

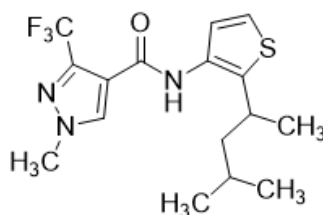
平硫瑞 (Penthiopyrad) 農藥有效成分檢驗方法草案

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：平硫瑞(CIPAC No.824)

化學名稱：(RS)-N-[2-(1,3-dimethylbutyl)-3-thienyl]-1-methyl-3-(trifluoromethyl)pyrazole-4-carboxamide (IUPAC). N-[2-(1,3-dimethylbutyl)-3-thienyl]-1-methyl-3-(trifluoromethyl)-1H-pyrazole-4-carboxamide (CAS;183675-82-3).

化學結構：



分子式：C₁₆H₂₀F₃N₃OS

分子量：359.4

理化性質：

外觀：白色粉末狀。

熔點：108.7°C。

蒸氣壓：6.43 x 10⁻³ mPa (25°C)。

解離常數：pKa 10.0(弱鹼，20~25 °C)

溶解度：水 1.38 mg/L (20~25 °C，pH 7)。丙酮 557 g/L、二氯甲烷 531 g/L、乙醇 235 g/L、乙酸乙酯 349 g/L、正庚烷 0.74 g/L、正己烷 0.75 g/L、甲醇 402 g/L、甲苯 67 g/L、二甲苯 42.7 g/L (均為 20-25 °C)。

安定性：於 pH 4、7、9，50°C下穩定不水解。

水中光分解安定性：穩定

二、劑型：水懸劑 (SC)。

三、作用：殺菌劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於平硫瑞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)，ZORBAX Eclipse XDB-C8，5 μm，或相關等級。

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：平硫瑞，純度經標定之分析級對照用參考物質。

2.2.2 內標準參考物質：4-甲基苯乙烯 (4-methylstyrene)，純度經標定之分析級試藥。

2.2.3 氰甲烷 (Acetonitrile) 為分析級溶劑。

2.2.4 甲醇 (Methanol) 為分析級溶劑。

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、50 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。

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

秤取約含平硫瑞 $25 \pm 5 \text{ mg}$ (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 氬甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 $1000 \mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。

2.5 貯存內標準液 (Internal standard solution) 配製：

秤取約含 4-甲基苯乙烯 $50 \pm 10 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級內標準參考物質，置於 100 mL 定量瓶中，加入氬甲烷 90 mL，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 $500 \mu\text{g/mL}$ 貯存內標準液。

2.6 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 $1000 \mu\text{g/mL}$ 平硫瑞貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 1.0 mL 之 $500 \mu\text{g/mL}$ 貯存內標準液，以氬甲烷稀釋定容至刻度，使成含 $50 \mu\text{g/mL}$ 內標準參考物質之 100、200、300、400、500 $\mu\text{g/mL}$ 之平硫瑞操作標準液 (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、尖峰面積比為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線： $y = a + bx$ ，a、b 為常數。

2.7 檢液之配製：

將檢體充分混合後，分別秤取 3 重複約含平硫瑞 $50 \pm 5 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，先加入 5 mL 去離子水搖勻後，加入 40 mL 氬甲烷，以超音波振盪 10 分鐘，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，混合均勻，再取此氬甲烷溶液 3.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，加入 1.0 mL 貯存內標準液，混合均勻，以氬甲烷定容至刻度 (最後約含 $300 \mu\text{g/mL}$ 平硫瑞及 $50 \mu\text{g/mL}$ 內標準參考物質)，並以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。

2.8 鑑別試驗及含量測定：

2.8.1 儀器操作條件：

2.8.1.1 動相：氬甲烷：甲醇：水 = 40：20：40，(v/v/v)。

2.8.1.2 流速：1.0 mL/min

2.8.1.3 波長：250nm。

2.8.1.4 注入量：10 μL 。

2.8.1.5 分析溫度：室溫。

2.8.2 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，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y - a}{b}$ ，

$$\frac{y - a}{b},$$

式中 x 為檢液之濃度，

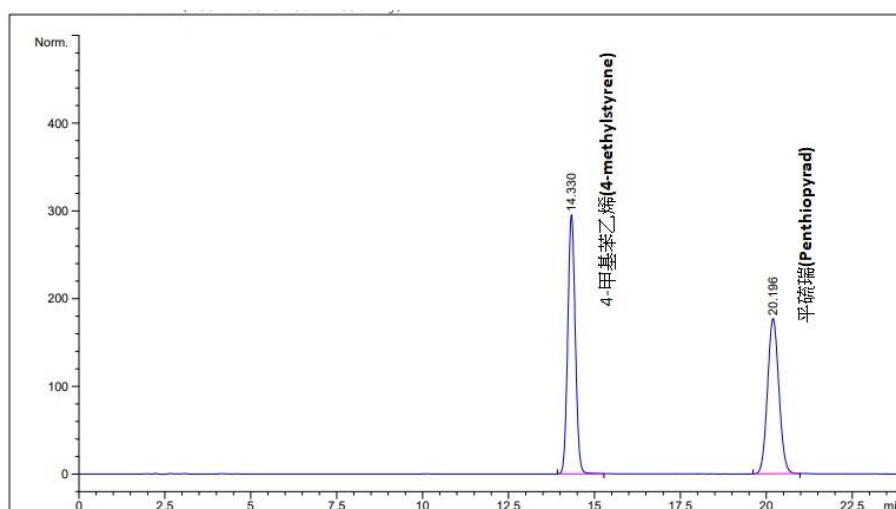
$$y \text{ 為檢液之面積比, } \left(= \frac{\text{檢液中平硫瑞尖峰面積}}{\text{檢液中內標準參考物質尖峰面積}} \right),$$

並依下式計算其含量：

有效成分 (%，w/w)

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

2.9 圖譜：



五、參考文獻：

1. BCPC Online Pesticide Manual.

http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2022/03/17)

2. Tomoaki Yoshida. 2016. Quality Control Data of Penthiopyrad 20%SC. MITSUI CHEMICAL AGRO, INC. 6 pp.

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) 之參考物質，其稱取量應為 25 ± 5 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 99~101% 之間。(感應因子 = 尖峰面積比 / 濃度比)

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 99~101% 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，依所得之參考物質與內標準參考物質尖峰面積比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. 內標準液面積查核：所有添加內標準液之注入分析(除貯存內標準液外)，其內標準液面積與系統平衡測試第 1 重複注入內標準液面積之比值應介於 98~102% 之間。

10. 滯留時間管制：注入之操作標準液、查核標準液及檢液，其參考物質及內標準參考物質尖峰滯留時間分別與進行系統平衡測試注入 1 之參考物質及內標準參考物質尖峰滯留時間相較，其比值應介於 98~102% 之間。

11. 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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$ ， $RSDr = RSD_R \times 0.67$)，20% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：

$$C = 0.20$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.2)} = 2.55$$

$$RSDr = 2.55 \times 0.67 = 1.71$$

12. 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。
13. 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。

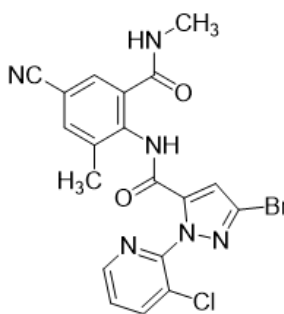
賽安勃 (Cyantraniliprole) 農藥有效成分檢驗方法草案

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：賽安勃 (CIPAC No.998)

化學名稱：3-bromo-1-(3-chloro-2-pyridyl)-4'-cyano-2'-methyl-6'-(methylcarbamoyl)pyrazole-5-carboxanilide (IUPAC). 3-bromo-1-(3-chloro-2-pyridinyl)-*N*-[4-cyano-2-methyl-6-[(methylamino)carbonyl]phenyl]-1*H*-pyrazole-5-carboxamide (CAS; 736994-63-1).

化學結構：



分子式：C₁₉H₁₄BrClN₆O₂

分子量：473.7

理化性質：

外觀：白色無臭粉末。

熔點：224 °C。

蒸氣壓：5.13×10⁻¹² mPa(20°C)。

解離常數：pKa8.87 (20 ~ 25°C)。

比重：1.3835 (20 ~ 25°C)。

溶解度：水 14.2 mg/L (20 ~ 25°C)。丙酮 6.54 g/L、氯甲烷 2.45 g/L、二氯甲烷 5.05 g/L、乙酸乙酯 1.96 g/L、甲醇 4.73 g/L、正辛醇 0.79 g/L、鄰二甲苯 0.29 g/L、己烷 0.067 mg/L (均為 20 ~ 25°C)。

安定性：20°C時水解半衰期 261 天 (pH 4)，61 天 (pH 7)，1.8 天 (pH 9)。

水中光分解安定性：水中光分解半衰期 0.22 天。

二、劑型：濃懸乳劑 (SE)、水分散性油懸劑 (OD)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於賽安勃濃懸乳劑及水分散性油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)，Gemini-NX C18，110Å，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：賽安勃，純度經標定之分析級對照用參考物質。

2.2.2 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 磷酸 (Phosphoric acid) 為分析級試藥，85 %。

2.2.4 去離子水 ($\geq 18.0 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 以上，經 $0.22 \mu\text{m}$ 濾膜過濾)。

2.2.5 四氫呋喃 (Tetrahydrofuran) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.6 稀釋溶劑：氰甲烷：四氫呋喃 (80：20，v/v)

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 $0.22 \mu\text{m}$ 親水性聚丙烯 (Hydrophilic polypropylene) 過濾膜。

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

秤取約含賽安勃 $25 \pm 5 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用參考物質，置於 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪至完全溶解後 (約 15 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，為 $500 \mu\text{g/mL}$ 貯存標準液。

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 $500 \mu\text{g/mL}$ 賽安勃貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 $\mu\text{g/mL}$ 之賽安勃操作標準液 (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 3 重複約含賽安勃 $30 \pm 3 \text{ mg}$ (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 20 mL 四氫呋喃後混合均勻，再加入約 70 mL 氰甲烷，以超音波振盪 15 分鐘至樣品完全溶解後，回至室溫，以氰甲烷定容至刻度，混合均勻，再取此溶液 5 mL 置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 $150 \mu\text{g/mL}$ 賽安勃)，混合均勻，並以 $0.22 \mu\text{m}$ 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，做為檢液。

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： 260 nm 。

2.7.1.2 動相：(A)：pH2.5 磷酸水溶液 (水以磷酸調整 pH 值為 2.5)。

(B)：氰甲烷。

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： 40°C 。

2.7.1.6 動相梯度：

Mins	A (%)	B (%)
0	83	17
25	41	59
30	5	95
33	83	17
40	83	17

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： $x =$

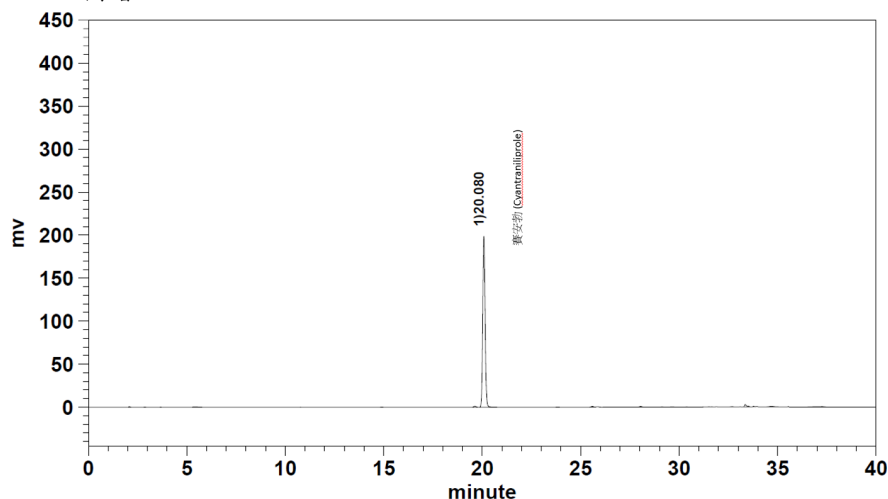
$\frac{y-a}{b}$ ，式中 x 為檢液中賽安勃濃度， y 為檢液中賽安勃尖峰面積，並依下式

計算其含量：

有效成分(%，w/w)

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

2.8 圖譜：



五、參考文獻：

1. BCPC Online Pesticide Manual. http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2023/01/11)
2. PPDB: Pesticide Properties Database. <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/1662.htm> (擷取日期：2023/01/11)
3. David E. Brennan, Joseph P. McClory. 2008. Determination of DPX-HGW86 in technical grade DPX-HGW86 and DPX-HGW86 end-use products. E.I. DuPont de Nemours and Company. 33pp.

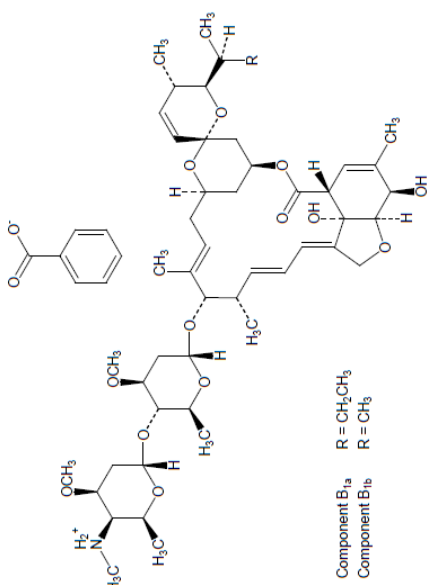
六、品質管制：

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，其秤取量應為 25 ± 5 mg，且二者之相差應不大於 0.2 mg。
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：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

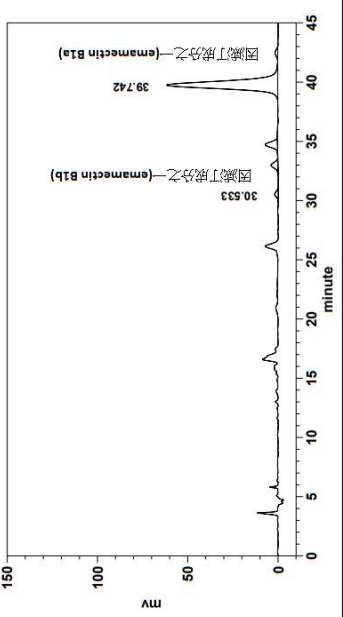
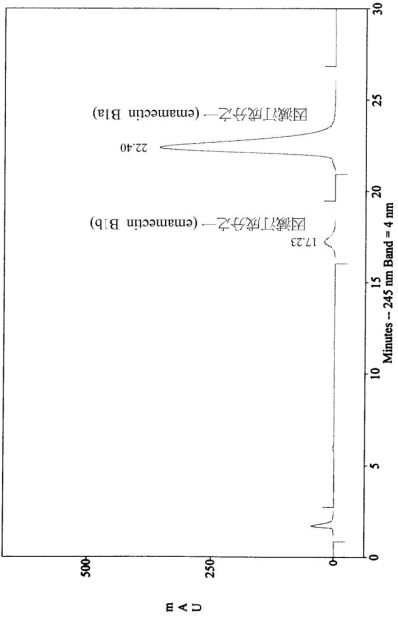
介於 98 ~ 102% 之間，若超出範圍，則應重新配製標準液並製備檢量線。

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 RSD_r 值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，10.26% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
 $C = 0.1026$
 $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.1026)} = 2.82$
 $RSD_r = 2.82 \times 0.67 = 1.89$
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。

因滅汀 (Emamectin benzoate)農藥有效成分檢驗方法修正草案對照表

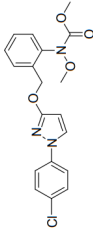
修正規定	現行規定	說明
<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：因滅汀 (CIPAC No. 791)</p> <p>化學名稱：Mixture of emamectin B_{1a}(≥90%) and emamectin B_{1b}(<10%), as their benzoate salts.</p> <p>(10E,14E,16E)-(1R,4S,5S,6S,6R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-6'-[[(S)-sec-butyl]-21,24-dihydroxy-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetraacyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{10,24}]pentacos-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'H-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-3-O-methyl-4-O-(2,4,6-trideoxy-3-O-methyl-4-methylamino-α-L-xylo-hexopyranosyl)-α-L-L-arabino-hexopyranoside (emamectin B_{1a}) ; (10E,14E,16E)-(1R,4S,5S,6S,6R,8R,12S,13S,20R,21R,24S)-21,24-dihydroxy-6'-isopropyl-5',11,13,22-tetramethyl-2-oxo-3,7,19-trioxatetraacyclo[15.6.1.1^{4,8}.0^{10,24}]pentacos-10,14,16,22-tetraene-6-spiro-2'-(5',6'-dihydro-2'H-pyran)-12-yl 2,6-dideoxy-3-O-methyl-4-O-(2,4,6-trideoxy-3-O-methyl-4-methylamino-α-L-xylo-hexopyranosyl)-α-L-L-arabino-hexopyranoside (emamectin B_{1b}) (IUPAC).</p> <p>(emamectin B_{1a}) : (4'R)-5-O-demethyl-25-de(1-methylpropyl)-4"-deoxy-4"-[(methylamino)-2,5-(1-methylethyl)avermectin A1a] (emamectin B_{1b}) (CAS: 121124-29-6(emamectin B_{1a}) ; 121424-52-0(emamectin B_{1b})).</p> <p>化學結構：</p>	<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：因滅汀</p> <p>化學名稱：4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B₁ benzoate (a mixture of a minimum 90% of 4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1a} benzoate and a maximum 10% of 4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1b} benzoate)</p> <p>化學結構：</p>  <p>Component B_{1a} R = CH₂CH₃ Component B_{1b} R = CH₃</p> <p>分子式：(i) C₅₆H₈₁NO₁₅ (4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1a} benzoate) ; (ii) C₅₃H₇₉NO₁₅ (4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1b} benzoate) ;</p> <p>分子量：(i) 1008.26 (4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1a} benzoate) ; (ii) 994.23 (4"-<i>epi</i>-(methylamino)-4"-deoxyavermectin B_{1b} benzoate)</p> <p>理化性質：</p> <p>外觀：無水或不同含水量有不同的結晶型。淡白色結晶粉末 (1.1%含水量)。</p> <p>熔點：141-146°C (1.1%含水量)。</p> <p>解離常數：pKa 4.2 (benzoate) ; 7.6 (methylamine)。</p> <p>溶解度：水 0.32 mg/mL (pH 5) ; 0.024 mg/mL (pH 7)。完全溶於氯仿和甲醇。不溶於己烷。</p> <p>安定性：對金屬、光和溫度安定。</p> <p>二、劑型：乳劑 (EC)、水溶性粒劑 (SG)。</p> <p>三、作用：殺蟲劑。</p> <p>四、分析方法：</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於因滅汀乳劑和水溶性粒劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography, 簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p>	<p>現行檢驗方法僅適用於乳劑及水溶性粒劑，因應市場上新增水基乳劑及水懸劑劑型並廣泛使用，爰將水基乳劑及水懸劑劑型納入，同時依據國際具公信力之檢驗機構英國作物生產學會 (the British Crop Production Council, 簡稱 BCPC) 之理化資料更新物理化學性質及圖譜，增加檢驗準確度。</p>

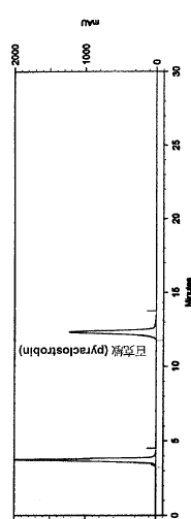
<p>理化性質：</p> <p>外觀：白色或淺白色粉末。</p> <p>熔點：141-146 ℃</p> <p>蒸氣壓：0.004 mPa(21℃)</p> <p>解離常數：pKa 4.18(20-25℃)</p> <p>比重：1.2(20-25℃)</p> <p>溶解度：水 24 mg/L (20-25℃, pH 7)。</p> <p>安定性：在 25℃下，於 pH 5.2、6.2、7.2、8 之水中光分解半衰期為 21 小時。</p> <p>水中光分解安定性：在 25.3℃下，於 pH 7 之水中光分解半衰期為 21 小時。</p> <p>於 194 ℃下分解。</p> <p>二、劑型：乳劑 (EC)、水溶性粒劑 (SG)、水基乳劑(EW)、水懸劑(SC)。</p> <p>三、作用：殺蟲劑。</p> <p>四、分析方法：</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於因滅汀乳劑、水溶性粒劑、水基乳劑及水懸劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法(High performance liquid chromatography, 簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector, 簡稱 UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Gemini-NX 5u C18 110A，5 μm，或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 參考物質：因滅汀，純度經標定之分析級對照用參考物質。</p> <p>2.2.2 氬甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 乙醇胺 (Ethanalamine) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 去離子水 (18.0 MΩ.cm 以上，經 0.22 μm 濾膜過濾)。</p> <p>2.2.5 稀釋溶劑：氬甲烷：水 (70：30，v/v)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.22 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製(STD A)：</p> <p>秤取約含因滅汀 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 氬甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作(STD A-1 ~ STD A-5)：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 因滅汀貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之因滅汀操作標準液 (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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p>	<p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector, 簡稱 UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，3.2 mm × 250 mm (ID × L)，Inertsil 5 (m ODS-2，或相當等級)。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 標準品：因滅汀，純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2 氬甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 乙醇胺 (Ethanalamine) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 去離子水 (18.0 MΩ.cm，經 0.2 m 濾膜過濾)。</p> <p>2.2.5 稀釋溶劑：氬甲烷 + 水 (7 + 3，v/v)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 5 mL、10 mL、50 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.2 μm 聚偏二氟乙烯 (polyvinylidene fluoride, PVDF) 過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：</p> <p>精確稱取已知純度之因滅汀分析級對照用標準品 25 mg (精確至 0.1 mg)，置於 25 mL 定量瓶中，加入 23 mL 氬甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 因滅汀貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之因滅汀操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.2 μm 聚偏二氟乙烯過濾膜過濾後，分別取 20 μL 注入高效液相層析儀分析之，以其濃度為 x 軸、尖峰面積和 (emanelectin B_{1a}(滯留時間 22.4 分鐘) 和 emanelectin B_{1b}(滯留時間 17.2 分鐘) 為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線：y=a+bx，a、b 為常數。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將水溶性粒劑或乳劑檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含 7.5 mg 主成分之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 5 分鐘，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 150 μg/mL 因滅汀)，並以 0.2 μm 聚偏二氟乙烯過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長：245 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相：氬甲烷 + 0.4% 乙醇胺水溶液 (70 + 30，v/v)。</p> <p>2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量：20 μL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度：室溫。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 20 μL，分別注入液相層析儀，就操作標準液與檢液所得尖峰之滯留時間比較鑑別之，二類似物尖峰面積總和中(emanelectin B_{1a}(滯留時間 22.4 分鐘) 和 emanelectin B_{1b}(滯留時間 17.2 分鐘) 如圖譜)，因滅汀成分之一 (emanelectin B_{1a}) 的面積應不小於面積總和之 90%。</p>
---	--

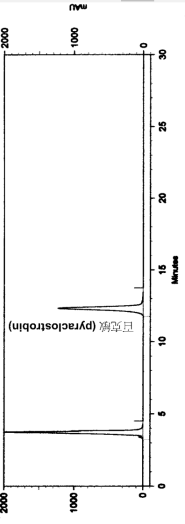
<p>將檢體充分混合後，分別稱取 3 重複約含因滅汀 7.5 ± 0.7mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 容量瓶中，加入 45 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，回室溫，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 150 µg/mL 因滅汀)，混合均勻，並以 0.22 µm 親水性聚丙烯腈過濾瓶過濾之，作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長：245 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相：氯甲烷：0.4% 乙醇胺水溶液(70：30，v/v)。</p> <p>2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量：10 µL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度：40 ℃。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 10 µL，分別注入高級液相層析儀，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 為檢液中因滅汀濃度，y 為檢液中因滅汀尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%)，w/w</p> <p>= 檢液濃度 (µg/mL) × 稀釋體積 (mL) × $\frac{1}{10^6 \mu\text{g}}$ × $\frac{1}{\text{檢體重 (g)}}$ × 100(%)</p> <p>2.8 圖譜：</p> 	<p>由標準檢量線計算檢液濃度：x = $\frac{y-a}{b}$，式中 x 為檢液中因滅汀濃度，y 為檢液中因滅汀尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%)，克/克</p> <p>= 檢液濃度 (µg/mL) × 稀釋體積 (mL) × $\frac{1}{10^6 \mu\text{g}}$ × $\frac{1}{\text{檢體重 (g)}}$ × 100(%)</p> <p>2.8 圖譜：</p> 
<p>五、參考文獻：</p> <p>1.因滅汀 (Emamectin benzoate) 農藥有效成分檢驗方法，農業部改制前行政院農業委員會 89 年 5 月 30 日農釋字第 890020475 號公告。</p> <p>2.BCPC Online Pesticide Manual. http://pmonline.azurewebsites.net/Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2022/02/17)</p> <p>六、品質管制：</p> <p>1.所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。</p> <p>2.配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STD B) 之參生物質，其稱取量應為 25±5mg，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</p>	<p>3. 參考文獻：</p> <p>(1) Budavari, S., Ed.1996. "The Merck Index", 12th eds., Merck Research Laboratories Division of Meck & Co., Inc. NJ. USA.</p> <p>五、品質管制：</p> <p>1.所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。</p> <p>2.檢量線至少包含三個不同濃度 (含) 以上標準液。其線性相關係數 (r²) 需達 0.995 以上。</p> <p>3.三重複注入標準液之變異不可超過 1%，注入儀器之順序為標準液 1/1-標準液 2/1-檢液 1/1-檢液 2/1-標準液 1/2-標準液 2/2-檢液 1/2-標準液 1/3-標準液 2/3-檢液 1/3-檢液 2/3。</p> <p>4.每測定 15 個樣品後，必須以另一標準液查核檢量線，以比較其感應因子與原感應因子，若其相對偏差在 10% 以內，則可使用原檢量線分析，若超過 10%，則應重新製備檢量線。</p> <p>5.重複樣品分析時，每個樣品需做二重複。重複樣品是指經由同樣之樣品前處理及分析步驟，用來測定分析之精密度。重複樣品分析求得相對百分偏差需小於 10%。並可依 CPAC 農藥成品分析方法確認指南中 Horwitz 方程式計算可接受之 RSD_r 值。例如 75% 之有效成分含量，%RSD_r = 2^(1+0.5logC)，C = 0.75，RSD_r = 2^(1+0.5log0.75) = 2.09 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 RSD_r = RSD_r × 0.67 = 1.40。</p>

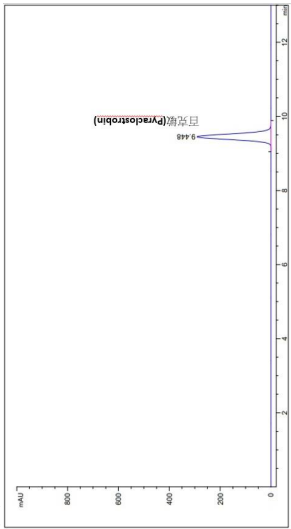
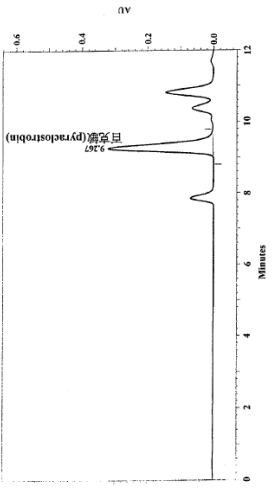
<p>之參考物質，應使用於查核標準液之配製。</p> <p>3.系統平衡測試：重複連續注入操作標準液 (STD A-3)，其連續 2 次注入所得之感應因子比值，皆應介於 98~102% 之間。(感應因子 = 尖峰面積 / 濃度)</p> <p>4.標準液查核：注入查核標準液 (STD B-3)，其與系統平衡測試操作標準液 (STD A-3) 注入 1 所得之感應因子比值，應介於 98~102% 之間。</p> <p>5.感應因子比值管制：操作標準液 (STD A-3) 與查核標準液 (STD B-3) 注入所得之感應因子與系統平衡測試操作標準液 (STD A-3) 注入 1 之比值應介於 98~102% 之間，若超出範圍，則應重新注入分析。</p> <p>6.貯存標準液與標準液量線於每次同批檢驗時，新鮮配製，且不可使用超過 3 日。</p> <p>7.檢量線之線性相關係數平方值 r^2 需達 0.999 或以上。</p> <p>8.檢量線查核：每注入 3 個檢液後，須注入查核標準液 (STDB-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。</p> <p>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。</p> <p>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 $(RSD_R = 2^{(1+0.5\log C)})$，$RSDr = RSD_R \times 0.67$，2.15% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：</p> $C = 0.0215$ $RSD_R = 2^{(1+0.5\log 0.0215)} = 3.57$ $RSDr = 3.57 \times 0.67 = 2.39$ <p>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。</p> <p>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。</p>	

百克敏(Pyraclostrobin)農藥有效成分檢驗方法修正案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：百克敏(CIPAC No. 657)</p> <p>化學名稱：<u>methyl N-[2-[1-(4-chlorophenyl)-1H-pyrazol-3-yl]oxymethyl]phenyl]-<i>N</i>-methoxy carbamate (IUPAC), methyl <u>N</u>-[2-[[1-(4-chlorophenyl)-1H-pyrazol-3-yl]oxymethyl]phenyl]-<u>N</u>-methoxycarbamate (CAS; 175013-18-0)</u></p> <p>化學結構：</p> <div></div> <p>分子式：C₁₉H₁₈ClN₃O₄</p> <p>分子量：387.8</p> <p>理化性質：</p> <p>外觀：白色至米色結晶固體。</p> <p>熔點：63.7-65.2℃</p> <p>沸點：200℃(分解)</p> <p>蒸氣壓：2.6 × 10⁻⁵ mPa (20℃)</p> <p>比重：1.367 (20-25℃)</p> <p>溶解度：水 1.9 mg/L(20℃-25℃)。正庚烷 3.7g/L、異丙醇 30.0g/L、辛醇 24.2g/L、橄欖油 28.0g/L、甲醇 >500g/L、丙酮 >500g/L、乙酸乙酯 >500g/L、氯甲烷 >500g/L、二氯甲烷 >500g/L、甲苯 >500g/L (均為 20-25℃)。</p> <p>安定性：大於 30 天 (pH 5-7, 25 ℃) 安定。</p> <p>水中光分解安定性：水中光分解半衰期 1.7 天。於200℃下分解。</p> <p>二、劑型：乳劑 (EC)、水懸劑 (SC)、膠囊懸著劑 (CS)。</p> <p>三、作用：殺菌劑。</p> <p>四、分析方法：(方法一)：</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於百克敏乳劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高液液相層析法(High performance liquid chromatography, 簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高液液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector, 簡稱 UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Nucleosil CN，5μm，或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 參考物質：百克敏，純度經標定之分析級對照用參考物質。</p> <p>2.2.2 四氫呋喃 (Tetrahydrofuran) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 二氯甲烷 (Dichloromethane) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 正庚烷 (n-Heptane) 為 HPLC 級溶劑。</p>	<p>一、農藥結構及物理化學性質：</p> <p>普通名稱：百克敏 (CIPAC No. 657)</p> <p>化學名稱：<u>methyl N-[2-[1-(4-chlorophenyl)-1H-pyrazol-3-yl]oxymethyl]phenyl](N-methoxy)carbamate (IUPAC), methyl [2-[[1-(4-chlorophenyl)-1H-pyrazol-3-yl]oxymethyl]phenyl]methoxycarbamate (CA; 175013-18-0).</u></p> <p>化學結構：</p> <div></div> <p>分子式：C₁₉H₁₈ClN₃O₄</p> <p>分子量：387.8</p> <p>理化性質：</p> <p>外觀：白色至米色結晶固體。</p> <p>熔點：63.7-65.2℃。</p> <p>蒸氣壓：2.6 × 10⁻⁵ mPa (20℃)。</p> <p>溶解度：水 1.9 mg/L(20℃)。正庚烷 3.7、異丙醇 30.0、辛醇 24.2、橄欖油 28.0、甲醇 100.8、丙酮 >500、乙酸乙酯 >500、氯甲烷 >500、二氯甲烷 >500、甲苯 >500 (g/L, 20℃)。</p> <p>安定性：大於 30 天 (pH 5-7, 25℃) 安定。水中光分解半衰期 1.7 天。</p> <p>二、劑型：乳劑 (EC)。</p> <p>三、作用：殺菌劑。</p> <p>四、分析方法：(方法一)</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於百克敏乳劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高液液相層析法 (High performance liquid chromatography, 簡稱 HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高液液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector, 簡稱 UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Nucleosil 5μm CN，或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 標準品：百克敏，純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2 四氫呋喃 (Tetrahydrofuran) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 二氯甲烷 (Dichloromethane) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.4 正庚烷 (n-Heptane) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 10 mL、50 mL、100 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.2 μm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：</p>	<p>現行檢驗方法僅適用於乳劑，因應市場上新增水懸劑及膠囊懸著劑型並廣泛使用，爰將水懸劑及膠囊懸著劑劑型納入，同時依據國際具公信力之檢驗機構英國作物生產學會 (the British Crop Production Council，簡稱 BCPC) 之理化資料更新物理化學性質及圖譜，增加檢驗準確度。</p>

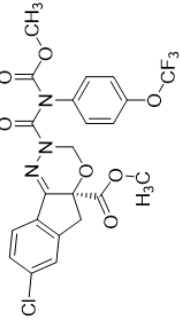
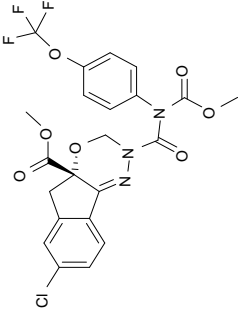
<p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 10 mL、50 mL、100 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.22 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製(STD A)：</p> <p>秤取約含百克敏 50\pm5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用奎差物質，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 正庚烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以正庚烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作(STD A-5)：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 百克敏貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以正庚烷稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之百克敏操作標準液 (Working standard solution)。各操作標準液以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 20 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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別秤取 3 重複約含百克敏 30\pm5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 10 mL 四氫呋及 10 mL 二氯甲烷，以振盪器混合後，加入 70 mL 正庚烷，以超音波振盪 5 分鐘，回至室溫，以正庚烷定容至刻度，混合均勻，再取此溶液 5.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，以正庚烷定容至刻度 (最後濃度約含 150 μg/mL 百克敏)，並以 0.22 μm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長：278 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相：正庚烷 + 四氫呋 (90：10，v/v)。</p> <p>2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量：20 μL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度：室溫。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 20 μL，分別注入液相層析儀，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 為檢液中百克敏濃度，y 為檢液中百克敏尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%) w/w)</p> $=\frac{\text{檢液濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1}{10^6 \mu\text{g}}}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>2.8 圖譜：</p>	<p>秤取約含百克敏 50\pm5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 45 mL 正庚烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 5 分鐘)，回至室溫，以正庚烷定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 百克敏貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以正庚烷稀釋定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之百克敏操作標準液 (Working standard solution)。各操作標準液以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 20 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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別秤取 3 重複約含百克敏 30\pm5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 100 mL 定量瓶中，加入 10 mL 四氫呋及 10 mL 二氯甲烷，以振盪器混合後，加入 70 mL 正庚烷，以超音波振盪 5 分鐘，回至室溫，以正庚烷定容至刻度，混合均勻，再取此溶液 5.0 mL 置於 10 mL 定量瓶，以正庚烷定容至刻度 (最後濃度約含 150 μg/mL 百克敏)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長：278 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相：正庚烷 + 四氫呋 (90：10，v/v)。</p> <p>2.7.1.3 流速：0.5 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量：20 μL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度：室溫。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 20 μL，分別注入液相層析儀，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 為檢液中百克敏濃度，y 為檢液中百克敏尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%) w/w)</p> $=\frac{\text{檢液濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1}{10^6 \mu\text{g}}}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>2.8 圖譜：</p>  <p>五、分析方法：(方法二)</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於百克敏乳劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。</p>
--	--

<p>五、分析方法：(方法二)</p> <p>1. 適用範圍：本方法適用於百克敏乳劑、水懸劑及膠囊懸著劑中有致成分之定性及定量分析。</p> <p>2. 檢驗方法：高效液相層析法(High performance liquid chromatography, 簡稱HPLC)。</p> <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器(Ultraviolet detector, 簡稱UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱, 4.6 mm×250 mm (ID×L), Hypersil BDS 5 μm C18, 或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置(頻率 40-50 KHz), 振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 標準品：百克敏, 純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2 氫甲烷(Acetomitrile)為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 硫酸(Sulfuric acid), 以去離子水稀釋為 0.5 M 備用。</p> <p>2.2.4 去離子水 (\geq18.0 MQ-cm, 經 0.2 μm 濾膜過濾)。</p> <p>2.2.5 稀釋溶劑：氫甲烷+去離子水 (30+20, v/v)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、100 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.22 μm 耐龍(Nylon)過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液(Standard stock solution) 配製：</p> <p>秤取約含百克敏 25\pm2 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 氫甲烷, 以超音波振盪至完全溶解後(約 5 分鐘), 回至室溫, 以去離子水定容至刻度, 為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線(Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 百克敏貯存標準液, 分別置於 10 mL 定量瓶中, 以稀釋溶劑稀釋定容至刻度, 使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之百克敏操作標準液(Working standard solution), 各操作標準液以 0.22 μm 耐龍過濾膜過濾後, 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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後, 分別秤取三重複約含百克敏 30\pm5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品, 置於 100 mL 定量瓶中, 加入 90 mL 氫甲烷, 以超音波振盪 5 分鐘, 回至室溫, 以氫甲烷定容至刻度, 混合均勻, 再取此溶液 5.0 mL 置於 10 mL 定量瓶, 以氫甲烷定容至刻度(最後濃度約含 150 μg/mL 百克敏), 並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之, 作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長: 260 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相: 氫甲烷 + 去離子水 + 0.5 M 硫酸 (660+340+5, v/v/v)。</p> <p>2.7.1.3 流速: 1.0 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量: 10 μL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度: 室溫。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 10 μL, 分別注入液相層析儀, 就操作標準液與檢液所得尖峰之保留時間比較鑑別之, 由標準檢量線計算檢液濃度:</p> $x = \frac{y-a}{b}$ <p>並依下式計算其含量:</p>	 <p>2.1 裝置：</p> <p>2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器(Ultraviolet detector, 簡稱UV)。</p> <p>2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱, 4.6 mm×250 mm (ID×L), Hypersil BDS 5 μm C18, 或相當等級。</p> <p>2.1.2 超音波振盪裝置(頻率 40-50 KHz), 振盪器。</p> <p>2.2 試藥：</p> <p>2.2.1 參考物質：百克敏, 純度經標定之分析級對照用參考物質。</p> <p>2.2.2 氫甲烷(Acetomitrile) HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.3 硫酸(Sulfuric acid), 以去離子水稀釋為 0.5 M 備用。</p> <p>2.2.4 去離子水 (18.0 MQ-cm 以上, 經 0.22 μm 濾膜過濾)。</p> <p>2.2.5 稀釋溶劑：氫甲烷+去離子水 (30+20, v/v)。</p> <p>2.3 器具及材料：</p> <p>2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。</p> <p>2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.3.3 0.22 μm 親水性聚丙烯(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。</p> <p>2.4 貯存標準液(Standard stock solution) 配製(STD A)：</p> <p>秤取約含百克敏 25 \pm 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 氫甲烷, 以超音波振盪至完全溶解後(約 5 分鐘), 回至室溫, 以氫甲烷定容至刻度, 為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 標準檢量線(Standard calibration curve) 製作(STD A-1 ~ STD A-5)：</p> <p>取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 1000 μg/mL 百克敏貯存標準液, 分別置於 10 mL 定量瓶中, 以稀釋溶劑稀釋定容至刻度, 使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之百克敏操作標準液(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。</p> <p>2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後, 分別秤取 3 重複約含百克敏 75 \pm 7.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品, 置於 50 mL 定量瓶中, 加入 40 mL 氫甲烷, 以超音波振盪 5 分鐘, 回至室溫, 以氫甲烷定容至刻度, 混合均勻, 再取此溶液 1.0 mL 置</p>
---	---

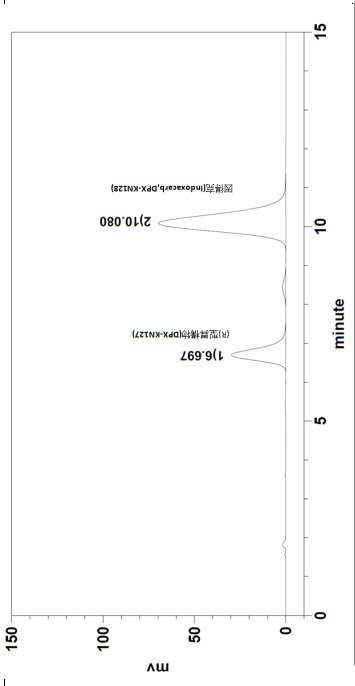
<p>於 10 mL 定量瓶，以氫甲烷定容至刻度（最後濃度約含 150 µg/mL 百克敏），並以 0.22 µm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>2.7.1.1 波長：260 nm。</p> <p>2.7.1.2 動相：氫甲烷；去離子：0.5 M 硫酸（660：340：5，v/v/v）。</p> <p>2.7.1.3 流速：1.0 mL/min。</p> <p>2.7.1.4 注入量：10 µL。</p> <p>2.7.1.5 分析溫度：40℃。</p> <p>2.7.2 取操作標準液及檢液各 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，由標準檢量線計算檢液濃度；$x = \frac{y-a}{b}$，式中 x 為檢液中百克敏濃度，y 為檢液中百克敏尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分（% w/w）</p> $= \frac{\text{檢液濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6\text{ }\mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>2.8 圖譜：</p> 	<p>有效成分（% w/w）</p> $= \frac{\text{檢液濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1}{10^6\text{ }\mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>2.8 圖譜：</p> 
<p>六、參考文獻：</p> <p>1. BASF Ag. 1997. Determination of the content of active ingredient Reg. N. 304428 in emulsifiable concentrates (EC) [BAS 500 00 F] using HPLC. Analytical method CF-A 535. 11pp.</p> <p>2. Fries, J. 2001. Quantitative determination of Dimethomorph (Reg. No. 247723) and Pyraclostrobin (Reg. No. 304428) in BAS 536 00 F by HPLC. BASF Analytical Method CF-A628. 16pp.</p> <p>3. Tomlin, C.D.S., Ed. 2006. "The Pesticide Manual", 14th ed., BCPC and RSC, UK.</p> <p>七、品質管制：</p> <p>1. 所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。</p> <p>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。</p> <p>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)</p> <p>4. 標準液查核：注入查核標準液 (STD B-3)，其與系統平衡測試標準液 (STD A-3) 注入 1 所得之感應因子比值，應介於 98 ~ 102% 之間。</p> <p>5. 感應因子比值管制：操作標準液 (STD A-3) 與查核標準液 (STD A-3) 注入 1 所得之感應因子與系統平衡測試標準液 (STD B-3) 與查核標準液 (STD B-3) 注入 1 所得之感應因子比值，若超出範圍，則應重新注入分析。</p> <p>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。</p> <p>7. 檢量線之線性相關係數平方值 應達 0.999 或以上。</p> <p>8. 檢量線查核：每注入三個檢液後，須注入查核標準液 (STDB-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。</p> <p>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。</p> <p>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</p>	<p>六、參考文獻：</p> <p>1. 百克敏 (Pyraclostrobin) 農藥有效成分檢驗方法，農業部動植物防疫檢疫署改制前行政院農業委員會動植物防疫檢疫局 98 年 4 月 13 日防檢三字第 0981484409 號公告。</p> <p>2. BCPC Online Pesticide Manual. http://pmonline.azurewebsites.net/_Main/Pesticide.aspx (擷取日期：2022/02/17)</p> <p>七、品質管制：</p> <p>1. 所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。</p> <p>2. 配製貯存標準液 (STD A) 及貯存查核標準液 (STDB) 之參考物質，其稱取量應為 25±5 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參考物質，應使用於查核標準液之配製。</p> <p>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)</p> <p>4. 標準液查核：注入查核標準液 (STD B-3)，其與系統平衡測試標準液 (STD A-3) 注入 1 所得之感應因子比值，應介於 98 ~ 102% 之間。</p>

<p>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。</p> <p>6. 貯存標準液與標準檢量線於每次同批檢驗時，新鮮配製，且不得使用超過 3 日。</p> <p>7. 檢量線之線性相關係數平方值 r^2 需達 0.999 或以上。</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>10. 每個樣品應取樣 3 重複，其分析結果相對標準差 (RSD, $\text{即 coefficient of variance}$) 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 ($\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log C)}$)，$\text{RSDr} = \text{RSD}_R \times 0.67$，23.6% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：</p> $C = 0.236$ $\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log 0.236)} = 2.49$ $\text{RSDr} = 2.49 \times 0.67 = 1.67$ <p>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。</p> <p>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。</p>	<p>RSDr 值。例如：依 Horwitz 方程式 ($\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log C)}$)，$\text{RSDr} = \text{RSD}_R \times 0.67$），23.6% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：</p> $C = 0.236$ $\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log 0.236)} = 2.49$ $\text{RSDr} = 2.49 \times 0.67 = 1.67$ <p>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。</p> <p>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。</p>
---	--

因得克 (Indoxacarb) 農藥有效成分檢驗方法修正草案對照表

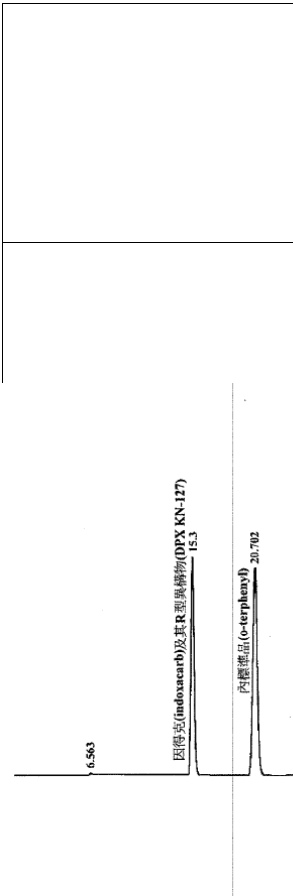
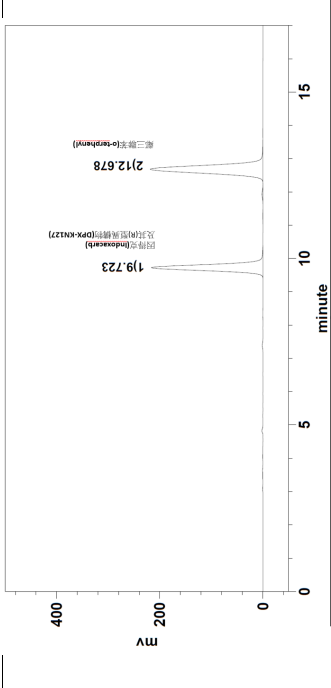
修正規定	現行規定	說明
<p>一、農藥結構及物理化學性質： 普通名稱：因得克(CIPAC No. 612) 化學名稱：<u>methyl (S)-7-chloro-2,3,4a,5-tetrahydro-2-[methoxycarbonyl(4-(trifluoromethoxy)phenyl)carbamoyl]indeno[1,2-e][1,3,4]oxadiazine-4a-carboxylate, methyl (S)-N-[7-chloro-2,3,4a,5-tetrahydro-4a-(methoxycarbonyl)indeno[1,2-e][1,3,4]oxadiazin-2-ylcarbamoyl]-4-(trifluoromethoxy)carbanilate (IUPAC), methyl (4aS)-7-chloro-2,5-dihydro-2-[[[methoxycarbonyl(4-(trifluoromethoxy)phenyl)amino]carboxyl]indeno[1,2-e][1,3,4]oxadiazine-4a(3H)-carboxylate (CAS; 173584-44-6)</u> 化學結構：</p> <div></div> <p>分子式：C₂₂H₁₇ClF₃N₃O₇ 分子量：527.8 理化性質： 組成：原體 (DPX-MP062) 中含 (R) 型異構物 (DPX-KN127)，含量為因得克 (DPX-KN128) 之三分之一以下。 外觀：白色粉末狀固體。 熔點：88.1 ℃。 蒸氣壓：1.9 × 10⁻⁷ mPa (25 ℃)，9.8 × 10⁻⁶ mPa (20 ℃)。 比重：1.44 (20-25 ℃) 溶解度：水 0.2 mg/L (20-25 ℃)。丙酮 >250 g/L、甲醇 111 g/L、氯甲烷 139 g/L、二氯甲烷 >250 g/L、二甲基甲醯胺 >250 g/L、乙酸乙酯 160 g/L、正庚烷 1.72 g/L、正己烷 1.31 g/L、正辛醇 11.3 g/L、<u>鄰二甲苯 117 g/L (均為 20-25 ℃)</u>。 安定性：水解半衰期 1 年 (pH 5)，22 天 (pH 7)，0.3 小時 (pH 9)，均為 25 ℃。水中光分解半衰期：4.5 天</p> <p>二、劑型：水懸劑 (SC)、餌劑 (RB)、<u>乳劑 (EC)</u>。 三、作用：殺蟲劑。 四、分析方法： 1. 鑑別試驗：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。 1.1 適用範圍：因得克水懸劑、餌劑及乳劑中有效成分之定性分析。 1.2 裝置： 1.2.1 高放液相層析儀： 1.2.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。 1.2.1.2 層析管柱：4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Chiralcel OD，或相當等級。 1.2.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。 1.3 試藥： 1.3.1 標準品：因得克，純度經標定之分析級對照用標準品。</p>	<p>一、農藥結構及物理化學性質： 普通名稱：因得克 (CIPAC No. 612) 化學名稱：<u>methyl (S)-N-[7-chloro-2,3,4a,5-tetrahydro-4a-(methoxycarbonyl)indeno[1,2-e][1,3,4]oxadiazin-2-ylcarbamoyl]-4-(trifluoromethoxy)carbanilate (IUPAC), methyl (S)-7-chloro-2,5-dihydro-2-[[[methoxycarbonyl(4-(trifluoromethoxy)phenyl)amino]carboxyl]indeno[1,2-e][1,3,4]oxadiazine-4a(3H)-carboxylate (CA; 173584-44-6)</u> 化學結構：</p> <div></div> <p>分子式：C₂₂H₁₇ClF₃N₃O₇ 分子量：527.8 理化性質： 組成：原體 (DPX-MP062) 中含 (R) 型異構物 (DPX-KN-127)，含量為因得克 (DPX-KN-128) 之三分之一以下。 外觀：白色粉末狀固體。 熔點：88.1 ℃。 蒸氣壓：2.5 × 10⁻⁵ mPa (25 ℃)。 溶解度：水 0.2 mg/L (25 ℃)。丙酮 >250 g/kg、甲醇 103 g/L、氯甲烷 139 g/L、正辛醇 14.5 g/L (均為 25 ℃)。 安定性：水中水解半衰期 pH 5 時大於 30 天，pH 7 時 38 天，pH 9 時 1 天。 二、劑型：水懸劑 (SC)、餌劑 (RB)。 三、作用：殺蟲劑。 四、分析方法： 1. 鑑別試驗：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。 1.1 適用範圍：因得克水懸劑中有效成分之定性分析。 1.2 裝置： 1.2.1 高放液相層析儀： 1.2.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。 1.2.1.2 層析管柱：4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Chiralcel OD，或相當等級。 1.2.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。 1.3 試藥： 1.3.1 標準品：因得克，純度經標定之分析級對照用標準品。</p>	<p>現行檢驗方法僅適用於水懸劑及餌劑，因應市場上新增乳劑並廣泛使用，爰將乳劑劑型納入，同時依據國際具公信力之檢驗機構英國作物生產學會 (the British Crop Production Council，簡稱 BCPC) 之理化資料更新物理化學性質及圖譜，增加檢驗準確度。</p>

<p>1.2.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。</p> <p>1.2.1.2 層析管柱：正相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Chiralcel OD，10μm，或相當等級。</p> <p>1.2.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>1.3 試藥：</p> <p>1.3.1 參考物質：因得克，純度經標定之分析級對照用參考物質。</p> <p>1.3.2 正己烷 (n-Hexane) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.3.3 異丙醇 (2-Propanol) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.3.4 乙酸乙酯 (Ethyl acetate) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.4 器具及材料：</p> <p>1.4.1 定量瓶 50 mL。</p> <p>1.4.2 刻度吸管。</p> <p>1.4.3 0.22 μm 親水性聚丙稀 (Hydrophilic polypropylene) 過濾膜。</p> <p>1.5 對照標準液 (Reference standard solution) 配製：</p> <p>將檢體充分混合後，稱取約含因得克 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 7.5 mL 異丙醇，以超音波振盪 5 分鐘後，再加入 37.5 mL 乙酸乙酯，以超音波振盪至完全溶解 (約 20 分鐘) 後，以乙酸乙酯定容至刻度 (最後濃度約含 500 μg/mL 因得克)，並以 0.22 μm 親水性聚丙稀過濾膜過濾之，作為對照用標準液。</p> <p>1.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，稱取約含因得克 25±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 7.5 mL 異丙醇，以超音波振盪 5 分鐘後，再加入 37.5 mL 乙酸乙酯，以超音波振盪至完全溶解 (約 20 分鐘) 後，以乙酸乙酯定容至刻度 (最後濃度約含 500 μg/mL 因得克)，並以 0.22 μm 親水性聚丙稀過濾膜過濾之。</p> <p>1.7 鑑別試驗：</p> <p>1.7.1 儀器操作條件：</p> <p>1.7.1.1 波長：310 nm。</p> <p>1.7.1.2 動相：正己烷 + 異丙醇 (90 + 10，v/v)。</p> <p>1.7.1.3 流速：2.0 mL/min。</p> <p>1.7.1.4 注入量：10 μL。</p> <p>1.7.1.5 分析溫度：40 ℃。</p> <p>1.7.2 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 (因得克：9~10 min，(R) 型異構物：6~7 min) 以及二異構物尖峰面積依下式計算光學純度 (因得克：≥ 50.0% e.e.) 比較鑑別之。</p> <p>Enantiomer excess (%) = $\frac{A_S - A_R}{A_S + A_R} \times 100\%$，A_S 為因得克尖峰面積，A_R 為 (R) 型異構物尖峰面積。</p> <p>1.8 圖譜：</p>	<p>1.3.2 正己烷 (n-Hexane) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.3.3 異丙醇 (2-Propanol) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.4.4 乙酸乙酯 (Ethyl acetate) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>1.4 器具及材料：</p> <p>1.4.1 定量瓶 50 mL。</p> <p>1.4.2 刻度吸管。</p> <p>1.4.3 0.2 μm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。</p> <p>1.5 對照標準液 (Reference standard solution) 配製：</p> <p>將檢體充分混合後，稱取約含因得克 15±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 7.5 mL 異丙醇，以超音波振盪 5 分鐘後，再加入 37.5 mL 乙酸乙酯，以超音波振盪至完全溶解 (約 10 分鐘) 後，以乙酸乙酯定容至刻度 (最後濃度約含 300 μg/mL 因得克)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為對照用標準液。</p> <p>1.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，稱取約含因得克 15±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 7.5 mL 異丙醇，以超音波振盪 5 分鐘後，再加入 37.5 mL 乙酸乙酯，以超音波振盪至完全溶解 (約 10 分鐘) 後，以乙酸乙酯定容至刻度 (最後濃度約含 300 μg/mL 因得克)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>1.7 鑑別試驗：</p> <p>1.7.1 儀器操作條件：</p> <p>1.7.1.1 波長：310 nm。</p> <p>1.7.1.2 動相：正己烷 + 異丙醇 (90 + 10，v/v)。</p> <p>1.7.1.3 流速：2.0 mL/min。</p> <p>1.7.1.4 注入量：20 μL。</p> <p>1.7.1.5 分析溫度：室溫。</p> <p>1.7.2 取操作標準液及檢液各 20 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 (因得克：13 ~ 14 min，(R) 型異構物：8 ~ 9 min) 以及二異構物尖峰面積依下式計算光學純度 (因得克：≥ 50.0% e.e.) 比較鑑別之。</p> <p>Enantiomer excess (%) = $\frac{A_S - A_R}{A_S + A_R} \times 100\%$，A_S 為因得克尖峰面積，A_R 為 (R) 型異構物尖峰面積。</p> <p>1.8 圖譜：</p>
---	---



<p>2. 含量分析：(方法一)</p> <p>2.1 適用方法：本方法適用於因得克水懸劑、乳劑中有效成分之定量分析。</p> <p>2.2 檢驗方法：高效液相層析法(High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。</p> <p>2.2.1 裝置：</p> <p>2.2.1.1 高效液相層析儀：</p> <p>2.2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。</p> <p>2.2.1.1.2 層析管柱：逆相層析管柱，4.6 mm×250 mm (ID×L)，Inertsil 5 µm C₈，BDS C₈，5 µm，或相當等級。</p> <p>2.2.1.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。</p> <p>2.2.2 試藥：</p> <p>2.2.2.1 標準品：因得克，純度經標定之分析級對照用標準品。</p> <p>2.2.2.2 內標標準品：鄰三聯苯 (o-terphenyl)，純度經標定之分析級試藥。</p> <p>2.2.2.3 氬甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。</p> <p>2.2.2.4 去離子水 (≥18.0 MΩ·cm，經 0.2 µm 濾膜過濾)。</p> <p>2.2.2.5 磷酸 (Phosphoric acid) 為分析級試藥，85% (w/w)。</p> <p>2.2.2.6 稀釋溶劑：氬甲烷 + 去離子水 (75 + 25，v/v)，水先以磷酸調整 pH 值為 2.5。</p> <p>2.2.3 器具及材料：</p> <p>2.2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 mL、100mL。</p> <p>2.2.3.2 刻度吸管。</p> <p>2.2.3.3 三角燒瓶，150 mL。</p> <p>2.2.3.4 0.45 µm 耐龍 (Nylon) 過濾膜。</p> <p>2.2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製：</p> <p>秤取約含因得克 50±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級對照用標準品，置於 50 mL 定量瓶中，加入稀釋溶劑，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 µg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.2.5 貯存內標準液 (Internal standard solution) 配製：</p> <p>秤取約含鄰三聯苯 250±10 mg (記錄至 0.1 mg) 之已知純度分析級內標準品，置於 50 mL 定量瓶中，加入氬甲烷，以超音波振盪至完全溶解後 (約 10 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 5000 µg/mL 貯存內標準液。</p>	
---	--

<p>(約 10 分鐘)，回至室溫，以氬甲烷定容至刻度，為 5000 µg/mL 貯存內標準液。</p> <p>2.2.6 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 1000 µg/mL 因得克貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 1.0 mL 之 5000 µg/mL 貯存內標準液，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 500 µg/mL 內標準參考物質之 100、200、300、400、500 µg/mL 之因得克操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.22 µm 親水性聚丙稀過濾膜過濾後，分別取 10 µL 注入高效液相層析儀分析之，以其濃度為 x 軸、尖峰面積比為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線：y=a+bx，a、b 為常數。</p> <p>2.2.7 檢液之配製：將檢體充分混合後，分別稱取 3 重複約含因得克 15±1.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 5.0 mL 貯存內標準液，混合均勻，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 300 µg/mL 因得克及 500 µg/mL 內標準參考物質)，並以 0.22 µm 親水性聚丙稀過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.2.8 鑑別試驗及含量測定：2.2.8.1 儀器操作條件：2.2.8.1.1 波長：275 nm。2.2.8.1.2 動相：氬甲烷 + 去離子水 (62 + 38，v/v)，水先以磷酸調整 pH 值為 2.5。2.2.8.1.3 流速：1.0 mL/min。2.2.8.1.4 注入量：10 µL。2.2.8.1.5 分析溫度：40 ℃。2.2.8.2 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，由標準檢量線計算檢液濃度：x=$\frac{y-a}{b}$，式中 x 為檢液中因得克濃度，y 為檢液之面積比，($=\frac{\text{檢液中因得克尖峰面積}}{\text{檢液中內標準參考物質尖峰面積}}$)，並依下式計算其含量：有效成分 (% w/w) = 檢液濃度 (µg/mL) × 稀釋體積 (mL) × $\frac{1g}{10^6 \mu g}$ × $\frac{1}{\text{光學純度} \% e.e. + 100} \times 100 (\%)$ 光學純度：依鑑別試驗 (1.7.2) 計算之。</p> <p>2.2.9 圖譜：</p>	<p>2.2.6 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 1000 µg/mL 因得克貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 1.0 mL 之 5000 µg/mL 貯存內標準液，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 500 µg/mL 內標準品之 50、100、200、300、400、500 µg/mL 之因得克操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.45 µm 耐龍過濾膜過濾後，分別取 20 µL 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，經迴歸分析求得標準檢量線：y=a+bx，a、b 為常數。</p> <p>2.2.7 檢液之配製：將檢體充分混合後，分別稱取三重複約含因得克 15±5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 5.0 mL 貯存內標準液，混合均勻，以稀釋溶劑定容至刻度 (最後濃度約含 300 µg/mL 因得克及 500 µg/mL 內標準品)，並以 0.45 µm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.2.8 鑑別試驗及含量測定：2.2.8.1 儀器操作條件：2.2.8.1 波長：275 nm。2.2.8.2 動相：氬甲烷 + 去離子水 (62 + 38，v/v)，水先以磷酸調整 pH 值為 2.5。2.2.8.3 流速：1.0 mL/min。2.2.8.4 注入量：20 µL。2.2.8.5 分析溫度：室溫。2.2.8.2 取操作標準液及檢液各 20 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，由標準檢量線計算檢液濃度：x=$\frac{y-a}{b}$，式中 x 為檢液中因得克濃度，y 為檢液之面積比，($=\frac{\text{檢液中因得克尖峰面積}}{\text{檢液中內標準品尖峰面積}}$)，並依下式計算其含量：有效成分 (% w/w) = 檢液濃度 (µg/mL) × 稀釋體積 (mL) × $\frac{1g}{10^6 \mu g}$ × $\frac{1}{\text{光學純度} \% e.e. + 100} \times 100 (\%)$ 光學純度：依鑑別試驗 (1.7.2) 計算之。</p> <p>2.2.9 圖譜：</p>
---	--



3.含量分析：(方法二)

3.1 適用範圍：本方法適用於因得克餌劑中有效成分之定性及定量分析。

3.2 檢驗方法：高效液相層析法(High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。

3.2.1 裝置：

3.2.1.1 高效液相層析儀：

3.2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。

3.2.1.1.2 層析管柱：正相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Chiralcel OD，10 μ m，或相當等級。

3.2.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。

3.2.2 試藥：

3.2.2.1 參考物質：因得克，純度經鑑定之分析級對照用參考物質。

3.2.2.2 正己烷 (n-Hexane) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.3 異丙醇 (2-Propanol) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.4 乙酸乙酯 (Ethyl acetate) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.5 稀釋溶劑：乙酸乙酯 + 異丙醇 (85 + 15，v/v)。

3.2.3 器具及材料：

3.2.3.1 定容瓶 10 mL、50 mL、100mL。

3.2.3.2 刻度吸管。

3.2.3.3 螺旋蓋三角瓶，250 mL。

3.2.3.4 0.22 μ m 親水性聚丙烯 (Hydrophilic polypropylene) 過濾膜。

3.2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製(STD A)：

秤取約含因得克 25 \pm 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 50 mL 定容瓶中，加入 45 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 500 μ g/mL 貯存標準液。

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

取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 500 μ g/mL 因得克貯存標準液，分別置於 10 mL 定容瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 25、50、75、100、125 μ g/mL 之因得克操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以

3.含量分析：(方法二)

3.1 適用範圍：本方法適用於因得克餌劑中有效成分之定性及定量分析。

3.2 檢驗方法：高效液相層析法 (High performance liquid chromatography，簡稱 HPLC)。

3.2.1 裝置：

3.2.1.1 高效液相層析儀：

3.2.1.1.1 檢出器：紫外光檢出器 (Ultraviolet detector，簡稱 UV)。

3.2.1.1.2 層析管柱：4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Chiralcel OD，或相當等級。

3.2.2 超音波振盪裝置 (頻率 40-50 KHz)，振盪器。

3.2.2 試藥：

3.2.2.1 標準品：因得克，純度經鑑定之分析級對照用標準品。

3.2.2.2 正己烷 (n-Hexane) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.3 異丙醇 (2-Propanol) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.4 乙酸乙酯 (Ethyl acetate) 為 HPLC 級溶劑。

3.2.2.5 稀釋溶劑：乙酸乙酯 + 異丙醇 (85 + 15，v/v)。

3.2.3 器具及材料：

3.2.3.1 定容瓶 10 mL、50 mL、100mL。

3.2.3.2 刻度吸管。

3.2.3.3 螺旋蓋三角瓶，250 mL。

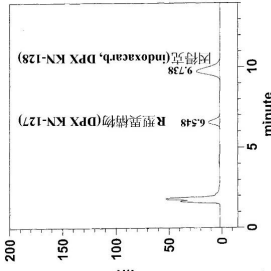
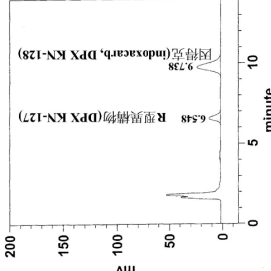
3.2.3.4 0.2 μ m 耐龍 (Nylon) 過濾膜。

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

秤取約含因得克 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 50 mL 定容瓶中，加入 45 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 500 μ g/mL 貯存標準液。

3.2.5 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：

取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 之 500 μ g/mL 因得克貯存標準液，分別置於 10 mL 定容瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 25、50、75、100、125 μ g/mL 之因得克操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液以 0.2 μ m 耐龍過濾膜過濾後，分別取 10 μ 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。

<p>0.22μm 親水性聚丙烯腈過濾後，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。</p> <p>3.2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別秤取 3 重複約含因得克 3.8±0.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 250 mL 螺旋蓋三角瓶，加入 50 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，靜置回至室溫後，取上層澄清液分析之 (最後濃度約含 76 μg/mL 因得克)，並以 0.22μm 親水性聚丙烯腈過濾之，作為檢液。</p> <p>3.2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>3.2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>3.2.7.1.1 波長：310 nm。</p> <p>3.2.7.1.2 動相：正己烷 + 異丙醇 (90 + 10, v/v)。</p> <p>3.2.7.1.3 流速：2.0 mL/min。</p> <p>3.2.7.1.4 注入量：10 μL。</p> <p>3.2.7.1.5 分析溫度：40 °C。</p> <p>3.2.7.2 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，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 為檢液之尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> $x = \frac{y-a}{b}$ <p>其含量：</p> <p>有效成分 (% w/w)</p> $= \text{檢液濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>3.2.8 圖譜：</p> 	<p>3.2.6 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別秤取 3 重複約含因得克 3.8±0.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 250 mL 螺旋蓋三角瓶，加入 50 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘，靜置回至室溫後，取上層澄清液分析之 (最後濃度約含 76 μg/mL 因得克)，並以 0.2 μm 耐龍過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>3.2.7 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>3.2.7.1 儀器操作條件：</p> <p>3.2.7.1.1 波長：310 nm。</p> <p>3.2.7.2 動相：正己烷 + 異丙醇 (90 + 10, v/v)。</p> <p>3.2.7.3 流速：2.0 mL/min。</p> <p>3.2.7.4 注入量：10 μL。</p> <p>3.2.7.5 分析溫度：40 °C。</p> <p>3.2.7.2 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，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 為檢液之尖峰面積，並依下式計算其含量：</p> $= \text{檢液濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)} \times \frac{1\text{g}}{10^6 \mu\text{g}} \times \frac{1}{\text{檢體重 (g)}} \times 100(\%)$ <p>3.2.8 圖譜：</p> 	<p>五、參考文獻：</p> <p>1. Determination of DPX-MP062 in MP062 WG and MP062 SC by reversed-phase liquid chromatography. 1997. E. I. du Pont de Nemours and Co. Method No. MP062.220.06.ES. 15pp.</p> <p>2. Determination of DPX-KN128 in DPX-MP062, Normal phase liquid chromatography (NPLC) assay method. 1997. E. I. du Pont de Nemours and Co. Method No. MP062.220.07.ES. 15pp.</p> <p>3. Tomlin, C. D. S., Ed. 2006. "The Pesticide Manual", 14th ed., BCPC and RSC, UK.</p> <p>六、品質管制：</p> <p>1. 所有品質管制數據，均需保存以便參考及檢查。</p> <p>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。</p>
--	--	---

<p>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，其稱取量應為<u>25±5 mg</u>，且二者之相差應不大於0.2 mg。</p> <p>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99~101%之間。(感應因子=尖峰面積比/濃度比)</p> <p>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。</p> <p>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99~101%之間，若超出範圍，則應重新注入分析。</p> <p>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。</p> <p>7.檢量線之線性相關係數平方值r^2需達0.999或以上。</p> <p>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，依所得之標準品與內標準品尖峰面積比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。</p> <p>9.內標準液面積查核：所有添加內標準液之注入分析(除貯存內標準液外)，其內標準液面積與系統平衡測試第一重複注入內標準液面積之比值應介於97~103%之間。</p> <p>10.滯留時間管制：注入之操作標準液、查核標準液及檢液，其標準品及內標準品尖峰滯留時間分別與進行系統平衡測試注入1之標準品及內標準品尖峰滯留時間相較，其比值應介於98~102%之間。</p> <p>11.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+0.5logC))，RSDr=RSD_R×0.67)，0.045%有效成分含量之樣品可接受RSDr值，計算如下：</p> $C = 0.00045$ $RSDr = 2^{(1+0.5\log(0.00045))} = 6.38$ $RSDr = 6.38 \times 0.67 = 4.27$ <p>12.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。</p> <p>13.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。</p>	<p>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99~101%之間。(感應因子=尖峰面積比/濃度比)</p> <p>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99~101%之間。</p> <p>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99~101%之間，若超出範圍，則應重新注入分析。</p> <p>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。</p> <p>7.檢量線之線性相關係數平方值r^2需達0.999或以上。</p> <p>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，依所得之標準品與內標準品尖峰面積比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。</p> <p>9.內標準液面積查核：所有添加內標準液之注入分析(除貯存內標準液外)，其內標準液面積與系統平衡測試第一重複注入內標準液面積之比值應介於97~103%之間。</p> <p>10.滯留時間管制：注入之操作標準液、查核標準液及檢液，其標準品及內標準品尖峰滯留時間分別與進行系統平衡測試注入1之標準品及內標準品尖峰滯留時間相較，其比值應介於98~102%之間。</p> <p>11.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+0.5logC))，RSDr=RSD_R×0.67)，0.045%有效成分含量之樣品可接受RSDr值，計算如下：</p> $C = 0.00045$ $RSDr = 2^{(1+0.5\log(0.00045))} = 6.38$ $RSDr = 6.38 \times 0.67 = 4.27$ <p>12.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。</p> <p>13.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。</p>
---	---

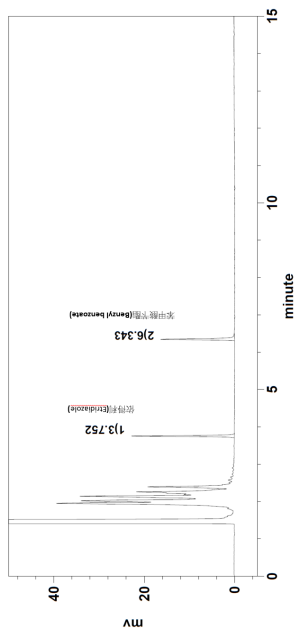
依得利 (Etridiazole) 農藥有效成分檢驗方法修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>一、農藥結構及物理化學性質： 普通名稱：依得利(CIPAC No. 518) 化學名稱： Ethyl 3-trichloromethyl-1,2,4 -thiadiazol-5-yl ether (IUPAC), Ethoxy-3-(trichloromethyl)-1,2,4 -thiadiazole (CAS: 2593-15-9).</p> <p>化學結構：</p> <div><chem>CCOC1=NC(=C(N1)S)C(Cl)(Cl)Cl</chem></div> <p>分子式：C₃H₅Cl₃N₃OS 分子量：247.5 理化性質： 外觀：淡黃色液體。 熔點：22℃ 沸點：113℃(4 mmHg)。 蒸氣壓：1430 mPa (25℃)。 解離常數：pKa 2.77(弱鹼，20-25 ℃) 比重：1.497(20-25 ℃) 溶解度：水中溶解度 117 mg/L (20-25℃)，溶於乙醇、甲醇、氯甲烷、二甲苯、己烷、芳香族碳氫化合物。 安定性：於 25℃ 時，水解半衰期 92 天 (pH 5)、98 天 (pH 7)、88 天 (pH 9)。 劑型：可濕性粉劑(WP)、乳劑 (EC)。</p> <p>三、作用：殺菌劑。</p> <p>四、分析方法： 1.適用範圍：本方法適用於依得利可濕性粉劑、乳劑中有效成分之定性及定量分析。</p> <p>2.檢驗方法：氣液相層析法 (Gas liquid chromatography，簡稱 GLC)。</p> <p>2.1 裝置： 2.1.1 氣液相層析儀操作條件： 2.1.1.1 檢出器：火焰離子化檢出器 (Flame ionization detector，簡稱 FID)。 2.1.1.2 層析管柱：0.25 mm × 30 m (ID × L)，<u>AbelBonded AB-1MS，0.25 μm film thickness</u>，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：依得利，純度經標定之分析級對照用參考物質。 2.2.2 內標準參考物質：苯甲酸苄酯 (Benzyl benzoate)，純度經標定之分析級試藥。 2.2.3 丙酮 (Acetone) 為分析級溶劑。 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(Hydrophilic polypropylene)過濾膜。 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製(STD A)：</p>	<p>一、農藥結構及物理化學性質： 普通名稱：依得利 化學名稱： Ethyl 3-trichloromethyl-1,2,4 -thiadiazol-5-yl ether (IUPAC), Ethoxy-3-(trichloromethyl)-1,2,4 -thiadiazole (CA).</p> <p>化學結構：</p> <div><chem>CCOC1=NC(=C(N1)S)C(Cl)(Cl)Cl</chem></div> <p>分子式：C₃H₅Cl₃N₃OS 分子量：247.5 理化性質： 外觀：淡黃色液體。 熔點：19.9℃。 沸點：95℃ (1 mmHg)。 蒸氣壓：1430 mPa (25℃)。 溶解度：25℃水中溶解度 117 mg/L，易溶於乙醇、甲醇、氯甲烷、二甲苯、己烷、芳香族碳氫化合物。 劑型：可濕性粉劑 (WP)。 三、作用：殺菌劑。 四、分析方法： 1.適用範圍：本方法適用於依得利可濕性粉劑中，有效成分之定性及定量分析。 2.檢驗方法：氣液相層析法 μ gas liquid chromatography，簡稱 GLC)。</p> <p>2.1 裝置： 2.1.1 氣液相層析儀操作條件： 2.1.1.1 檢出器：火焰離子化檢出器 (Flame ionization detector，簡稱 FID)。 2.1.1.2 層析管柱：0.25 mm × 30 m (ID × L)，CP-sil 5CB，WCOT，<u>融砂管性</u>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：依得利，純度經標定之分析級對照用標準品。 2.2.2 內標準品：苯甲醚苄酯 (Benzyl benzoate)，純度經標定之分析級試藥。 2.2.3 丙酮 (Acetone) 為分析級溶劑。 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。 2.4 貯存標準液 (Standard stock solution) 配製： 精確稱取已知純度之依得利分析級對照用標準品 50 mg (精確至 0.1 mg)，置於 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後，回至室溫以丙酮定容至刻度，為 1000 μg/mL 貯存標準液。</p>	<p>現行檢驗方法僅適用於可濕性粉劑，因應市場上新增乳劑劑型並廣泛使用，爰將乳劑劑型納入，同時依據國際具公信力之檢驗機構英國作物生產學會 (the British Crop Production Council，簡稱 BCPC) 之理化資料更新物理化學性質及圖譜，增加檢驗準確度。</p>

<p>精確秤取已知純度之依得利分析級對照用參考物質 50 ± 5 mg (精確至 0.1 mg)，置於 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後(約 20 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 1000 µg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 貯存內標準液 (Internal standard stock solution) 配製：</p> <p>精確秤取已知純度之苯甲酸苄酯內標準參考物質 60 ± 6 mg (精確至 0.1 mg)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 80 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後(約 20 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 600 µg/mL 貯存內標準液。</p> <p>2.6 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作：</p> <p>取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 1000 µg/mL 依得利貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 1.0 mL 之 600 µg/mL 貯存內標準液，以丙酮稀釋定容至刻度，使成含 60 µg/mL 內標準品之 100、200、300、400、500 µg/mL 之依得利操作標準液 (Working standard solution)，分別取 1 µL 注入氣液相層析儀分析之，以其濃度比為 x 軸、尖峰面積比為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線：$y = a + bx$，a、b 為常數。</p> <p>2.7 檢液之配製：</p> <p>將可溼性粉劑檢體充分混合後，分別稱取三重覆約含 40mg 主成分之樣品，置 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 丙酮並以超音波振盪 5 分鐘，回至室溫，以丙酮定容至刻度，混合均勻再取此丙酮溶液 2.5 mL 置於 10 mL 定量瓶加入 1.0 mL 貯存內標準液，混合均勻並以丙酮定量至刻度 (最後約含 200 µg/mL 依得利及 60 µg/mL 內標準品)。</p> <p>2.8 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.8.1 儀器操作條件：</p> <p>2.8.1.1 溫度：</p> <p>注入器：260 °C。</p> <p>層析管柱：150 °C，持續 1 分鐘，每分鐘升溫 10 °C，至 260 °C 持續 3 分鐘。</p> <p>檢出器：270 °C。</p> <p>2.8.1.2 氣體流速：</p> <p>攜帶氣體 (氮氣)：採程式壓力控制 (Programmable pressure control, PPC)，固定流速 1.2 mL/min。</p> <p>分流比：1/25。</p> <p>氮氣：45 mL/min。</p> <p>空氣：450 mL/min。</p> <p>2.8.2 取操作標準液及檢液各 1 µL 分別注入氣液相層析儀，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：$x = \frac{y-a}{b}$</p> <p>式中 x 為檢液之濃度比 ($= \frac{\text{檢液中依得利濃度}}{\text{檢液中內標準品濃度}}$) 並</p> <p>y 為檢液之面積比 ($= \frac{\text{檢液中依得利尖峰面積}}{\text{檢液中內標準品尖峰面積}}$) 並</p> <p>依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%，克/克)</p> <p>$= \text{檢液濃度比} \times \text{檢液中添加之內標準品濃度} (\mu\text{g/mL}) \times \text{稀釋體積 (mL)}$</p> <p>$\times \frac{1\text{g}}{10^6} \times 100 (\%)$</p> <p>2.9 圖譜：</p>	<p>精確秤取已知純度之依得利分析級對照用參考物質 50 ± 5 mg (精確至 0.1 mg)，置於 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後(約 20 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 1000 µg/mL 貯存標準液。</p> <p>2.5 貯存內標準液 (Internal standard stock solution) 配製：</p> <p>精確秤取已知純度之苯甲酸苄酯內標準參考物質 60 ± 6 mg (精確至 0.1 mg)，置於 100 mL 定量瓶中，加入 80 mL 丙酮，以超音波振盪至完全溶解後(約 20 分鐘)，回至室溫，以丙酮定容至刻度，為 600 µg/mL 貯存內標準液。</p> <p>2.6 標準檢量線 (Standard calibration curve) 製作(STD A.1-STD A.5)：</p> <p>取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 之 1000 µg/mL 依得利貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，各加入 1.0 mL 之 600 µg/mL 貯存內標準液，以丙酮稀釋定容至刻度，使成含 60 µg/mL 內標準參考物質之 100、200、300、400、500 µg/mL 之依得利操作標準液 (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 1 µL 注入氣液相層析儀分析之，以其濃度比為 x 軸、尖峰面積比為 y 軸，經迴歸分析求得標準檢量線：$y = a + bx$，a、b 為常數。</p> <p>2.7 檢液之配製：</p> <p>將檢體充分混合後，分別秤取 3 重覆約含依得利 30 ± 3 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入 40 mL 丙酮，以超音波振盪 20 分鐘，回至室溫，以丙酮定容至刻度，混合均勻，再取此丙酮溶液 5.0 mL 置於 10 mL 定量瓶加入 1.0 mL 貯存內標準液，混合均勻並以丙酮定容至刻度 (最後濃度約含 300 µg/mL 依得利及 60 µg/mL 內標準參考物質)，並以 0.22 µm 親水性聚丙烯過濾膜過濾之，作為檢液。</p> <p>2.8 鑑別試驗及含量測定：</p> <p>2.8.1 儀器操作條件：</p> <p>2.8.1.1 溫度：</p> <p>注入器：260 °C。</p> <p>層析管柱：150 °C，持續 1 分鐘，每分鐘升 10 °C，至 260 °C，持續 3 分鐘。</p> <p>檢出器：270 °C。</p> <p>2.8.1.2 氣體流速：</p> <p>攜帶氣體 (氮氣)：1.0 mL/min。</p> <p>分流比：1/25。</p> <p>補充氣體 (氮氣)：30 mL/min。</p> <p>氮氣：40 mL/min。</p> <p>空氣：400 mL/min。</p> <p>2.8.2 取操作標準液及檢液各 1 µL 分別注入氣液相層析儀，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：$x = \frac{y-a}{b}$</p> <p>式中 x 為檢液中依得利濃度，</p> <p>y 為檢液之面積比 ($= \frac{\text{檢液中依得利尖峰面積}}{\text{檢液中內標準參考物質尖峰面積}}$)，</p> <p>並依下式計算其含量：</p> <p>有效成分 (%，w/w)</p>
---	--

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

2.9 圖譜：



五、參考文獻：

1. 依得利 (Etridiazole) 農藥有效成分檢驗方法。農業部改制前行政院農業委員會 89 年 5 月 30 日農糧字第 890020475 號公告。

2. BCPC Online Pesticide Manual.

<https://pmonline.azurewebsites.net/Main/Pesticide.aspx> (擷取日期 2022.08.08)

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) 之參考物質，其秤取量應 $50 \pm 5\text{mg}$ ，且二者之相差應不大於 0.2mg ，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。

3.3. 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 99 ~ 101% 之間。(感應因子 = 尖峰面積比 / 濃度比)。

4.標準液查核：注入查核標準液 (STDB-3)，其與系統平衡測試操作標準液 (STDB-1) 之

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 99~101% 之間，若超出範圍，則應重新注入分析。

5.2 查核標準液 (STDB-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。

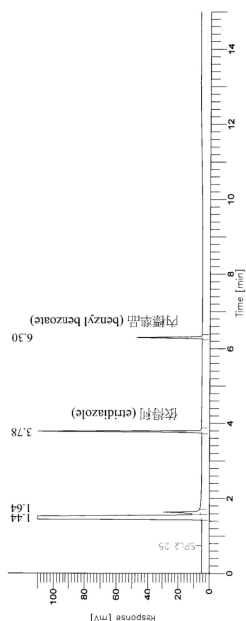
6.6. 貯存標準液與標準檢量線於每次同批檢驗時，新鮮配製，且不可使用超過3日。

8. 檢量線查核：每注入 3 個檢液後，須注入查核標準液 (STDB-3) 查核檢量線，依所得之參老物所應得之峰面積比代入檢量線計算標準濃度，甘南

所付之參考物質內係半參考物質，其保潔收復康度，共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制供給量。

9. 內標準液面積查核：所有添加內標準液之注入分析(除貯存內標準液外)，其內標準

10. 滯留時間管制：注入之操作標準液、查核標準液及檢液，其參考物質及內標準參液面積與系統平衡測試第一重複注入內標準液面積之比應小於 98~102% 之間。



3. 參考文獻：

(1) Tomlin, C. D. S., Ed. 1997. "The Pesticide Manual", 11th ed., BCPC and RSC, UK.

五、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. 檢量線至少包含三個不同濃度(含)以上標準液。其線性相關係數(r^2)需達0.995以上。

3. 三重複注入標準液之變異不可超過1%，注入儀器之順序為標準液1/1-標準液2/1-

檢液 1/1-檢液 2/1-標準液 1/2-標準液 2/2-檢液 1/2-檢液 2/2-標準液 1/3-標準液 2/3-檢液 1/3-檢液 2/3。

4. 每測定 15 個樣品後，必須以另一標準液查核檢量線，以比較其感應因子與原感應因子，若其相對偏差在 10% 以內，則可使用原檢量線分析，若超過 10%，則應

重新製備檢量線。

分析步驟，用來測定分析之精密度。重複樣品分析求得相對百分偏差需小於10%。

RSD_r 值。例如 75% 之有效成分含量, $\%\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log C)}$, $C=0.75$, $\text{RSD}_R = 2^{(1-0.5\log 0.75)} = 2.00$ 。見磷酸鈣與 CV 法。而手提式可檢定 $\text{RSD} = \text{RSD}_R - 0.67 = 1.40$

$$v_{0.05}(n) = 2.09 \text{ 是實驗室間之 CV 值。而重複性可接受之 } RSD_t = RSD_R \times 0.67 = 1.40\%$$

<p>考物質尖峰滯留時間分別與進行系統平衡測試注入 I 之參考物質及內標準參考物質尖峰滯留時間相較，其比值應介於 98~102% 之間。</p> <p>11.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 $(RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)})$，$RSDr = RSD_R \times 0.67$，25% 有效成分含量之樣品可接受 RSDr 值，計算如下：</p> $C = 0.25$ $RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.25)} = 2.46$ $RSDr = 2.46 \times 0.67 = 1.65$ <p>12.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。</p> <p>13.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。</p>	
---	--