

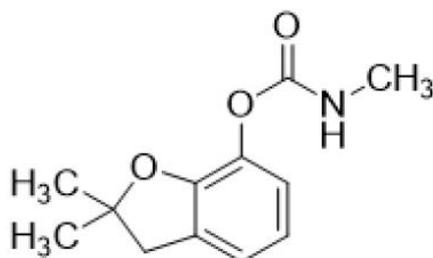
丁基加保扶(Carbosulfan)農藥中其他成分加保扶(Carbofuran)檢驗方法草案

一、結構及物理化學性質：

普通名稱：加保扶 (CIPAC No. 276)

化學名稱：2,3-dihydro-2,2-dimethylbenzofuran-7-yl methylcarbamate (IUPAC). 2,3-dihydro-2,2-dimethyl-7-benzofuranyl methylcarbamate (CA; 1563-66-2)

化學結構：



分子式： $C_{12}H_{15}NO_3$

分子量：221.3

理化性質：

外觀：白色結晶固體。

熔點：153-154 °C。

蒸氣壓：0.031 mPa (20 °C)，0.072 mPa (25 °C)。

比重：1.18(20-25°C)。

溶解度：水 320 mg/L (20 °C)，351 mg/L (25 °C)。丙酮 107，1,2-二氯乙烷 91，乙酸乙酯 56，正庚烷 0.13，甲醇 71，二甲苯 8 (均為 g/L，20-25 °C)。

安定性：25 °C時水解半衰期為 1 年以上 (pH 4)，28-46 天 (pH 7)，0.1 天 (pH 9)。水中光分解半衰期為 33 天；大於 150 °C會分解。

二、劑型：乳劑 (EC)、水基乳劑 (EW)、可濕性粉劑 (WP)、粒劑 (GR)。

三、作用：殺蟲劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於丁基加保扶乳劑、水基乳劑、可濕性粉劑和粒劑中其他成分加保扶之定性及定量分析。

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：正相層析管柱，4.6 mm × 250 mm (ID × L)，Phenomenex LiChrospher Sil，5μm，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：加保扶，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 異丙醇 (Isopropanol) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.3 異辛烷 (2,2,4-Trimethyl pentane) 為 HPLC 級溶劑。

2.2.4 稀釋溶劑：異丙醇 + 異辛烷 (15 + 85，v/v)。

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。

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

精確稱取約含加保扶 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 20 分鐘)，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，為約 1000 μg/mL 貯存標準液。再取此貯存標準液 2.5 mL，置於 25 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，為 100 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 100 μg/mL 加保扶貯存標準液，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 5、10、15、20、25 μg/mL 之加保扶操作標準液 (Working standard solution)，各操作標準液及 100 μg/mL 貯存標準液以 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 重複約含加保扶 15±1.5 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，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，再取此溶液 1 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 15 μg/mL 加保扶)，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：異丙醇 + 異辛烷 (15 + 85，v/v)

2.7.1.3 流速：0.7 mL/min。

2.7.1.4 注入量：20 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，由標準檢量線計算檢液濃度： $x =$

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

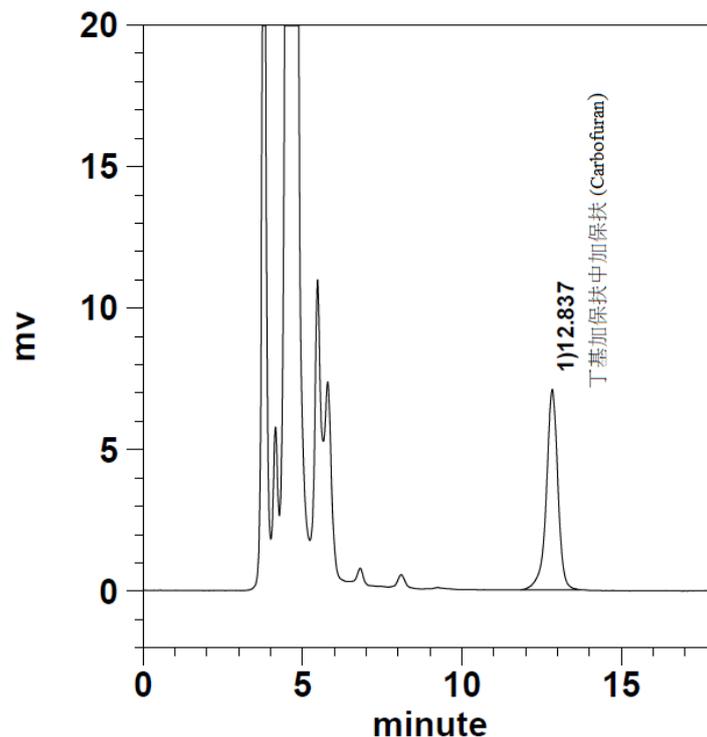
，式中 x 為檢液中加保扶濃度，y 為檢液中加保扶尖峰面積，並依下式

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：2021/07/18)。
2. PPDB：Pesticide Properties Database. <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/118.htm> (擷取日期：2021/07/18)。
3. Hitoshi M., Masako K., Katsura Y., Maki T., Takeshi G., and Noriharu U. 1987. A High-Performance Liquid Chromatographic Method for Determination of Benfuracarb and Carborfuran Residues in Soil and Water. *J. Pesticide Sci.* 12, 491-497.

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. 配置貯存標準液(STD A)及貯存查核標準液(STD B)之標準品，其秤取量應大於 25mg，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標準品，應使用查核標準液之配製。
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 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$)， $RSD_r = RSD_R \times 0.67$)，例如 2% 之含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：
- $$C = 0.02$$
- $$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.02)} = 3.6$$
- $$RSD_r = RSD_R \times 0.67 = 2.41$$
- 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。