82年7月19日衛署食字第8246569號公告
102年9月6日部授食字第1021950329號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法——有機磷劑巴賽松之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods ——— Test of Phoxim, an Organophosphorous Pesticide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於米類中巴賽松(Phoxim)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280 nm波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2.層析管：RP-18, 5 μm, 內徑4 mm X 25 cm。

2.1.2.攪拌均質器(Blender)。

2.1.3.振盪器。

2.1.4.減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2.試藥：氯仿、乙腈、正己烷均採用液相層析級，乙酸乙酯、無水硫酸鈉、氯化鈉均採用試藥特級，巴賽松對照用標準品。

2.3.器具及材料：

2.3.1.廣口瓶：容量為500 mL, PE材質。

2.3.2.抽氣瓶：容量為500 mL。

2.3.3.別氏布式漏斗(Büchner funnel)：直徑12 cm。

2.3.4.矽膠過濾層析管柱(Sep-Pak Silica Cartridge)、矽藻土過濾層析管柱(Sep-Pak Florisil Cartridge)。

2.3.5.濃縮瓶：100 mL, 250 mL及500 mL。

2.3.6.濾膜：孔徑0.45 μm, Polyvinylidene difluoride材質。

2.4.移動相溶液之調製：

乙腈與去離子水以65:35(v/v)之比例混勻後以濾膜過濾，取濾液作移動相溶液。

2.5.標準溶液之配製：

稱取巴賽松對照用標準品約100 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容為10 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋成0.2 ~ 2.0 μg/mL，做作標準溶液。

2.6.檢液之調製：

2.6.1.萃取：

檢體以攪拌均質器均質後，精確稱取20 g置於廣口瓶中，加入氯仿100 mL，振盪3-5分鐘，抽氣過濾，並以氯仿100 mL分次洗廣口瓶及殘渣，合併濾液

於濃縮瓶中，以35°C水浴減壓濃縮至約5～10 mL。將濃縮液移入分液漏斗，再以氯仿40～45 mL分三次洗濃縮瓶，倒入分液漏斗內，並加入飽和食鹽水10 mL、水100 mL，振盪2分鐘，靜置分層，取氯仿層經無水硫酸鈉脫水後，收集於濃縮瓶，以35°C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷定容至5 mL，供作淨化用。

2.6.2.淨化：

取2.6.1.節之正己烷定容液2 mL，注入業經乙酸乙酯：正己烷(1:9, v/v)溶液5 mL及正己烷5 mL潤溼過之串聯矽膠、矽藻土過濾層析管柱，丟棄流出液，以正己烷10 mL沖洗，再以乙酸乙酯：正己烷(1:9, v/v)溶液10 mL沖提，於35°C水浴減壓濃縮至剛乾，以乙腈溶解並定容至2 mL，供作檢液。

2.7.鑑別及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2 μL，分別注入高效液相層析儀中，參照下述層析條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之巴賽松標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中巴賽松含量(ppm)：

$$\text{檢體中巴賽松含量(ppm)} = \frac{C.V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中巴賽松之含量(ppm)。

V：檢體經抽取後淨化前之定量體積(5 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(20 g)。

高效液相層析測定條件：

層析管：RP-18, 5 μm, 內徑4 mm X 25 cm。

移動相溶液：依2.4.節所調製之溶液。

移動相流速：0.8 mL/min。

紫外光檢出器：波長280 nm。

備註：最低檢出量為0.01 ppm。

91 年 8 月 30 日衛署藥檢字第 0910054202 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺蟎劑芬硫克之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods— Test of Fenothiocarb, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類中芬硫克(fenothiocarb; S-4-phenoxybutyl dimethylthiocarbamate)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：氮磷檢出器(nitrogen phosphorous detector, NPD)。

2.1.1.2.層析管：CP-Sil 8CB毛細管，內徑0.53 mm × 30 m，內膜厚度0.83 μm，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、甲醇、正己烷、二氯甲烷及乙酸乙酯採用殘量級；鹽酸及無水硫酸鈉採用化學試藥特級；芬硫克對照用標準品。

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：500 mL。

2.3.4.濃縮瓶：300 mL。

2.3.5.矽膠固相萃取匣(Silica gel cartridge for solid phase extraction)：1000 mg，6 mL。

2.4.標準溶液之配製：

取芬硫克對照用標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋，供作標準溶液。

2.5.檢液之調製：

2.5.1.萃取：

取切碎之檢體約50 g，精確稱定，加甲醇：水(3:1, v/v)溶液80 mL，均質一分鐘，抽氣過濾，並以甲醇：水(3:1, v/v)溶液洗容器及殘渣，合併濾液，於40℃水浴減壓濃縮至原體積之1/2至1/3，以6N鹽酸溶液調整pH值為2至3之間。移入分液漏斗，以二氯甲烷100 mL洗濃縮瓶，併入分液漏斗中，振盪萃取一分鐘，靜置分層，收集二氯甲烷層，水層再加二氯甲烷50 mL，

振盪萃取一分鐘，靜置分層，合併收集二氯甲烷層，以無水硫酸鈉脫水，於40℃水浴減壓濃縮至乾，以乙酸乙酯溶解並定容至5 mL，供淨化用。

2.5.2.淨化：

取2.5.1節之乙酸乙酯定容液0.5 mL，加正己烷9.5 mL，混合均勻，注入先經正己烷5 mL潤洗過之矽膠固相萃取匣，以正己烷：乙酸乙酯(2:8, v/v)溶液10 mL沖提，收集沖提液，以氮氣吹乾，再以丙酮溶解並定容至0.5 mL，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芬硫克之含量(ppm)：

$$\text{檢體中芬硫克之含量(ppm)} = \frac{10 \times C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中芬硫克之濃度(μg/mL)

V：檢體淨化後定容之體積(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：初溫：110℃, 1 min。

終溫：260℃, 5 min。

溫度上升速率：10℃/min。

檢出器溫度：280℃。

注入器溫度：250℃。

移動相氣體氮氣流速：5 mL/min。

輔助相氣體氮氣流速：25 mL/min。

燃燒用氣體氫氣流速：3.5 mL/min。

助燃用氣體空氣流速：100 mL/min。

備註：1.本檢驗方法之最低檢出限量為0.1 ppm。

2.食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

92年7月25日署授食字第0929214751號公告訂定
102年9月6日部授食字第1021950329號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法－殺蟎劑阿納寧之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food – Test of Acrinathrin, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於茶類作物中阿納寧（acrinathrin；(*S*)-α-cyano-3-phenoxybenzyl (*Z*)-(1*R*,3*S*)-2,2-dimethyl-3-[2-(2,2,2-trifluoro-1-trifluoromethylethoxycarbonyl)vinyl]cyclopropanecarboxylate）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 × 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；氯化鈉及無水硫酸鈉均採用化學試藥特級；阿納寧對照用標準品。
   2.3. 器具及材料：
      2.3.1. 抽氣瓶：250 mL。
      2.3.2. 布赫納漏斗（Buchner funnel）：直徑 11 cm。
      2.3.3. 共栓量筒：500 mL。
      2.3.4. 分液漏斗：125 mL。
      2.3.5. 濃縮瓶：300 mL。
      2.3.6. 矽膠固相萃取匣（Silica gel cartridge）：6 mL, 1000 mg。
   2.4. 標準溶液之配製：
      取阿納寧對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋至 0.05 ~ 4.0 μg/mL，供作標準溶液。
   2.5. 檢液之調製：
      2.5.1. 茶粉(註)：

2.5.1.1. 萃取：

取檢體約1 g，精確稱定，置於攪拌均質器中，加入去離子水3 mL，靜置30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，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液於濃縮瓶中，於40℃以下減壓濃縮至無丙酮，加入5%氯化鈉溶液25 mL，振盪後倒入分液漏斗，再每次以乙酸乙酯20 mL萃取二次，每次振盪1分鐘，收集乙酸乙酯層，加入無水硫酸鈉15 g脫水過濾後，於40℃以下減壓濃縮至乾，殘留物以正己烷：乙醚（3:1, v/v）溶液15 mL分次溶解，供淨化用。

2.5.1.2. 淨化：

取2.5.1.1.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，收集流出液於試管中，以氮氣吹乾，再以丙酮溶解並定容至5 mL，供作檢液。

註：茶粉是指類似抹茶之類。

2.5.2. 茶(註)：

取茶乾(註)檢體約6 g，精確稱定，置於攪拌均質器中，加入沸水360 mL，靜置30分鐘後，以玻璃棉過濾茶渣，濾液移入共栓量筒中，以去離子水定容至360 mL。取其45 mL置於分液漏斗中，加入5%氯化鈉溶液25 mL，混合均勻，再每次以乙酸乙酯50 mL萃取二次，每次振盪1分鐘，收集乙酸乙酯層，以無水硫酸鈉20 g脫水過濾，濾液於40℃以下減壓濃縮至乾，殘留物以丙酮溶解並定容至5 mL，供作檢液。

註：茶是指茶水，茶乾是指茶葉。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各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阿納寧之含量（ppm）：

$$\text{檢體中阿納寧之含量（ppm）} = \frac{C \times V \times F}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中阿納寧之濃度（μg/mL）

V：檢體經淨化後定容之體積（mL）

M：取樣分析檢體之重量（g）

F：稀釋係數，茶粉之 F 為 1，茶之 F 為 8

氣相層析測定條件：

層析管溫度：240℃

檢出器溫度：300℃

注入器溫度：260℃

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 0.1 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。

94 年 4 月 27 日署授食字第 0949411206 號公告訂定
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺蟎劑芬佈賜之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Food— Test of Fenbutatin oxide, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於乾豆類、柑橘類及梨果類中芬佈賜(fenbutatin oxide; bis[tris(2-methyl-2-phenylpropyl)tin] oxide)之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析質譜分析法 (gas chromatography/mass spectrometry, GC/MS)。

2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析質譜儀：

2.1.1.1. 檢出器：質譜選擇性檢出器 (mass selective detector, MSD)

2.1.1.2. 層析管：Rtx-5 毛細管，內膜厚度 0.25 μm，內徑 0.25 mm × 30 m，或同級品。

2.1.2. 粉碎機 (Grinder)。

2.1.3. 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：丙酮及乙醚採用殘量級；乙酸乙酯及正己烷採用液相層析級；3M乙基溴化鎂之乙醚溶液 (註)、醋酸、硫酸、氯化鈉及無水硫酸鈉採用化學試藥特級；芬佈賜對照用標準品。

註：3M乙基溴化鎂之乙醚溶液為格林納試劑，與水接觸反應激烈會產生易燃氣體，操作時應特別注意。

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：100 mL、500 mL。

2.3.4. 濃縮瓶：250 mL、500 mL。

2.3.5. 矽酸鎂固相萃取匣 (Florisil cartridge for solid phase extraction)：1000 mg，6 mL。

2.4. 標準溶液之配製：

取對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以 1%醋酸之乙酸乙酯溶液溶

解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以正己烷稀釋至 0.5~10.0 μg/mL，供作標準溶液。

2.5. 衍生化反應：

分別取2.4節標準溶液1 mL，加入3M乙基溴化鎂之乙醚溶液1 mL進行衍生化，室溫下靜置20分鐘，依序緩慢加入0.5N硫酸溶液10 mL及去離子水10 mL，移入分液漏斗，以正己烷10 mL振盪萃取兩次，每次2分鐘，合併有機溶媒層，以無水硫酸鈉脫水，於35℃以下水浴減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至1 mL，供氣相層析質譜分析。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

取均質後之檢體約5 g，精確稱定 (乾豆類檢體粉碎成420 μm以下之粉末，加去離子水20 mL，靜置30分鐘)，加入1%醋酸之丙酮溶液100 mL，振搖萃取3分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶，以1%醋酸之丙酮溶液50 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35℃以下水浴減壓濃縮至無有機溶媒，移至分液漏斗中，加入10%氯化鈉溶液200 mL，以正己烷100 mL振盪萃取1分鐘，收集正己烷層，水層再以正己烷50 mL振盪萃取1分鐘，合併正己烷層，以無水硫酸鈉脫水，於35℃以下水浴減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至5 mL，取1 mL依2.5節衍生化反應後，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潤洗之矽酸鎂固相萃取匣，以乙醚：正己烷 (1：99, v/v)溶液15 mL分次沖提，收集沖提液於濃縮瓶中，於35℃以下水浴減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至2 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，分別注入氣相層析質譜儀中，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及質譜圖比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中芬佈賜之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中芬佈賜含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M} \times 5$$

C：由標準曲線求得檢液中芬佈賜之濃度 (μg/mL)

V：檢體經淨化後定容之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

氣相層析質譜分析測定條件：

層析管溫度：初溫：150℃，2 min

升溫速率：10℃/min

終溫：280℃，10 min

介面溫度：280℃

注入器溫度：250℃

離子化模式：電子撞擊

電子游離能：70 eV

偵測模式：選擇性離子偵測模式 (selective ion monitoring, SIM)，以 m/z 415 為定量離子，m/z 197 及 m/z 519 為定性特徵離子。

附註：

1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.05 ppm。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

87 年 10 月 26 日衛署食字第 87058350 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑達有龍之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods — Test of Diuron, a Herbicide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類、大漿果類、甘蔗及茶葉中達有龍[diuron; 3-(3, 4-dichlorophenyl)-1, 1-dimethylurea]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 254 nm 波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2.層析管：RP-18, 5μm, 內徑 4.0 mm × 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：丙酮、正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯採用殘量級；甲醇採用液相層析級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；達有龍對照用標準品。

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.矽酸鎂過濾層析匣(Sep-Pak Florisil cartridge)： 900 mg 。

2.3.5.濃縮瓶： 250 mL 、 500 mL 。

2.3.6.濾膜：孔徑 0.45 μm ， nylon 材質。

2.4.移動相溶液之調製：

2.4.1.柑桔類、大漿果類及甘蔗

甲醇與去離子水以 55:45 (v/v)之比例混勻後以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

2.4.2.茶葉

甲醇與去離子水以 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。

2.5.標準溶液之配製：

稱取達有龍對照用標準品約 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至 0.2~1.8 μg /mL ，供作標準溶液。

2.6.檢液之調製：

2.6.1.萃取：

2.6.1.1.柑桔類及大漿果類

將檢體細切，以均質機均質後，取約20 g，精確稱定，加水20 mL及甲醇100 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45℃水浴減壓濃縮至約50 mL，加5%氯化鈉溶液50 mL於濃縮瓶，充分振盪後倒入分液漏斗，並以甲醇20 mL及正己烷50 mL分次洗濃縮瓶倒入分液漏斗中，振搖二分鐘，棄正己烷層，再以二氯甲烷萃取二次，每次70 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℃水浴減壓濃縮至約1~2 mL，以二氯甲烷定容至5 mL，供作淨化用。

2.6.1.2.甘蔗

將檢體細切，以均質機均質後，取約20 g，精確稱定，加水40 mL及丙酮100 mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以丙酮50 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35℃水浴減壓濃縮至約50 mL，加5%氯化鈉溶液50 mL於濃縮瓶，充分振盪後倒入分液漏斗，並以丙酮20 mL分次洗濃縮瓶倒入分液漏斗中，以二氯甲烷萃取二次，每次70 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℃水浴減壓濃縮至約1~2 mL，以二氯甲烷定容至5 mL，供作淨化用。

2.6.1.3.茶葉

將檢體以均質機均質後，取約10 g，精確稱定，加入正己烷：乙酸乙酯(7:3)溶液100 mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以正己烷：乙酸乙酯(7:3)溶液50 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35℃水浴減壓濃縮至乾，以正己烷：乙酸乙酯(9:1)溶液溶解後定容至10 mL，供作淨化用。

2.6.2.淨化：

2.6.2.1.柑桔類、大漿果類及甘蔗

取2.6.1.1.及2.6.1.2.節之二氯甲烷定容液2 mL，注入業經二氯甲烷5 mL潤洗過之矽酸鎂過濾層析匣，以5%丙酮之二氯甲烷溶液25 mL沖提，沖提液於35℃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。

2.6.2.2.茶葉

取2.6.1.3.節之正己烷：乙酸乙酯(9:1)溶液之定容液2 mL，注入業經正己烷：乙酸乙酯(9:1)溶液5 mL潤洗過之矽酸鎂過濾層析匣，以正己烷：乙酸乙酯(9:1)溶液15 mL沖洗，再以正己烷：乙酸乙酯(7:3)溶液25 mL沖提，沖提液於35℃水浴減壓濃縮至乾，以二氯甲烷4 mL分次溶解殘渣後，注入另一業經二氯甲烷5 mL潤洗過之矽酸鎂過濾層析匣，以5%丙酮之

二氯甲烷溶液25 mL沖提，沖提液於35℃水浴減壓濃縮至乾，以甲醇溶解後定容至1 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 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，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中達有龍之含量(ppm)：

$$\text{檢體中達有龍含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M} \times F$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中達有龍之濃度 (μg /mL)

V：檢體最後經淨化定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：柑桔類、大漿果類及甘蔗為2.5，茶葉為5。

高效液相層析測定條件

層析管柱：RP-18 ，5 μm ，內徑 4.0 mm × 25 cm 。

紫外光檢出器：波長254 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0.02 ppm(柑桔類、大漿果類及甘蔗)及0.05 ppm(茶葉)。

87 年 10 月 26 日衛署食字第 87058350 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑理有龍之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods — Test of Linuron, a Herbicide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於根菜類、乾豆類及茶葉中理有龍[linuron; 3-(3, 4-dichlorophenyl)-1-methoxy-1-methylurea]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 254 nm 波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2.層析管：RP-18, 5μm, 內徑 4.0 mm × 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、二氯甲烷、乙醚採用殘量級；甲醇採用液相層析級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；理有龍對照用標準品。

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.矽酸鎂過濾層析匣(Sep-Pak Florisil cartridge)：900 mg。

2.3.5.濃縮瓶：250 mL、500 mL。

2.3.6.濾膜：孔徑 0.45 μm，nylon 材質。

2.4.移動相溶液之調製：

甲醇與去離子水以 65:35 (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：

稱取理有龍對照用標準品約 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至 0.2~1.8 μg/mL，供作標準溶液。

2.6.檢液之調製：

2.6.1.萃取：

2.6.1.1.根菜類及乾豆類

將根菜類檢體細切，以均質機均質，乾豆類檢體則磨成粉狀，取約20 g，精確稱定，加甲醇80 mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以甲醇30 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35℃水浴減壓濃縮至約50 mL，加10%氯化鈉溶液30 mL於濃縮瓶，

充分振盪後倒入分液漏斗，並以正己烷30 mL洗濃縮瓶倒入分液漏斗中，振搖二分鐘，棄正己烷層，再以二氯甲烷萃取二次，每次70 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℃水浴減壓濃縮至約1~2 mL，以正己烷：乙醚(1:1)溶液定容至5 mL，供作淨化用。

2.6.1.2.茶葉

將檢體以均質機均質後，取約10 g，精確稱定，加入正己烷：乙醚(1:1)溶液100 mL，振搖五分鐘，抽氣過濾，並以正己烷：乙醚(1:1)溶液30 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35℃水浴減壓濃縮至約2 mL，以正己烷：乙醚(1:1)溶液溶解後定容至5 mL，供作淨化用。

2.6.2.淨化：

取2.6.1.節之正己烷：乙醚(1:1)溶液之定容液1 mL，注入業經正己烷5 mL潤洗過之矽酸鎂過濾層析匣，以正己烷：乙醚(99:1)溶液10 mL沖洗，再以正己烷：乙醚(3:7)溶液25 mL沖提，沖提液於35℃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 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，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中理有龍之含量(ppm)：

$$\text{檢體中理有龍含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M} \times 5$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中理有龍之濃度 (μg /mL)

V：檢體最後經淨化定容之體積(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 μm ，內徑 4.0 mm × 25 cm 。

紫外光檢出器：波長254 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。

91 年 8 月 30 日衛署藥檢字第 0910054202 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法-殺菌劑依滅列之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods-Test of Imazalil, a Fungicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於小葉菜類、包葉菜類、瓜果類、核果類、柑桔類及雜糧類中依滅列（imazalil；1-[2-(2,4-dichlorophenyl)-2-(2-propenyloxy)ethyl]-1H-imidazole）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 225 nm 波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2.層析管：Inertsil ODS-3， 5 μm，內徑 4.6 mm × 15 cm，或同級品。

2.1.2.振盪器(Shaker)。

2.1.3.固相真空萃取槽(Solid phase extraction vacuum manifolds)。

2.1.4.攪拌均質器（Blender）：適用於有機溶媒者。

2.1.5.減壓濃縮裝置（Rotary evaporator）。

2.2.試藥：醋酸乙酯及無水硫酸鈉採用殘量級，乙腈及甲醇採用液相層析級，磷酸、磷酸二氫鉀及磷酸氫二鉀採用化學試藥特級，依滅列對照用標準品。

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：250 mL。

2.3.4.Bond Elut PRS 固相萃取匣（Bond Elut PRS cartridge）：500 mg，3 mL，或同級品。。

2.3.5.Bond Elut C18 固相萃取匣(Bond Elut C18 cartridge)：500 mg，3 mL，或同級品。。

2.3.6.濾膜：孔徑 0.45 μm，nylon 材質。

2.4.磷酸二氫鉀溶液之調製：

稱取磷酸二氫鉀 1.36 g，溶於水中使成 1L，以磷酸調 pH 至 2.5。

2.5.移動相溶液之調製：

乙腈與磷酸二氫鉀溶液以 35：65（v/v）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：

取依滅列對照用標準品約 50 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以移動相溶液稀釋，供作標準溶液。

2.7.檢液之調製：

2.7.1.萃取：

2.7.1.1 小葉菜類、包葉菜類、瓜果類、核果類及柑桔類：

將檢體置於攪拌均質器均質後，取約 20 g，精確稱定，加入磷酸氫二鉀 1.5 g 及醋酸乙酯 30 mL，振盪萃取 10 分鐘，倒入附有濾紙且上鋪無水硫酸鈉 20 g 之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，殘渣再以醋酸乙酯 20 mL，同樣操作二次，合併濾液。於 40℃水浴減壓濃縮至約 10 mL，供淨化用。

2.7.1.2.雜糧類：

將檢體置於攪拌均質器均質後，取約 50 g，精確稱定（若為乾燥檢體，則以水潤濕，靜置半小時），加入磷酸氫二鉀 1.5 g 及醋酸乙酯 60 mL，以振盪萃取 10 分鐘，倒入附有濾紙且上鋪無水硫酸鈉 20 g 之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，殘渣再以醋酸乙酯 40 mL，同樣操作二次，合併濾液。於 40℃水浴減壓濃縮至約 10 mL，供淨化用。

2.7.2.淨化：

Bond Elut C18 固相萃取匣以甲醇 10 mL 及醋酸乙酯 10 mL 潤濕活化；Bond Elut PRS 固相萃取匣以水 10 mL 及甲醇

10 mL 潤濕活化，串聯此二固相萃取匣（Bond Elut C18 固相萃取匣在上，Bond Elut PRS 固相萃取匣在下）。取 2.7.1. 節供淨化用溶液以 1 mL/min 流速注入串聯之固相萃取匣，以醋酸乙酯 5 mL 沖洗，棄流出液。取下 Bond Elut C18 固相萃取匣，再以甲醇 10 mL 及水 10 mL 沖洗 Bond Elut PRS 固相萃取匣，棄流出液，續以移動相溶液 10 mL 沖提，收集沖提液於 10 mL 容量瓶中，以移動相溶液定容，供作檢液。

2.8. 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依滅列之含量（ppm）：

$$\text{檢體中依滅列含量（ppm）} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中依滅列之濃度（μg/mL）

V：檢體經淨化後定容之體積（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：Inertsil ODS-3, 5 μm, 內徑 4.6 mm × 15 cm

紫外光檢出器：波長 225 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：1.本檢驗方法之最低檢出限量為 0.03 ppm。

2.食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

91 年 8 月 30 日衛署藥檢字第 0910054202 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺菌劑扶吉胺之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods— Test of Fluazinam, an Acaricide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類及梨果類中扶吉胺(fluazinam; 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α , α , α -2,6-dinitro-*p*-toluidine)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，內徑0.53 mm × 30 m，內膜厚度0.83 μm，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：甲醇、正己烷及乙醚採用殘量級；冰醋酸、鹽酸及無水硫酸鈉採用化學試藥特級；扶吉胺對照用標準品。

2.3.器具及材料：

2.3.1.濃縮瓶：500 mL。

2.3.2.布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑11 cm。

2.3.3.抽氣瓶：500 mL。

2.3.4.分液漏斗：500 mL。

2.3.5.矽酸鎂固相萃取匣(Florisil cartridge for solid phase extraction)：1000 mg，6 mL。

2.4.標準溶液之配製：

取扶吉胺對照用標準品約100 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至100 mL，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：

2.5.1.萃取：

取切碎之檢體約20 g，精確稱定，加甲醇150 mL，再加冰醋酸2 mL，混合均勻，均質一分鐘，抽氣過濾，並以甲醇洗容器及殘渣，合併濾液於分液漏斗，加入0.2N鹽酸溶液150 mL及正己烷100 mL，振盪萃取一分鐘，靜置分層，收集正己烷層，水層再加正己烷50 mL，振盪萃取一分鐘，靜置分層，合併收集正己烷層，以無水硫酸鈉脫水，於40℃水浴減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至1 mL，供淨化用。

2.5.2.淨化：

取2.5.1節之正己烷定容液0.25 mL，注入先經正己烷5 mL潤洗過之矽酸鎂固相萃取匣，以正己烷10 mL沖洗，棄流出液，續以20%乙醚之正己烷溶液20 mL沖提，收集沖提液，以氮氣吹乾，再以正己烷溶解並定容至1 mL，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扶吉胺之含量(ppm)：

$$\text{檢體中扶吉胺之含量(ppm)} = \frac{4 \times C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中扶吉胺之濃度(μg/mL)

V：檢體淨化後定容之體積(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：220℃。

檢出器溫度：280℃。

注入器溫度：250℃。

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min。

輔助相氣體氮氣流速：50 mL/min。

備註：1.本檢驗方法之最低檢出限量為0.02 ppm。

2.食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

92 年 8 月 12 日署授食字第 0929216152 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑草滅淨之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Food— Test of Simazine, a Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於甘蔗類中草滅淨（simazine; 2-chloro-4,6-bis(ethylamino)-1,3,5-triazine）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 230 nm 波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2.層析管：Polaris C18，5 μm，內徑 4.6 mm × 25 cm，或同級品。

2.1.2.攪拌均質器 (Blender)。

2.1.3.減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。

2.2.試藥：醋酸及醋酸鈉採用試藥特級；二氯甲烷採用殘量級；C18 吸附劑採用 EnvirElut 1664 (silica based，18% carbon loading，40 μm) 或同級品；甲醇及乙腈採用液相層析級；草滅淨對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1 研缽：玻璃材質。

2.3.2. 矽酸鎂固相萃取匣 (Florisil cartridge for solid phase extraction)：1 g，20 mL。

2.3.3. 濃縮瓶：100 mL。

2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 μm，nylon 材質。

2.4. 0.02 M 醋酸緩衝溶液之調製：

分別稱取醋酸 1.2 g 及醋酸鈉 1.6 g，各加去離子水使成 1 L，配製成 0.02 M 醋酸溶液與 0.02 M 醋酸鈉溶液。於 0.02 M 醋酸鈉溶液中，加入 0.02 M 醋酸溶液，同時攪拌，將 pH 值調整至 5.0。

2.5. 移動相溶液之調製：

0.02 M 醋酸緩衝溶液與甲醇以 1:1 (v/v)之比例混勻，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取對照用標準品約 10 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至 0.5~5 μg/mL，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

將檢體細切，以攪拌均質器均質後，取均質後之檢體約2 g，精確稱定，置於研缽內，加入C18吸附劑2 g混合成均態分佈，移入預先以二氯甲烷5 mL潤洗過之矽酸鎂固相萃取匣，以二氯甲烷沖提4次，每次5 mL，流速為1~2 mL/min，收集沖提液於濃縮瓶，於35℃以下水浴減壓濃縮至約5 mL，移至試管中，以氮氣吹乾，殘留物以乙腈0.2 mL溶解，經濾膜過濾後，供作檢液。

2.8. 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草滅淨之含量（ppm）：

$$\text{檢體中草滅淨之含量（ppm）} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中草滅淨之濃度（μg/mL）

V：檢體最後定容之體積（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：Polaris C18，5 μm，內徑 4.6 mm ×25 cm

紫外光檢出器：230 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：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為 0.02 ppm。

2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

3. 以本方法檢出農藥時，應再行確認。