

食品中殘留農藥檢驗方法殺蟲劑亞烈寧之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods —Test of Allethrin, an Insecticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蕈菜類中亞烈寧[allethrin; (RS)-3-allyl-2-methyl-4-oxocyclopent-2-enyl]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 0.83mm，內徑 0.53mm×30 m，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)。
 - 2.2. 試藥：丙酮、石油醚採用殘量級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；亞烈寧對照用標準品。
 - 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. 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：300 mL。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

稱取亞烈寧對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至 100mL，作為標準原液，使用時再以正己烷稀釋，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：

將檢體細切，以均質機均質後，取約 10 g，精確稱定，加丙酮：石油醚 (1：2) 溶液 80mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以丙酮：石油醚 (1：2) 溶液 50mL 洗容器及殘渣，合併濾液，將濾液倒入分液漏斗中，加入 2%食鹽水 100mL，振搖一分鐘，棄水層，有機層再加 2%食鹽水 100mL，振搖 30 秒，靜置分層，有機溶媒層經無水硫酸鈉脫水後，收集於濃縮瓶，於 35 °C 水浴減壓濃縮至乾，以石油醚溶洗濃縮瓶，定容至 10mL，取 1mL 以氮氣吹乾，再以正己烷定容至 10mL，供作檢液。
 - 2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 1mL，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別

之，並依標準曲線求出檢體中亞烈寧之含量 (ppm) ：

$$\text{檢體中亞烈寧含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中亞烈寧之濃度 (mg/mL)

V：檢體最後經定容之體積 (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：200°C。

檢出器溫度：300°C。

注入器溫度：250°C。

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min。

輔助氣體氮氣流速：20 mL/min。

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.05 ppm。

食品中殘留農藥檢驗方法—殺 劑西脫 之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods —Test of Benzoximate, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於柑橘類中西脫 (benzoximate; 3-chloro- α -ethoxyimino-2,6-dimethoxybenzyl benzoate) 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 235nm 波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2. 層析管：RP-18, 5mm, 內徑 4.0mm×25cm 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)。

2.2. 試藥：二氯甲烷採用殘量級或液相層析級；甲醇、乙腈採用液相層析級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；西脫 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.分液漏斗：250 mL。

2.3.4.矽酸鎂固相萃取匣 (Florisil cartridge for solid phase extraction)：1000 mg。

2.3.5.濃縮瓶：250 mL、500 mL。

2.3.6.濾膜：孔徑 0.45 mm，nylon 材質。

2.4.移動相溶液之調製：

乙腈與去離子水以 60:40 (v/v) 之比例混勻後以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

2.5.標準溶液之配製：

稱取西脫蟎對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以甲醇稀釋，供作標準溶液。

2.6.檢液之調製：

2.6.1.萃取：

將檢體細切，以均質機均質後，取約 10 g，精確稱定，加去離子水 30 mL 及甲醇 80 mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以甲醇 50 mL 洗容器及殘渣，合併濾液，於 35°C 水浴減壓濃縮至約 50 mL，倒入分液漏斗，加 5 % 食鹽水 50 mL，分別以二氯甲烷 70 mL 及 50 mL，振搖萃取二分鐘，靜置分層，有機溶媒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，以二氯甲烷溶洗濃縮瓶，並定容至 5 mL，供作淨化用。

2.6.2.淨化：

取 2.6.1.節之二氯甲烷淨化用液 2 mL，注入預經二氯甲烷 10 mL 潤洗過之矽酸鎂固相萃取匣，以二氯甲烷 15 mL 分次沖提，沖提液於 35°C 水浴減壓濃縮至乾，以甲醇溶解後定容至 2 mL，經濾膜過濾後，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 mL，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，並依標準曲線求出檢體中西脫蟎之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中西脫蟎含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中西脫蟎之濃度 (mg/mL)

V：檢體淨化前定容之體積 (mL)

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-18，5 mm，內徑 4.0 mm×25 cm。

紫外光檢出器：波長 235 nm。

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：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.05 ppm。