

## 食品中農藥殘留量檢驗方法－乃力松之檢驗

### Method of Test for Pesticide Residue in Food - Test of Naled, an Organophosphorous Pesticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於小葉菜類、包葉菜類、瓜菜類及特作類中乃力松(Naled)之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析法(Gas-Liquid Chromatography)。
  - 2.1. 裝置：
    - 2.1.1. 氣相層析儀：
      - 2.1.1.1. 檢出器：火焰光度檢出器(Flame Photometric Detector，簡稱F.P.D.)附有波長526 nm之磷選擇性濾光鏡。
      - 2.1.1.2. 層析管：內徑2.0 mm長度2 m之玻璃管柱。
      - 2.1.1.3. 層析管用填充劑：Chromosorb W-HP (80/100 mesh)上覆被有10% DC-200。
      - 2.1.1.4. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶媒者。
      - 2.1.1.5. 減壓濃縮裝置(Rotatory evaporator)。
      - 2.1.1.6. 高速冷凍離心機(Refrigerated Superspeed Centrifuge)。
      - 2.1.1.7. 震盪器(Shaker)。
    - 2.2. 試藥：丙酮、硫酸鈉、鹽酸、正己烷、無水硫酸鈉及二氯甲烷均採用試藥特級。
    - 2.3. 器具及材料：
      - 2.3.1. 離心瓶：容量為500 mL (PE材質)
      - 2.3.2. 分液漏斗：容量為250 mL。
      - 2.3.3. 濃縮瓶：容量為250 mL-500 mL。
      - 2.3.4. 濾紙：Whatman No.1。
    - 2.4. 標準溶液之配製：

精確稱取乃力松標準品100 mg，溶於丙酮使成100 mL，再以丙酮稀釋至5-20 ppm供作標準溶液。
    - 2.5. 檢液之調製：

檢體切碎，均質化後稱取50 g入離心瓶，加飽合硫酸鈉50 mL及濃鹽酸5 mL，混合均勻，加正己烷100 mL，振搖10分鐘，於3000 rpm下離心10分鐘，取上層液層經無水硫酸鈉25 g脫水過濾，無水硫酸鈉須先以正己烷20 mL潤濕之，殘渣再加正己烷100 mL，振搖10分鐘，於3000 rpm下再離心10分鐘，取上層液再經無水硫酸鈉脫水過濾，以正己烷洗滌無水硫酸鈉，合併濾液並

定容至200 mL，取正己烷萃取液100 mL加去離子水50 mL，於40°C水浴下減壓濃縮至無溶劑，將濃縮液以Whatman No.1濾紙過濾之，濃縮瓶及濾紙再以去離子水10 mL洗滌，濾液合併於分液漏斗中，以二氯甲烷每次50 mL萃取三次，合併萃取液，無水硫酸鈉25 g先以二氯甲烷10 mL濕潤後，將萃取液經無水硫酸鈉脫水過濾，另取二氯甲烷20 mL分次洗滌無水硫酸鈉，濾液合併，於40°C水浴減壓濃縮至乾，精確量取二氯甲烷2.5 mL溶解，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2-5  $\mu$ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之。並依另取之乃力松標準溶液按上述方法作成檢量線求出檢體中乃力松之含量(ppm)。

$$\text{檢體中乃力松之含量(ppm)} = \frac{m \times V}{M \times v}$$

m：由檢量線或波峰面積求得注入氣相層析儀乃力松之含量  
(ng)

V：檢體經抽取後定量之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

v：注入儀器檢液之體積( $\mu$ L)

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：300°C

移動相氣體流速：N<sub>2</sub>，30 mL/min

燃燒用氣體流速：H<sub>2</sub>，140 mL/min

air：1. 內焰：80 mL/min

2. 外焰：160 mL/min

註一：本檢驗方法之最低檢出量為0.1 ppm