

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑亞喜芬之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods -

Test of Acifluorfen, a Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於乾豆類中亞喜芬(acifluorfen-sodium; sodium 5-(2-chloro- α , α , α -trifluoro-*p*-tolylloxy)-2nitrobenzoate)之檢驗。
2. 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：具有283 nm波長之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：RP-select B，5 μ m，內徑 4.0 mm \times 25 cm。
 - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：正己烷及二氯甲烷採用殘量級；乙腈採用液相層析級；無水硫酸鈉、磷酸、磷酸氫二鈉、磷酸二氫鈉及TBA (tetra-*n*-butyl ammonium phosphate)採用化學試藥特級；亞喜芬對照用標準品(acifluorfen sodium)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：500 mL。
 - 2.3.2. 別區奈式漏斗(Buechner funnel)：直徑11 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：褐色，250 mL、500 mL。
 - 2.3.5. 濾膜：孔徑0.45 μ m，polyvinylidene difluoride材質。
 - 2.4. pH 3.0水之調製：

取適量去離子水，以0.05M磷酸溶液調整pH值至3.0。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：

乙腈與pH 3.0水以50：50 (v/v)之比例混勻後以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

稱取亞喜芬對照用標準品約100 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋，供作標準溶液。

2.7. 磷酸緩衝溶液之調製：

分別配製0.05M之磷酸二氫鈉及磷酸氫二鈉溶液。於0.05M磷酸氫二鈉溶液中，加入0.05M磷酸二氫鈉溶液，同時攪拌，將pH值調整至8.0。

2.8. 0.02M TBA溶液之調製：

稱取TBA 3.4 g，溶於pH 8.0磷酸緩衝溶液使成500 mL。

2.9. 檢液之調製：

將檢體以均質機磨碎後，取約40 g，精確稱定，加乙腈100 mL，振搖五分鐘，抽氣過濾，並以乙腈：水(9:1,v/v)溶液100 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於40°C水浴減壓濃縮至乾，加pH 8.0磷酸緩衝溶液50 mL於濃縮瓶，充分振盪後倒入分液漏斗，並以正己烷50 mL洗濃縮瓶倒入分液漏斗中，振搖一分鐘，棄正己烷層，水層再加二氯甲烷50 mL，振搖一分鐘，棄二氯甲烷層，水層加入0.02M TBA溶液4 mL後，振搖二分鐘，靜置十分鐘，再以二氯甲烷萃取二次，每次70 mL振搖萃取二分鐘，二氯甲烷層經無水硫酸鈉脫水後，合併收集於濃縮瓶，於35°C水浴減壓濃縮至乾，以乙腈溶解並定容至2 mL。

3. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20 μ L，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中亞喜芬之含量(ppm)：

$$\text{檢體中亞喜芬含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中亞喜芬之濃度(μ g/mL)

V：檢體最後經定容之體積(mL)

87年11月16日衛署食字第87058914號公告
102年9月6日部授食字第1021950329號公告修正

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件

層析管柱：RP-select B，5 μm ，內徑 4.0 mm \times 25 cm。

紫外光檢出器：波長283 nm。

移動相溶液：依2.5節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為0.02 ppm。