

食品中殘留農藥檢驗方法－殺蟎劑芬普蟎之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food-

Test of Fenpyroximate, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於茶類、果菜類、柑桔類及小漿果類中芬普蟎 (fenpyroximate; *tert*-butyl(*E*)- α -(1,3-dimethyl-5-phenoxyprazol-4-ylmethyleneamino-oxy)-*p*-toluate) 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：具有波長 258 nm 之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：Thermo Quest C18, 5 μ m, 內徑 4.6 mm \times 25 cm 及 Merck RP18e, 4.6 mm \times 10 cm, 或同級品。
 - 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)。
 - 2.1.5. 固相真空萃取裝置 (Solid phase extraction vacuum manifold)。
 - 2.2. 試藥：乙腈及甲醇採用液相層析級；芬普蟎對照用標準品。
 - 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：300 mL。
 - 2.3.4. C18 固相萃取匣 (C18 cartridge for solid phase extraction)：6 mL, 1000 mg。
 - 2.3.5. 濾膜：孔徑 0.45 μ m, Nylon 材質。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：

乙腈與水以 75：25 (v/v) 比例混合後，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取芬普蟎對照用標準品約 10 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至 0.05 ~ 2.00 µg/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

取切碎之檢體約 10 g，精確稱定，置於攪拌均質器內（茶類則取磨成粉末之檢體約 1 g，精確稱定，置於攪拌均質器中，加水 5 mL，靜置 30 分鐘），加入乙腈 50 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，以乙腈 50 mL 洗容器及殘渣，同樣操作過濾，合併濾液，置於濃縮瓶中，於 40°C 以下水浴減壓濃縮至無乙腈。殘留物以甲醇：水（1：9, v/v）溶液 10 mL 分次溶解，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

取 2.6.1 節供淨化用之溶液，注入預以甲醇 10 mL 及水 10 mL 潤洗之 C18 固相萃取匣，再以甲醇：水（7：3, v/v）溶液 10 mL 沖洗，棄流出液。抽乾後，以甲醇 10 mL 分次沖提，收集沖提液於濃縮瓶中，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至乾，再以乙腈溶解並定容至 5 mL，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 20 µL，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，並依下列計算式求出檢體中芬普蟎之含量（ppm）：

$$\text{檢體中芬普蟎之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中芬普蟎之濃度（µg/mL）

V：檢體最後經定容之體積（mL）

M：取樣分析檢體之重量（g）

液相層析儀測定條件：

紫外光檢出器：波長 258 nm

層析管：Thermo Quest C18（茶類、果菜類及小漿果類）

Thermo Quest C18 串聯 Merck RP18e (柑桔類)

移動相溶液：依 2.4 節所調製之溶液

移動相流速：1.0 mL/min

- 備註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量茶類為 0.3 ppm，果菜類、柑桔類及小漿果類均為 0.02 ppm。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。
3. 以本檢驗方法檢出農藥時，應利用 LC/MS 等進行確認。