

## 芝麻中殘留農藥檢驗方法－環氧乙烷之檢驗

### Method of Test for Pesticide Residues in Sesame -Test of Ethylene Oxide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於芝麻中環氧乙烷之代謝物2-氯乙醇(2-chloroethanol)<sup>(註1)</sup>之檢驗。

註1：環氧乙烷為易燃氣體，農產品施用後，會迅速與環境中之氯或氯離子反應生成2-氯乙醇，故本方法係檢驗其代謝物2-氯乙醇並以環氧乙烷計。

2. 檢驗方法：檢體經萃取及淨化後，以氣相層析串聯質譜儀(gas chromatograph/tandem mass spectrometer, GC-MS/MS)分析之方法。

#### 2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析串聯質譜儀：

2.1.1.1. 離子源：電子游離(electron ionization, EI)。

2.1.1.2. 層析管：DB-624 UI毛細管，內膜厚度1.4 μm，內徑0.25 mm × 60 m，或同級品。

2.1.2. 旋渦混合器(Vortex mixer)。

2.1.3. 高速分散裝置(High speed dispersing device)：SPEX SamplePrep 2010 GenoGrinder<sup>®</sup>，1000 rpm以上，或同級品。

2.1.4. 離心機(Centrifuge)：可達5000 ×g以上，溫度可達10°C以下者。

2.2. 試藥：乙腈採用層析級；無水硫酸鎂、primary secondary amine (PSA) 及octadecylsilane, end-capped (C18 EC)均採用分析級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；2-氯乙醇對照用標準品；2-氯乙醇-d<sub>4</sub>(2-chloroethanol-d<sub>4</sub>)同位素內部標準品。

#### 2.3. 器具及材料：

2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。

2.3.2. 濾膜：孔徑0.22 μm，PTFE材質。

2.3.3. 容量瓶：10 mL。

2.3.4. 陶瓷均質石(Ceramic homogenizer)：採用Bond Elut QuEChERS P/N 5982-9312，或同級品。

2.3.5. 淨化用離心管<sup>(註2)</sup>：含PSA 150 mg、無水硫酸鎂900 mg及C18 150 mg，檢液負荷量6 mL。

註2：可依需求自行評估使用市售淨化用套組。

#### 2.4. 90%乙腈溶液之調製：

取乙腈450 mL與去離子水50 mL，混合均勻。

## 2.5. 內部標準溶液之配製：

取2-氯乙醇-d<sub>4</sub>同位素內部標準品約10 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至10 mL，作為內部標準原液，冷凍避光貯存。

2.5.1. 取適量內部標準原液，以乙腈稀釋至50 µg/mL，供作2.7.節檢液調製使用之內部標準溶液。

2.5.2. 取適量內部標準原液，以乙腈稀釋至5 µg/mL，供作2.8.節基質匹配檢量線溶液配製使用之內部標準溶液。

## 2.6. 標準溶液之配製：

取2-氯乙醇對照用標準品約10 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷凍避光貯存。臨用時取適量標準原液，以乙腈稀釋至1 µg/mL，供作標準溶液。

## 2.7. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約2 g，精確稱定，置於離心管中，加入90%乙腈溶液10 mL、50 µg/mL內部標準溶液10 µL及陶瓷均質石1顆，以高速分散裝置於1000 rpm振盪30分鐘，於10°C，5000 ×g離心3分鐘。取上清液6 mL，置於淨化用離心管，以高速分散裝置於1000 rpm振盪1分鐘，於10°C，5000 ×g離心3分鐘。取上清液，以濾膜過濾，供作檢液。

## 2.8. 基質匹配檢量線之製作：

取空白檢體，依2.7.節調製未添加內部標準品之淨化後上清液，分別量取1 mL，以氮氣吹至剛乾，分別加入標準溶液20~200 µL、5 µg/mL內部標準溶液10 µL及適量乙腈，使體積為1 mL，混合均勻，經濾膜過濾，供作基質匹配檢量線溶液，依下列條件進行分析。就2-氯乙醇與內部標準品之波峰面積比，與對應之2-氯乙醇濃度，製作0.02~0.2 µg/mL之基質匹配檢量線。

氣相層析串聯質譜分析測定條件<sup>(註3)</sup>：

層析管：DB-624 UI毛細管，內膜厚度1.4 µm，內徑0.25 mm × 60 m。

層析管溫度：初溫：40°C，5 min；

升溫速率：30°C/min；

終溫：240°C，9 min。

移動相氣體及流速：氮氣，1 mL/min。

注入器溫度：220°C。

注入模式：分流(split)，3：1。

注入量：1 µL。

離子化模式：EI，70 eV。

離子源溫度：230°C。

偵測模式：多重反應偵測，偵測離子對及碰撞能量如下表。

分析物	離子對	碰撞能量 (eV)
	前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)	
2-氯乙醇	80 > 44*	0
	80 > 31	4
2-氯乙醇-d <sub>4</sub> (I.S.)	84 > 33	5

\*定量離子對

註3：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

#### 2.9. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及基質匹配檢量線溶液各1 μL，分別注入氣相層析串聯質譜儀中，依2.8.節條件進行分析。就檢液與基質匹配檢量線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4)</sup>鑑別之，並依下列計算式求出檢體中環氧乙烷之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中環氧乙烷之含量(mg/kg)} = \frac{C \times V}{M} \times 0.55$$

C：由基質匹配檢量線求得檢液中2-氯乙醇之濃度(μg/mL)

V：萃取檢體之90%乙腈溶液之體積(10 mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

0.55：2-氯乙醇與環氧乙烷之轉換係數

註4：相對離子強度由定性離子與定量離子對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

附註：1. 本檢驗方法之定量極限，2-氯乙醇為0.1 mg/kg (相當於環氧乙烷為0.055 mg/kg)。

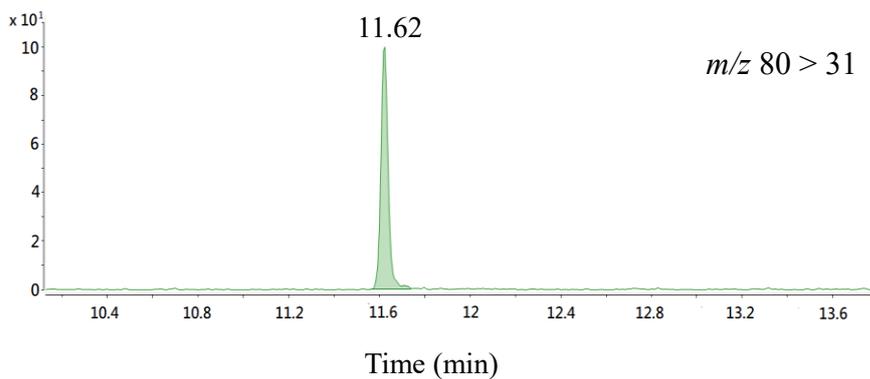
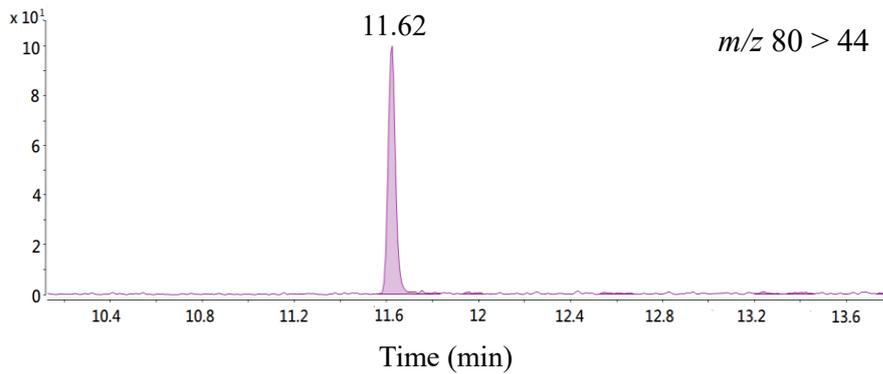
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

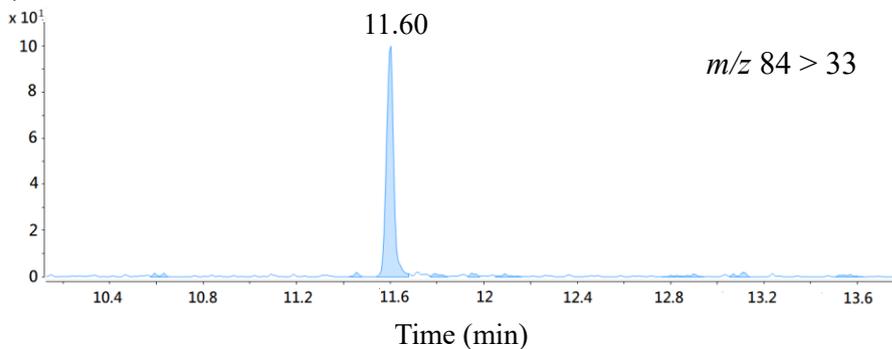
EU Reference Laboratory for Pesticides Requiring Single Residue Methods. 2020. Analysis of ethylene oxide and its metabolite 2-chloroethanol by the QuOil or the QuEChERS method and GC-MS/MS. EURL-SRM Analytical Observations Report (version 1.1).

參考層析圖譜

(A) 2-Chloroethanol



(B) 2-Chloroethanol-d<sub>4</sub>



圖、以GC-MS/MS分析2-氯乙醇標準品(A)及2-氯乙醇-d<sub>4</sub>內部標準品(B)之MRM圖譜