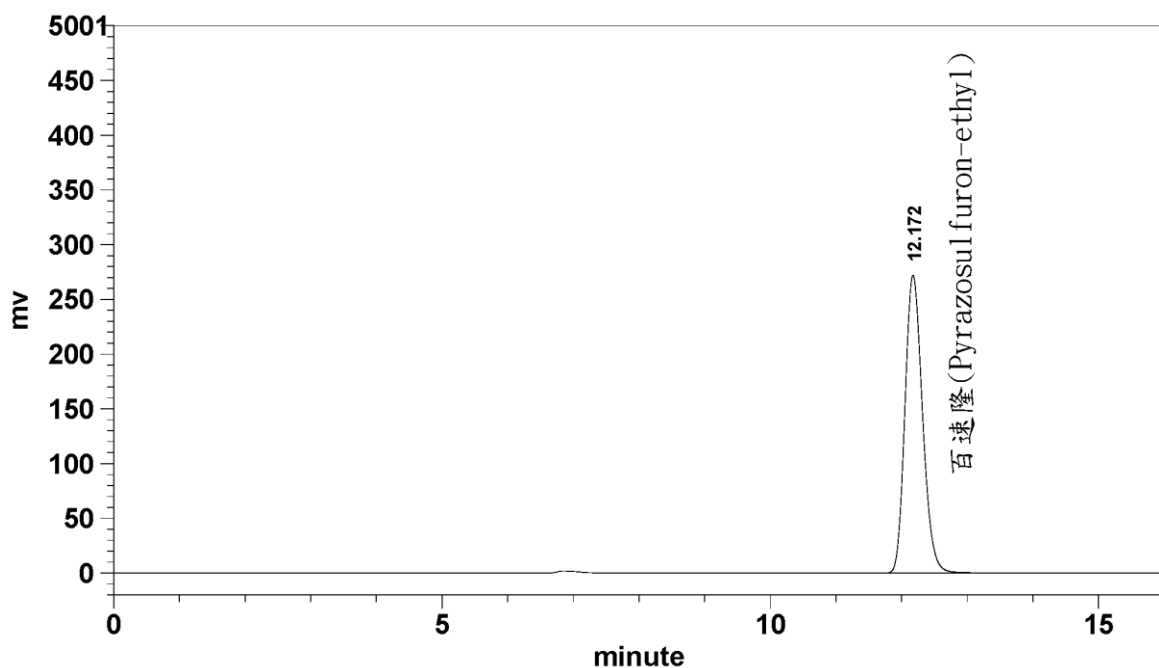
$x = \frac{y - a}{b}$ ，式中 x 為檢液之濃度，y 為檢液之面積，

並依下式計算其含量：

有效成分(％，W/W)

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

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1. BCPC Online Pesticide Manual

[http://pmonline.azurewebsites.net/\\_Main/Pesticide.aspx](http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx) (擷取日期：2017/11/21)

2. 百速隆 (Pyrazosulfuron-ethyl) 農藥有效成分檢驗方法。行政院農業委員會 88 年 3 月 25 日 88 農糧字第 88112072 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.檢量線之線性決定係數  $r^2$  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 ( $RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ),  $RSD_r = RSD_R \times 0.67$ )，10% 有效成分含量之樣品可接受 RSD<sub>r</sub> 值，計算如下：  
 $C = 0.1$   
 $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.1)} = 2.83$   
 $RSD_r = 2.83 \times 0.67 = 1.90$
  - 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。
  - 13.分析時間：建議20小時內分析完畢，檢液樣本於分析前宜冷藏儲存，以降低有效成分之降解速度，以利分析之穩定。