

食品中殘留農藥檢驗方法－殺菌劑氟硫滅之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food - Test of Flusulfamide, a Fungicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於小葉菜類及包葉菜類等作物中氟硫滅 (flusulfamide; 2',4-dichloro- α,α,α -trifluoro-4'-nitro-*m*-toluenesulfonanilide)之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析法(gas chromatography, GC)。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：電子捕獲檢出器(electron capture detector, ECD)。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-608毛細管，內膜厚度0.83 μm ，內徑0.53 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶媒者。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：丙酮、正己烷、乙醚及乙酸乙酯均採用殘量級；二氯甲烷採用HPLC級；二甲亞砜(dimethyl sulfoxide)、碘化甲烷、氯化鈉、無水硫酸鈉及氫化鈉均採用化學試藥特級；氟硫滅對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：500 mL。
 - 2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑11 cm。
 - 2.3.3. 濃縮瓶：50 mL、300 mL。
 - 2.3.4. 矽酸鎂固相萃取匣(Florisil cartridge)：6 mL，1000 mg。
 - 2.3.5. 矽膠固相萃取匣(Silica gel cartridge)：6 mL，1000 mg。
 - 2.4. 10%氫化鈉之二甲亞砜溶液之調製：

稱取氫化鈉1 g，加入二甲亞砜10 mL，使之溶解。
 - 2.5. 衍生化標準溶液之配製：
 - 2.5.1. 標準溶液之配製：

取氟硫滅對照用標準品約10 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至100 mL，再以正己烷稀釋至0.01~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.5.2. 衍生化反應：

取2.5.1節標準溶液各1 mL，以氮氣吹乾，加入正己烷：碘化

甲烷(1:1, v/v)溶液2 mL及10%氫化鈉之二甲亞砷溶液1 mL，混合均勻，靜置25分鐘。加入去離子水5 mL，混合均勻，倒入分液漏斗中，再加入去離子水30 mL，每次以正己烷30 mL萃取二次，每次振盪1分鐘，收集正己烷層，加入無水硫酸鈉15 g脫水過濾後，濾液於40°C以下減壓濃縮至乾。殘留物以正己烷：乙醚(17:3, v/v)溶液5 mL溶解，注入預先以正己烷10 mL潤溼之矽酸鎂固相萃取匣，棄流出液，再以正己烷：乙酸乙酯(4:1, v/v)溶液15 mL沖提，收集沖提液於試管中，以氮氣吹乾，殘留物再以正己烷溶解並定容至1 mL，供作衍生化標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

取切碎檢體約20 g，精確稱定，置於攪拌均質器中，加入丙酮100 mL，高速攪拌1分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液，再以丙酮定容至200 mL。取濾液20 mL於濃縮瓶中，於40°C以下減壓濃縮至無丙酮。加入5%氯化鈉溶液 100 mL，振盪後倒入分液漏斗，再以二氯甲烷100 mL萃取，振盪1分鐘，靜置分層，收集有機層，水層再以二氯甲烷50 mL同樣操作一次，合併有機層，以無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，濾液於35°C以下減壓濃縮至乾，殘留物以正己烷：乙酸乙酯(7:3, v/v)溶液5 mL溶解，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

取2.6.1節供淨化用之溶液，注入預先以正己烷10 mL潤溼之矽膠固相萃取匣，先以正己烷：乙酸乙酯(7:3, v/v)溶液10 mL沖洗矽膠固相萃取匣，棄流出液，再以乙酸乙酯25 mL沖提，收集沖提液，供衍生化用。

2.6.3 衍生化反應：

取2.6.2節供衍生化反應之溶液，置入濃縮瓶中，於40°C以下減壓濃縮至乾。殘留物加入正己烷：碘化甲烷(1:1, v/v)溶液2 mL及10%氫化鈉之二甲亞砷溶液1 mL，混合均勻，以下依2.5.2節進行衍生化反應，再以正己烷溶解並定容至1 mL，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及衍生化標準溶液各1 μL，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與衍生化標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中氟硫滅之含量(ppm)：

$$\text{檢體中氟硫滅之含量(ppm)} = \frac{C \times V \times 10}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中氟硫滅之濃度(μg/mL)

V：檢體經衍生化後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

氣相層析測定條件：

層析管溫度：245°C

檢出器溫度：300°C

注入器溫度：270°C

移動相氣體氮氣流速：6 mL/min

輔助氣體氮氣流速：30 mL/min

- 備註：
1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.001 ppm。
 2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。
 3. 以本方法檢出農藥時，應再行確認。