

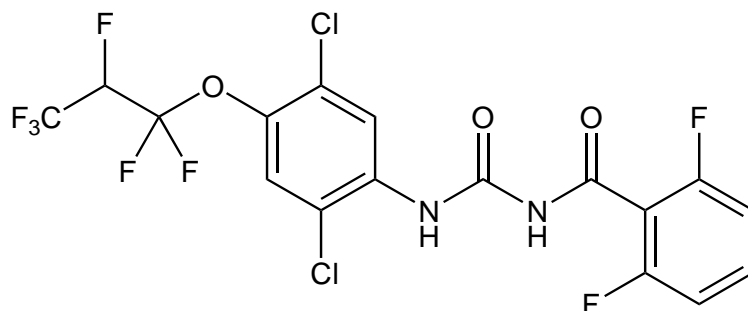
祿芬隆 (Lufenuron) 農藥有效成分檢驗方法修正規定

一、農藥結構及物理化學性質：

普通名稱：祿芬隆(CIPAC No.704)

化學名稱：(RS)-1-[2,5-dichloro-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluoropropoxy)phenyl]-3-(2,6-difluorobenzoyl)urea (IUPAC). N-[[[2,5-dichloro-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluoropropoxy)phenyl]amino]carbonyl]-2,6-difluorobenzamide (CA; 103055-07-8).

化學結構：



分子式：C₁₇H₈Cl₂F₈N₂O₃

分子量：511.2

理化性質：

外觀：無色結晶。

熔點：168.7 - 169.4 °C (OECD 102)。

蒸氣壓：< 4 × 10⁻³ mPa (25 °C) (OECD 104)。

溶解度：水 < 0.048 mg/L (pH 7.7, 25 °C)。丙酮 460、甲苯 66、正己烷 0.10、正辛醇 8.2、二氯甲烷84、乙酸乙酯330、甲醇52 (均為 g/L, 25 °C)。

安定性：於pH 5、pH 7(25 °C)下安定。半衰期512 天 (pH 9, 25 °C)。

比重：1.66 (20°C) (OECD 109)。

二、劑型：乳劑 (EC)。

三、作用：殺蟲劑，殺蟎劑。

四、分析方法：

1. 適用範圍：本方法適用於祿芬隆乳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)，5 μm，InertSustain C18 Inertsil，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 標準品：祿芬隆，純度經標定之分析級對照用標準品。

2.2.2 甲醇 (Methanol) 為HPLC級溶劑。

2.2.3 氰甲烷 (Acetonitrile) 為 HPLC 級溶劑。

- 2.2.4 磷酸 (Phosphoric acid) 為分析級試藥，(純度 85%，比重 1.71)。
- 2.2.5 去離子水 (18.0 MΩ-cm，經 0.2 μm 濾膜過濾)。
- 2.2.6 0.1%(v/v)磷酸水溶液：1000mL 配置方法。取 1000mL 燒杯置於電磁攪拌器上，於燒杯中加入 900mL 去離子水，以 1mL 刻度吸管精確量取 1mL 磷酸，將磷酸溶於去離子水中，放入攪拌轉子，以 200 rpm 攪拌使其溶解並混合均勻，取出攪拌轉子後以去離子水洗入 1000 mL 定量瓶並定容至刻度混合均勻備用。
- 2.2.7 稀釋溶劑：甲醇+0.1%(v/v)磷酸水溶液；90+10 (v/v)。
- 2.3 器具及材料：
- 2.3.1 定量瓶 10 mL、25 mL、50 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：
- 精確稱取已知純度之祿芬隆分析級對照用標準品 25±2 mg (精確至 0.1 mg)，置於 50 mL 定量瓶中，加入約 40 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 μg/mL 貯存標準液。
- 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 500 μg/mL 祿芬隆貯存標準液，分別置於 10 mL 定量瓶中，以稀釋溶劑定容至刻度，使成含 50、100、150、200、250 μg/mL 之祿芬隆操作標準液 (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，分別稱取三重複約含祿芬隆 7.5±1 mg (記錄至 0.1 mg) 之樣品，置於 50 mL 定量瓶中，加入約 45 mL 稀釋溶劑，以超音波振盪 10 分鐘後，回至室溫，以稀釋溶劑定容至刻度，混合均勻 (最後濃度約含 150 μg/mL 祿芬隆)，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：300 nm。
- 2.7.1.2 動相：A：氰甲烷；B：甲醇；C：0.1%(v/v) 磷酸水溶液
- 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：室溫。
- 2.7.1.6 梯度設定：

時間 (分鐘)	A(%)	B(%)	C(%)
0	50	10	40
25	75	10	15
26	85	10	5
30	85	10	5
31	50	10	40
39	50	10	40

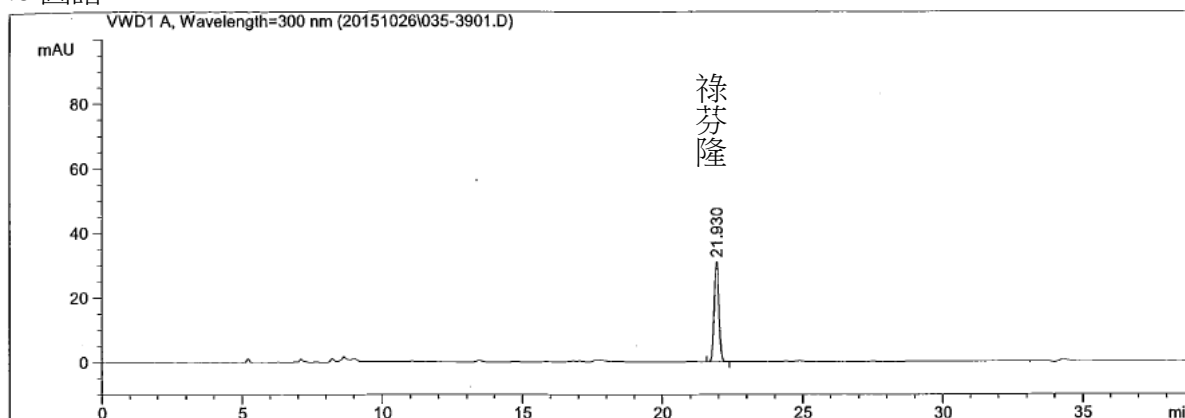
2.7.2 取操作標準液及檢液各 10 μL ，分別注入液相層析儀，就操作標準液與檢液所得尖峰之滯留時間比較鑑別之，由標準檢量線計算檢液濃度： $x = \frac{y-a}{b}$ ，

式中 x 為檢液中祿芬隆濃度， y 為檢液中祿芬隆尖峰面積，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. 行政院農業委員會 89 年 5 月 30 日 89 農糧字第 890020475 號公告訂定之祿芬隆 (Lufenuron) 農藥有效成分檢驗方法。
2. MacBean C., Ed. 2012. "The Pesticide Manual", 16th ed., BCPC.

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 RSDr

值。例如：依 Horwitz 方程式 ($RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$), $RSD_r = RSD_R \times 0.67$), 4.4% 有效成分含量之樣品可接受 RSD_r 值，計算如下：

$$C = 0.044$$

$$RSD_R = 2^{(1-0.5\log 0.044)} = 3.20$$

$$RSD_r = 3.20 \times 0.67 = 2.14$$

- 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。