

## 食品中殘留農藥檢驗方法—多重殘留分析方法(四)(草案)

### Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Multiresidue Analysis (4)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果類、穀類、乾豆類、茶類、香辛植物及其他草本植物等食品中 100 項農藥多重殘留分析。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
  - 2.1. 裝置：
    - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
      - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
      - 2.1.1.2. 層析管：Atlantis T3，3  $\mu\text{m}$ ，內徑 2.1 mm  $\times$  10 cm，或同級品。
    - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。
    - 2.1.3. 粉碎機(Grinder)
    - 2.1.4. 振盪器(Shaker)。
    - 2.1.5. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
  - 2.2. 試藥：丙酮採用殘留量級；乙酸乙酯、乙腈及甲醇採用液相層析級；醋酸銨及氯化鈉採用化學試藥特級；去離子水(比電阻於 25 $^{\circ}\text{C}$  可達 18  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上)；農藥對照用標準品 3-酮加保扶(3-keto carbofuran)等 100 項(品項見表一及表二)。
  - 2.3. 器具及材料：
    - 2.3.1. 廣口瓶：500 mL，PE 材質。
    - 2.3.2. 抽氣瓶：500 mL。
    - 2.3.3. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑 11 cm。
    - 2.3.4. 液/液萃取匣(Liquid/liquid extraction cartridge)：多孔性矽藻土，Varian Chem Elut cartridge，檢液負荷量 20 mL，或同級品。附流速控制閥。
    - 2.3.5. 濃縮瓶：300 mL。
    - 2.3.6. 濾膜：孔徑 0.22  $\mu\text{m}$ ，Nylon 材質。
    - 2.3.7. 容量瓶：25 mL。
  - 2.4. 移動相溶液之調製：
    - 2.4.1. 移動相溶液 A  
取甲醇 50 mL 與去離子水 450 mL 混合後，加入醋酸銨 0.19 g，溶

解並混合均勻，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液 A。

#### 2.4.2. 移動相溶液 B

取甲醇 450 mL 與去離子水 50 mL 混合後，加入醋酸銨 0.19 g，溶解並混合均勻，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液 B。

#### 2.5. 標準溶液之配製：

取農藥標準品各約 25 mg，精確稱定，以溶劑（環磺隆、凡殺同溶於乙腈；免速隆溶於丙酮；其餘皆溶於甲醇）溶解並定容至 25 mL，作為標準原液，避光於-18°C 貯存備用。各取適量標準原液混合後，以甲醇稀釋至 10 µg/mL，作為混合標準原液。使用時取混合標準原液以甲醇稀釋至 1 µg/mL，作為標準溶液。

#### 2.6. 檢液之調製：

##### 2.6.1. 蔬果類、香辛植物及其他草本植物(鮮食)：

取均質後之檢體約 18 g，精確稱定，置於廣口瓶中，加入丙酮 70 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，再以丙酮 30 mL 重複萃取 1 次，過濾後合併濾液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至無丙酮。將 20% 氯化鈉溶液 2 mL 加入濃縮液中，混合均勻，注入液/液萃取匣，靜置 10 分鐘。以乙酸乙酯 80 mL 分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，流速控制為每分鐘約 3~5 mL，收集沖提液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇溶解並定容至 5 mL (V)，經濾膜過濾後供作檢液原液。取檢液原液 200 µL 與甲醇 800 µL，混合均勻，供作檢液。

##### 2.6.2. 穀類及乾豆類：

取磨粉後之檢體約 9 g，精確稱定，置於廣口瓶中，加去離子水 18 mL，靜置 20 分鐘，加入丙酮 70 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，再以丙酮 30 mL 重複萃取 1 次，過濾後合併濾液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至無丙酮。將 20% 氯化鈉溶液 2 mL 加入濃縮液中，混合均勻，注入液/液萃取匣，靜置 10 分鐘。以乙酸乙酯 80 mL 分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，流速控制為每分鐘約 3~5 mL，收集沖提液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇溶解並定容至 5 mL (V)，經濾膜過濾後供作檢液原液。取檢液原液 200 µL 與甲醇 800 µL，混合均勻，供作檢液。

##### 2.6.3. 茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)：

取磨粉後之檢體約 2 g，精確稱定，置於廣口瓶中，加去離子水 18

mL，靜置 20 分鐘，加入丙酮 70 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，再以丙酮 30 mL 重複萃取 1 次，過濾後合併濾液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至無丙酮。將 20% 氯化鈉溶液 2 mL 加入濃縮液中，混合均勻，注入液/液萃取匣，靜置 10 分鐘。以乙酸乙酯 80 mL 分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，流速控制為每分鐘約 3~5 mL，收集沖提液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇溶解並定容至 5 mL (V)，經濾膜過濾後供作檢液原液。取檢液原液 200  $\mu$ L 與甲醇 800  $\mu$ L，混合均勻，供作檢液。

## 2.7. 鑑別試驗：

精確量取檢液及標準溶液各 10  $\mu$ L，分別注入液相層析串聯質譜儀中，參照下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度<sup>(註)</sup>鑑別之。

液相層析串聯質譜分析測定條件：

移動相溶液：A 液與 B 液以下列條件進行梯度分析。

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 10.0	100 → 0	0 → 100
10.0 → 20.0	0 → 0	100 → 100
20.0 → 20.1	0 → 100	100 → 0
20.1 → 25.0	100 → 100	0 → 0

移動相流速：0.25 mL/min。

毛細管電壓(Capillary voltage)：電灑離子化正離子(ESI<sup>+</sup>)採用 3.2 kV，電灑離子化負離子(ESI<sup>-</sup>)採用 0.6 kV。

離子源溫度(Ion source temperature)：100°C。

溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：350°C。

進樣錐氣體流速(Cone gas flow)：50 L/hr。

溶媒揮散流速(Desolvation flow)：700 L/hr。

偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如表一及表二。

- 註：1. 上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。
2. 相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得(≤100%)。容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 20
> 20 ~ 50	± 25
> 10 ~ 20	± 30
≤ 10	± 50

## 2.8. 含量測定：

### 2.8.1. 基質匹配檢量線法(Matrix-matched calibration curve)

取空白檢體，依 2.6 節調製空白檢液原液，分別量取 200 μL (a)，分別加入 1 μg/mL 標準溶液 5~500 μL，再加入甲醇使成 1000 μL (b)，混合均勻。參照 2.7 節條件進行分析，就定量離子波峰面積與對應之濃度，製作成 0.005~0.5 μg/mL 之基質匹配檢量線，並依下列計算式求得檢體中各農藥之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各農藥之含量(ppm)} = \frac{C \times V \times F}{M}$$

C：由各農藥之基質匹配檢量線求得檢液中各農藥之濃度(μg/mL)

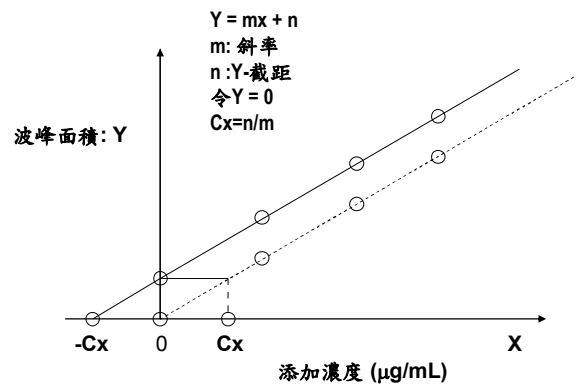
V：檢體定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：稀釋倍數，由 b/a 求得

### 2.8.2. 標準品添加法(Standard addition)：

量取檢液原液 200 μL (a)，分別加入 1 μg/mL 標準溶液 0~400 μL，再加入甲醇使體積為 1000 μL (b)，混合均勻，使添加農藥濃度為 0~0.4 μg/mL。精確量取 10 μL 分別注入液相層析串聯質譜儀中，參照 2.7 節條件進行分析。以添加濃度與定量離子波峰面積製作線性迴歸曲線  $y = mx + n$  (如圖一)，並依下列計算式求得檢體中各農藥之含量(ppm)：



圖一、標準品添加法線性迴歸曲線

$$\text{檢體中各農藥之含量(ppm)} = \frac{C \times V \times F}{M}$$

C: 檢液中各農藥之濃度, 由  $n/m$  求得( $\mu\text{g/mL}$ )

V: 檢體定容之體積(mL)

M: 取樣分析檢體之重量(g)

F: 稀釋倍數, 由  $b/a$  求得

附註:

1. 本檢驗方法除茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)外, 其檢出限量如表一及表二; 茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)之檢出限量則為表列數值之5倍。
2. 食品中有影響檢驗結果之物質時, 應自行探討。

97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表一、3-酮加保扶等94項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(正離子模式)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
1	3-keto carbofuran	3-酮加保扶	236>208	25	10	236>151	25	10	0.01
2	3-OH carbofuran	3-羥基加保扶	238>181	20	10	238>163	20	10	0.01
3	Abamectin	阿巴汀	890.5>567	17	16	890.5>305	17	17	0.01
4	Acetamiprid	亞滅培	223>56	20	15	223>126	20	15	0.01
5	Alachlor	拉草	270>162	10	10	270>238	10	10	0.01
6	Aldicarb	得滅克	208>116	10	8	208>89	10	8	0.01
7	Aldicarb sulfone	得滅克磺	223>76	20	5	223>148	20	5	0.01
8	Aldicarb sulfoxide	得滅克亞磺	207>89	16	10	207>132	16	10	0.01
9	Allethrin	亞烈寧	320>135	10	18	320>93	10	19	0.01
10	Azoxystrobin	亞托敏	404>372	25	15	404>344	25	35	0.01
11	Bendiocarb	免敵克	224>109	20	20	224>81	20	20	0.01
12	Benfuracarb	免扶克	411>190	10	10	411>252	10	10	0.01
13	Bensulfuron-methyl	免速隆	411>149	26	21	411>182	26	20	0.01
14	Bitertanol	比多農	338>269	15	10	338>99	15	10	0.05
15	Boscalid	白克列	343>307	36	18	343>140	36	18	0.01
16	Butachlor	丁基拉草	312>238	15	15	312>162	15	15	0.01
17	Butocarboxim	佈嘉信	213>75	35	15	213>116	35	15	0.01
18	Carbaryl	加保利	202>145	20	20	202>127	20	20	0.01
19	Carbendazim	貝芬替	192>160	30	30	192>132	30	35	0.01
20	Carbofuran	加保扶	222>165	20	10	222>123	20	10	0.01
21	Carbosulfan	丁基加保扶	381>160	20	15	381>118	20	15	0.01

97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表一、3-酮加保扶等94項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(正離子模式)(續)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
22	Clomazone	可滅蹤	240>125	29	20	240>89	29	44	0.01
23	Clothianidin	可尼丁	250>169	20	20	250>132	20	30	0.01
24	Cyazofamid	賽座滅	325>108	15	15	325>261	15	9	0.01
25	Cyclosulfamuron	環磺隆	422>261	24	16	422>218	24	27	0.01
26	Cyproconazole	環克座	292>70	20	25	292>125	20	25	0.01
27	Diclotophos	雙特松	238>112	20	10	238>193	20	10	0.01
28	Dimethomorph	達滅芬	388>301	25	20	388>165	25	25	0.01
29	Diphenamid	大芬滅	240>134	25	25	240>167	25	35	0.01
30	Edifenphos	護粒松	311>111	20	20	311>173	20	20	0.01
31	Etrinfos	益多松	293>265	25	20	293>125	25	20	0.05
32	Famoxadone	凡殺同	392>331	10	12	392>238	10	14	0.01
33	Fenazaquin	芬殺蟎	307>161	20	20	307>57	20	20	0.01
34	Fenobucarb	丁基滅必蝨	208>95	20	10	208>152	20	10	0.01
35	Fenpyroximate	芬普蟎	422>366	20	25	422>135	20	25	0.01
36	Flzasulfuron	伏速隆	408>182	20	15	408>139	20	45	0.01
37	Fluazifop- <i>p</i> -butyl	伏寄普	384>282	34	22	384>328	34	17	0.01
38	Fludioxonil	護汰寧	266>185	13	24	266>158	13	33	0.01
39	Flufenoxuron	氟芬隆	489>158	25	30	489>141	25	30	0.01
40	Flusilazole	護矽得	316>165	25	25	316>247	25	25	0.01
41	Flutolanil	福多寧	324>262	25	20	324>242	25	25	0.01
42	Flutriafol	護汰芬	302>70	20	25	302>123	20	25	0.01
43	Halfenprox	合芬寧	496>183	25	20	496>461	25	10	0.05

97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表一、3-酮加保扶等94項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(正離子模式)(續)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
44	Haloxypop-methyl	甲基合氣氟	376>316	25	18	376>91	25	35	0.01
45	Heptenophos	飛達松	251>127	20	25	251>109	20	25	0.01
46	Hexaflumuron	六伏隆	461>158	25	25	461>141	25	25	0.05
47	Hexythiazox	合賽多	353>228	20	20	353>168	20	20	0.05
48	Imibenconazole	易胺座	413>344	25	15	413>125	25	15	0.05
49	Imidacloprid	益達胺	256>209	25	20	256>175	25	20	0.01
50	Indoxacarb	因得克	528>150	20	30	528>293	20	20	0.01
51	Isazofos	依殺松	314>162	20	20	314>120	20	20	0.01
52	Isofenphos	亞芬松	346>287	10	10	346>245	10	10	0.01
53	Isoprocarb	滅必蝨	194>95	20	10	194>137	20	10	0.01
54	Kresoxim-methyl	克收欣	314>116	15	15	314>131	15	15	0.01
55	Mefenacet	滅芬草	299>148	15	20	299>120	15	20	0.01
56	Mepronil	滅普寧	228>119	35	30	228>91	35	30	0.01
57	Methiocarb	滅賜克	226>121	20	15	226>169	20	15	0.01
58	Metconazole	滅特座	320>70	34	36	320>125	34	36	0.01
59	Methomyl	納乃得	163>88	10	10	163>106	10	10	0.01
60	Metolachlor	莫多草	284>252	20	20	284>176	20	20	0.01
61	Metolcarb	治滅蝨	166>109	15	25	166>94	15	35	0.01
62	Metribuzin	滅必淨	215>187	25	20	215>84	25	20	0.05
63	Molinate	稻得壯	188>126	20	15	188>98	20	30	0.01
64	Napropamide	滅落脫	272>129	20	20	272>171	20	20	0.01
65	Nuarimol	尼瑞莫	315>81	25	25	315>252	25	25	0.05



97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表一、3-酮加保扶等94項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(正離子模式)(續)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
66	Oxadiazon	樂滅草	345>303	25	15	345>220	25	15	0.01
67	Oxamyl	歐殺滅	237>72	11	13	237>90	11	13	0.01
68	Oxycarboxin	嘉保信	268>175	20	25	268>147	20	30	0.01
69	Paclobutrazol	巴克素	294>70	25	40	294>125	25	40	0.01
70	Pencycuron	賓克隆	329>125	20	15	329>218	20	15	0.01
71	Pendimethalin	施得圃	282>212	20	10	282>194	20	20	0.01
72	Pirimicarb	比加普	239>72	20	15	239>182	20	15	0.01
73	Promecarb	普滅克	208>151	15	10	208>109	15	10	0.01
74	Propanil	除草靈	218>162	20	20	218>127	20	20	0.01
75	Propaphos	加護松	305>263	20	10	305>221	20	10	0.01
76	Propargite	毆蟎多	368>231	15	10	368>175	15	20	0.01
77	Propoxur	安丹	210>111	12	20	210>93	12	20	0.01
78	Pyraclostrobin	百克敏	388>194	20	12	388>163	20	21	0.01
79	Pyriproxyfen	百利普芬	322>96	20	15	322>227	20	15	0.01
80	Pyroquilon	百快隆	174>132	20	25	174>117	20	25	0.01
81	Quinoxifen	快諾芬	308>197	43	31	308>162	43	44	0.01
82	Quizalofop-ethyl	快伏草	373>299	25	25	373>181	25	45	0.01
83	Tebuconazole	得克利	308>70	20	35	308>125	20	35	0.01
84	Tetraconazole	四克利	372>159	25	25	372>70	25	25	0.01
85	Tetramethrin	治滅寧	332>135	15	20	332>164	15	20	0.01
86	Thiabendazole	腐絕	202>175	30	30	202>131	30	30	0.01
87	Thiamethoxam	賽速安	292>211	20	15	292>181	20	25	0.01

97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表一、3-酮加保扶等94項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(正離子模式)(續)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
88	Thiobencarb	殺丹	258>125	20	15	258>100	20	30	0.01
89	Thiodicarb	硫敵克	355>88	25	15	355>108	25	15	0.01
90	Tolfenpyrad	脫芬瑞	384>197	37	28	384>145	37	28	0.01
91	Triadimenol	三泰隆	296>70	15	15	296>99	15	15	0.05
92	Trifloxystrobin	三氟敏	409>186	15	15	409>206	15	15	0.01
93	Triflumizole	賽福座	346>278	15	15	346>250	15	15	0.02
94	XMC	滅克蟲	180>123	12	20	180>95	12	20	0.01

註：茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)之檢出限量為表列數值之5倍。

97年9月3日署授食字第0971800329號公告訂定  
 98年7月29日署授食字第0981800278號公告修正  
 99年4月6日署授食字第0991900925號公告修正  
 100年11月7日署授食字第1001903796號預告修正

表二、二·四地等6項農藥之多重反應偵測模式參數及檢出限量(負離子模式)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			檢出限量 (ppm)
	英文名	中文名	前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	
1	2,4-D	二·四地	219>161	15	20	221>163	15	20	0.02
2	Bentazone	本達隆	239>132	35	25	239>197	35	20	0.01
3	Diflubenzuron	二福隆	309>289	20	10	309>156	20	10	0.01
4	Fipronil	芬普尼	435>330	25	20	435>250	25	25	0.001
5	Lufenuron	祿芬隆	509>326	25	20	509>175	25	40	0.01
6	Teflubenzuron	得福隆	379>339	20	10	379>196	20	20	0.01

註：茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)之檢出限量為表列數值之5倍。