

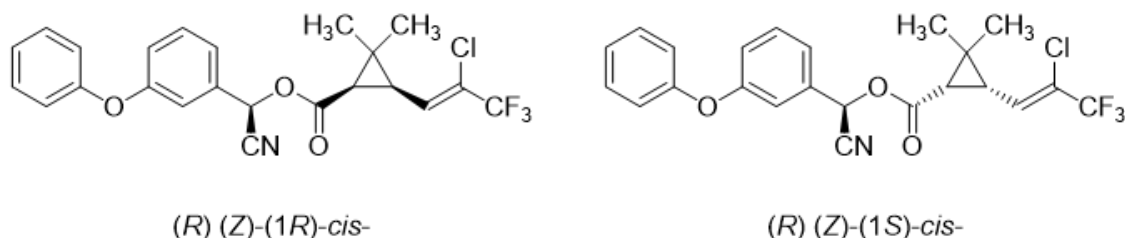
賽速洛寧(Lambda-Cyhalothrin+Thiamethoxam) 農藥有效成分檢驗方法

一、農藥結構及物理化學性質：賽速洛寧為賽洛寧及賽速安之混和藥劑

普通名稱：賽洛寧(CIPAC No.463)

化學名稱：Mixture of (*R*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*S*,3*S*)-3-[(*Z*)-2-chloro-3,3,3-trifluoropropenyl]-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate and (*S*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*R*,3*R*)-3-[(*Z*)-2-chloro-3,3,3-trifluoropropenyl]-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate, *Roth*: Mixture of (*R*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*S*)-*cis*-3-[(*Z*)-2-chloro-3,3,3-trifluoropropenyl]-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate and (*S*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*R*)-*cis*-3-[(*Z*)-2-chloro-3,3,3-trifluoropropenyl]-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate (IUPAC) (*R*)-cyano(3-phenoxyphenyl)methyl (1*S*,3*S*)-*rel*-3-[(1*Z*)-2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propen-1-yl]-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate (CA;91465-08-6).

化學結構：



分子式： $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$

分子量：449.9

理化性質：

外觀：無色固體；(原體為深褐色(綠色)固化熔體)。

熔點：49.2°C。

蒸氣壓：0.0002 mPa(20 °C)，0.2 mPa(60 °C)。

溶解度：水 0.005 (pH6.5) (mg/L，20-25 °C)。丙酮>500、乙酸乙酯>500、正己烷>500、甲醇>500、甲苯>500 (均為 g/L，20-25 °C)。

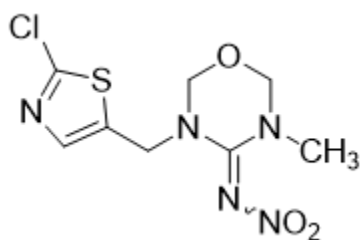
安定性：對光穩定，在溫度 15-25°C的環境下可穩定儲存 6 個月以上。

假比重：1.33 g/cm³(20-25°C)。

普通名稱：賽速安(CIPAC No.637)

化學名稱：(*EZ*)-3-(2-chloro-1,3-thiazol-5-ylmethyl)-5-methyl-1,3,5-oxadiazinan-4-ylidene(nitro)amine (IUPAC). 3-[(2-chloro-5-thiazolyl)methyl]tetrahydro-5-methyl-*N*-nitro-4*H*-1,3,5-oxadiazin-4-imine (CA;153719-23-4).

化學結構：



分子式： $C_8H_{10}ClN_5O_3S$

分子量：291.7

理化性質：

外觀：結晶粉末。

熔點：139.1°C。

蒸氣壓： 6.6×10^{-6} mPa (25 °C)。

溶解度：水 4100.0 (mg/L, 20-25 °C)。丙酮 48、二氯甲烷 110、乙酸乙酯 7.0、正己烷 < 0.001、甲醇 13、正辛醇 0.620、甲苯 0.680 (均為 g/L, 20-25 °C)

安定性：在 pH 5 下穩定，其半衰期 640 天(pH 7)、8.4 天(pH 9)。

比重：1.57 (20-25 °C)。

二、劑型：膠囊水懸混劑 (ZC)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於賽速洛寧膠囊水懸混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)，C18 e Series 5 μm 100A Cogent, 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 賽洛寧(lambda-Cyhalothrin)，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.1.2 賽速安(Thiamethoxam)，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為分析級溶劑。

2.2.3 甲醇 (Methanol) 為分析級溶劑。

2.2.4 四氫呋喃 (Tetrahydrofuran) 為分析級溶劑。

2.2.5 磷酸(Phosphoric acid)為分析級試藥，85%(w/w)，比重1.71。

2.2.6 醋酸(Acetic acid)為分析級試藥。

2.2.7 去離子水 (18.0 MΩ.cm 以上，經 0.22 μm 濾膜過濾)。

2.2.8 0.1%(v/v)磷酸水溶液：取1 mL磷酸 85% (w/w)於1000 mL定量瓶中，以去離子水定容至刻度，混合均勻。

2.2.9 稀釋溶劑：去離子水 + 醋酸 + 氰甲烷 (300 + 5 + 700, v/v/v)。

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、100 mL、1000 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。

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

2.4.1 賽洛寧貯存標準液：

稱取約含賽洛寧 25 ± 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 20 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，為 1000 $\mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。

2.4.2 賽速安貯存標準液：

稱取約含賽速安 25 ± 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 20 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，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 $\mu\text{g/mL}$ 賽洛寧貯存標準液及 7.5 mL 之 1000 $\mu\text{g/mL}$ 賽速安貯存標準液，置於 25 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，混合均勻，為含 200 $\mu\text{g/mL}$ 賽洛寧及 300 $\mu\text{g/mL}$ 賽速安之混合貯存標準液。(適用於分析賽洛寧與賽速安為 1:1.3 之混合劑)

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，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 20+30、40+60、60+90、80+120、100+150 $\mu\text{g/mL}$ 之賽洛寧+賽速安混合操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 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 3 重複約含賽洛寧 6 ± 0.6 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品 (賽速洛寧為 1:1.3 之混合劑中同時約含 8 mg 賽速安)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 60 $\mu\text{g/mL}$ 賽洛寧 及 80 $\mu\text{g/mL}$ 賽速安)，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：280 nm。

2.7.1.2 動相：A：0.1% 磷酸水溶液。

B：氟甲烷。

C：四氫呋喃。

2.7.1.3 流速：1.0 mL/min。

2.7.1.4 注入量：10 μL 。

2.7.1.5 分析溫度：40 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.7.1.6 動相梯度：

mins	A(%)	B(%)	C(%)
0	85	10	5
9	85	10	5

10	50	15	35
40	30	25	45
41	85	10	5
55	85	10	5
55	STOP		

(註：此動相梯度僅適用於 4.6 mm × 250 mm (ID × L)，C18 e Series 5 μm 100A Cogent 管柱，若使用其他相當等級之管柱需重新尋找適當分離之動相條件)

2.7.2 取混合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： $x_l = \frac{y_l - a}{b}$ ，式中 x_l 為檢液中賽洛寧濃度， y_l 為檢液中賽洛寧

尖峰面積； $x_t = \frac{y_t - a}{b}$ ，式中 x_t 為檢液中賽速安濃度， y_t 為檢液中賽速安尖

峰面積，並依下式計算二有效成分含量：

有效成分 (%，w/w)

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

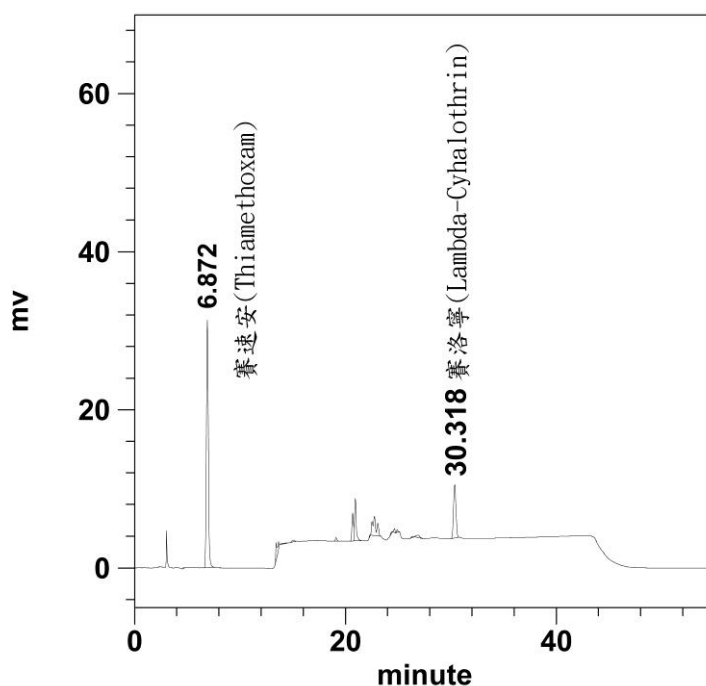
或

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

$$\text{密度 (g/mL)} \times 1000 \text{ (mL/L)}$$

註：樣品密度參照 CIPAC MT 3.3.2 密度瓶法 (Density bottle method) 進行，測試樣品於操作室溫之密度。

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1.BCPC Online Pesticide Manual

http://www.bcpc.org/page_Pesticide-Manual_100.html?name=pesticide-manual&type=page(擷取日期：2016/12/20)

2.Jennifer Lindley. 2013. Determination of CGA293343, PP321 in A13623F. Syngenta 8pp.

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 3 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_r 值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，10.6% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
$$C = 0.106$$
$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.106)} = 2.80$$
$$RSD_r = 2.80 \times 0.67 = 1.88$$
- 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。