

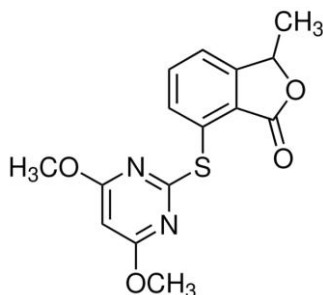
派伏免速隆(Pyriftalid+ Bensulfuron-methyl)農藥有效成分檢驗方法草案

一、農藥結構及物理化學性質：派伏免速隆為派伏利及免速隆之混合藥劑

普通名稱：派伏利(Pyriftalid)(CIPAC No.n/a)

化學名稱：(RS)-7-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylthio)-3-methyl-2-benzofuran-1(3H)-one (IUPAC). 7-[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)thio]-3-methyl-1(3H)-isobenzofuranone (CAS:135186-78-6).

化學結構：



分子式：C₁₅H₁₄N₂O₄S

分子量：318.4

理化性質：

外觀：白色粉末。

熔點：163.4°C。

沸點：300°C分解。

比重：1.44 (20~25 °C)

蒸氣壓：2.2 x 10⁻⁵ mPa (25°C)。

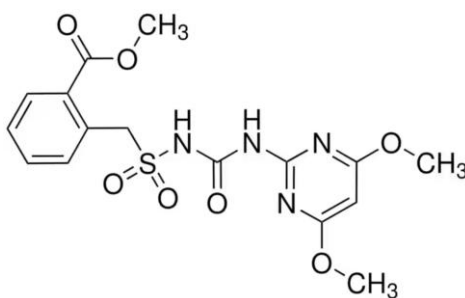
溶解度：水 1.8 mg/L(20-25 °C)。丙酮 14、二氯甲烷 99(以上皆為 g/L，20-25 °C)。

安定性：水解半衰期 47.3 天(pH7)。光分解半衰期 1.9~2.0 天。

普通名稱：免速隆(Bensulfuron-methyl)(CIPAC 502.201)

化學名稱：methyl α-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-ylcarbamoyl)sulfamoyl]-o-toluate (IUPAC). methyl 2-[[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-amino]carbonyl]amino]sulfonyl]methyl]benzoate (CAS:83055-99-6).

化學結構：



分子式：C₁₆H₁₈N₄O₇S

分子量：410.4

理化性質：

外觀：白色固體。

熔點：185-188°C。

比重：1.49 (20~25 °C)

蒸氣壓：2.8 x 10⁻⁹ mPa (25°C)。

溶解度：水 2.1 (pH 5)、67.0 (pH 7)、3100.0 (pH 9)，(以上皆為 mg/L，20~25 °C)。

丙酮 5.10、氰甲烷 3.75、二氯甲烷 18.4、乙酸乙酯 1.75、正庚烷 0.000362、二甲苯 0.229(以上皆為 g/L，20-25 °C)。

安定性：水解半衰期 6 天(pH4)、安定(pH7)、141 天(pH9)，(以上皆為 25 °C)。

光分解半衰期>1000 天(pH5)、505 天(pH7)、405 天(pH9)

二、劑型：水懸劑 (SC)。

三、作用：除草劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於派伏免速隆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)，Inersil ODS-4 C18，5 μm，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 參考物質：

2.2.1.1 派伏利，純度經標定之分析級對照用參考物質。

2.2.1.2 免速隆，純度經標定之分析級對照用參考物質。

2.2.2 磷酸 (Phosphoric acid) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

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

2.3 器具及材料：

2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。

2.3.2 刻度吸管。

2.4.3 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(STD A)：

2.4.1 含派伏利貯存標準液：

秤取約含派伏利 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用參考物質，置於 25 mL 定量瓶中，加入 20 mL 氰甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 20 分鐘)，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。

2.4.2 免速隆貯存標準液：

秤取約含免速隆 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用參考物質，置於 25 mL 定量瓶中，加入 20 mL 氰甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 20 分鐘)，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。

2.4.3 混合貯存標準液 (STD A)：

精確量取 10.0 mL 之 1000 μg/mL 免速隆貯存標準液及 20.0 mL 之 1000 μg/mL 派伏利貯存標準液，置於 50 mL 定量瓶中，混合均勻，為含 333.3 μg/mL 免速隆及 666.6 μg/mL 派伏利之混合貯存標準液。(適用於分析免速隆及派伏利為 1：2 之混合劑)

2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作(STD A-1~STD A-5)：

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，以氰甲烷稀釋定容至刻度，使成含 33.3+66.6、66.6+133.2、99.9+199.8、133.2+266.4、166.5+333.0 μg/mL 之免速隆+派伏利操作標準液 (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，分別秤取 3 重複約含免速隆 50±5 mg 及 100±10 mg 派滅芬 (記錄至 0.1 mg) 之樣品(免速隆與派伏利約為 1:2 之混合劑)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 90 mL 氟甲烷，以超音波振盪 20 分鐘，回至室溫，以氟甲烷定容至刻度，混合均勻，再取此溶液 2.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，以氟甲烷定容至刻度 (最後濃度約含 100 μg/mL 免速隆及 200 μg/mL 派伏利)，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：230nm。

2.7.1.2 動相：0.1%(v/v)磷酸水溶液+氟甲烷(45+55，v/v)。

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°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派

伏利濃度： $x_p = \frac{y_p - a}{b}$ ，及免速隆濃度： $x_b = \frac{y_b - a}{b}$ ，

式中 x_p 為檢液中派伏利之濃度， y_p 為派伏利之尖峰面積， x_b 為檢液中免速隆之濃度， y_b 為免速隆之尖峰面積，並依下式計算二有效成分含量：

有效成分 (%，w/w)

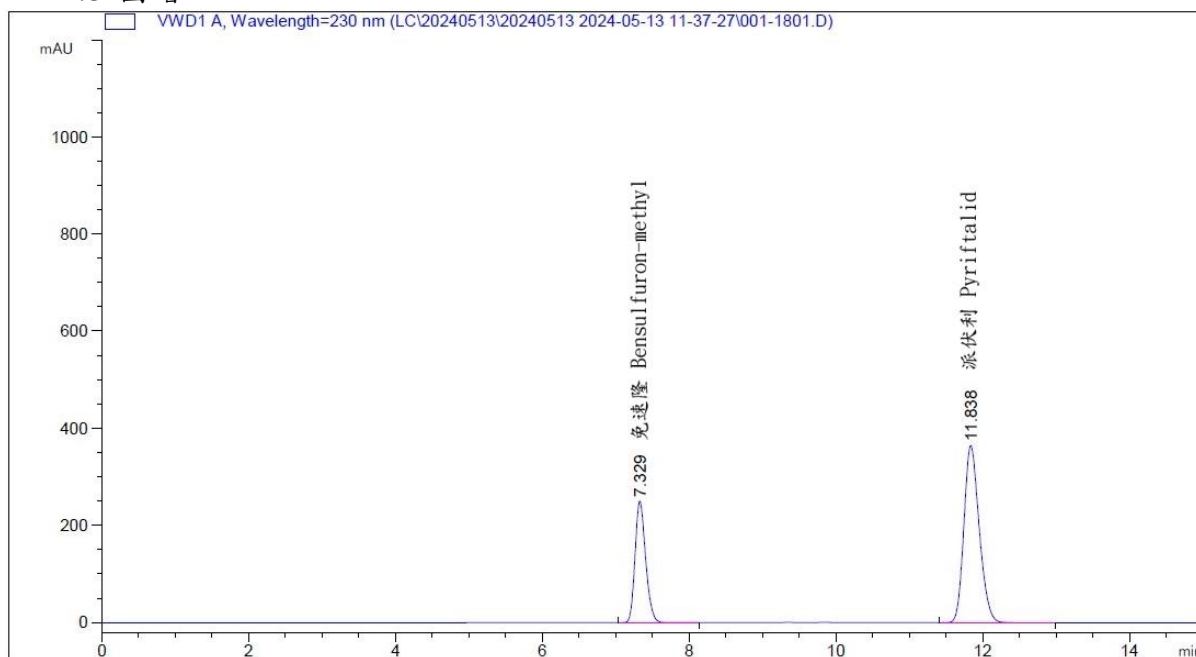
$$= \text{檢液濃度}(\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100 (\%)$$

或

$$\begin{aligned} \text{有效成分(g/L)} &= \text{檢液濃度}(\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \\ &\quad \times \text{密度 (g/mL)} \times 1000 (\text{mL/L}) \end{aligned}$$

(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://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (pyriftalid、bensulfuron-methyl
擷取日期：2024/01/22)
2. Ashish Kumar. 2014. Determination of Pyriftalid, Bensulfuron-methyl in formulation SC(366/184.8), by HPLC. Syngenta Biosciences Pvt. Ltd. 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. 建議使用不同來源或相同來源不同批號之參考物質做為查核參考物質，配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STD B) 之參考物質，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參考物質，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 2 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：
 - 5.1 操作標準液 (STD A-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。
 - 5.2 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. 檢量線之迴歸決定係數 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，依所得之參考物質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，其參考物質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 RSDr

值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$), 18% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值, 計算如下:

$$C = 0.18$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.18)} = 2.59$$

$$RSD_r = 2.59 \times 0.67 = 1.74$$

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。