

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑百速隆之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods-

Test of Pyrazosulfuron-ethyl, a Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米類中百速隆(pyrazosulfuron-ethyl)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：光二極體列陣檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 粉碎機(Grinder)。
 - 2.1.3. 均質機(Homogenizer)。
 - 2.1.4. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.5. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：甲醇、乙腈、丙酮及正己烷均採用液相層析級；醋酸採用試藥特級；百速隆對照用標準品。
 - 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 8 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：150 mL、500 mL，褐色。
 - 2.3.4. 容量瓶：10 mL 等，褐色。
 - 2.3.5. 濃縮瓶：500 mL，褐色。
 - 2.3.6. 固相萃取匣(Cartridge for solid phase extraction)：Sep-Pak C18，1.0 g，6.0 mL 或同級品。
 - 2.3.7. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction manifolds)。
 - 2.3.8. 濾膜：孔徑 0.22 及 0.45 μm ，Nylon 材質。
 - 2.4. 5%醋酸溶液之調製：

量取醋酸 50 mL 加去離子水使成 1 L。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：

乙腈：5%醋酸溶液以 45：55 (v/v)之比例混勻，以 0.45 μm 濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 正己烷飽和之乙腈溶液之調製：

量取乙腈 200 mL 置於分液漏斗中，加正己烷 200 mL，振盪混合 1 分鐘，靜置 10 分鐘使分層，取下層液備用。

2.7. 乙腈飽和之正己烷溶液之調製：

量取乙腈 200 mL 置於分液漏斗中，加正己烷 200 mL，振盪混合 1 分鐘，靜置 10 分鐘使分層，取上層液備用。

2.8. 標準溶液之配製：

取百速隆對照用標準品約 10 mg，精確稱定，置於褐色容量瓶中，以乙腈溶解，並定容至 10 mL，貯存於-18°C，供作標準原液。使用時回溫後再以乙腈稀釋至 0.4~10.0 µg/mL，供作標準溶液。

2.9. 檢液之調製：

2.9.1. 萃取：

將檢體以粉碎機粉碎後，取約 10 g，精確稱定，置於均質機中，加入水 10 mL，靜置 20 分鐘，加入丙酮 40 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，殘渣分別以丙酮 30 mL 洗滌二次，合併濾液。置於濃縮瓶中，於 40°C 水浴減壓濃縮至乾，以正己烷飽和之乙腈溶液 20 mL 溶解殘留物，再以正己烷飽和之乙腈溶液 10 mL 分次溶洗濃縮瓶，合併濾液，移入分液漏斗，以每次乙腈飽和之正己烷溶液 30 mL 萃取 2 次，每次振盪 1 分鐘，收集下層液，置於濃縮瓶中，於 40°C 水浴減壓濃縮至乾，殘留物以去離子水 5 mL 溶解，供淨化用。

2.9.2. 淨化：

將 2.9.1 節供淨化用之溶液注入預先以甲醇 5 mL 潤濕，再以去離子水 5 mL 潤洗之固相萃取匣中，以去離子水 5 mL 沖洗固相萃取匣，棄流出液，並抽乾固相萃取匣中之水分，再以甲醇 2 mL 沖提，收集沖提液，以氮氣吹乾，殘留物以乙腈溶解並定容至 1 mL，以 0.22 mm 濾膜過濾，供作檢液。

2.10. 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百速隆之含量(ppm)：

$$\text{檢體中百速隆之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中百速隆之濃度(μg/mL)

V：檢體經淨化後定容之體積(mL).3

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體列陣檢出器：波長 240 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。

附註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為 0.04 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/MS 等進行確認。