

蜂產品中殘留農藥檢驗方法—多重殘留分析方法

Method of Test for Pesticide Residues in Bee Products - Multiresidue Analysis

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蜂蜜、蜂王漿及蜂花粉中亞托敏(Azoxystrobin)等10項農藥多重殘留分析。
2. 檢驗方法：檢體依據衛生福利部公告之「食品中殘留農藥檢驗方法—多重殘留分析方法(五)(MOHW0055.04)」採用QuEChERS方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)前處理後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)及氣相層析串聯質譜儀(gas chromatograph/tandem mass spectrometer, GC-MS/MS)分析之方法。

2.1. 檢液之調製：

將檢體均質、混勻後，取約2 g，精確稱定，置於離心管中，加入冷藏預冷之去離子水10 mL，靜置10分鐘，混勻後加入含1%醋酸之乙腈溶液10 mL及50 µg/mL內部標準溶液10 µL，再依序加入陶瓷均質石1顆及萃取用粉劑(含無水硫酸鎂4 g及無水醋酸鈉1 g)，蓋上離心管蓋，隨即激烈振盪數次，防止鹽類結塊，再以高速分散裝置於1000 rpm振盪或以手激烈振盪1分鐘後，於15°C，5000×g離心1分鐘。取上清液6 mL，置於淨化用離心管^(註)，以高速分散裝置以1000 rpm振盪或以手激烈振盪1分鐘後，於15°C，5000×g離心2分鐘。取上清液1 mL，以氮氣吹至剛乾，殘留物以甲醇1 mL溶解，混合均勻，以濾膜過濾，供作檢液I，以LC-MS/MS分析。另取上清液1 mL，以氮氣吹至剛乾，殘留物以丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液1 mL溶解，混合均勻，以濾膜過濾後，供作檢液II，以GC-MS/MS分析。

- 註：1. 蜂蜜檢體採用淨化用離心管I：含PSA 300 mg及無水硫酸鎂900 mg，檢液負荷量6 mL。
2. 蜂王漿檢體採用淨化用離心管II：含PSA 300 mg、C18 EC 300 mg及無水硫酸鎂900 mg，檢液負荷量6 mL。
3. 蜂花粉檢體採用淨化用離心管III：含PSA 450 mg、C18 EC 300 mg、GCB 50 mg及無水硫酸鎂900 mg，檢液負荷量6 mL。

2.2. 液相層析串聯質譜儀偵測模式：

多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子對、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如附表一。

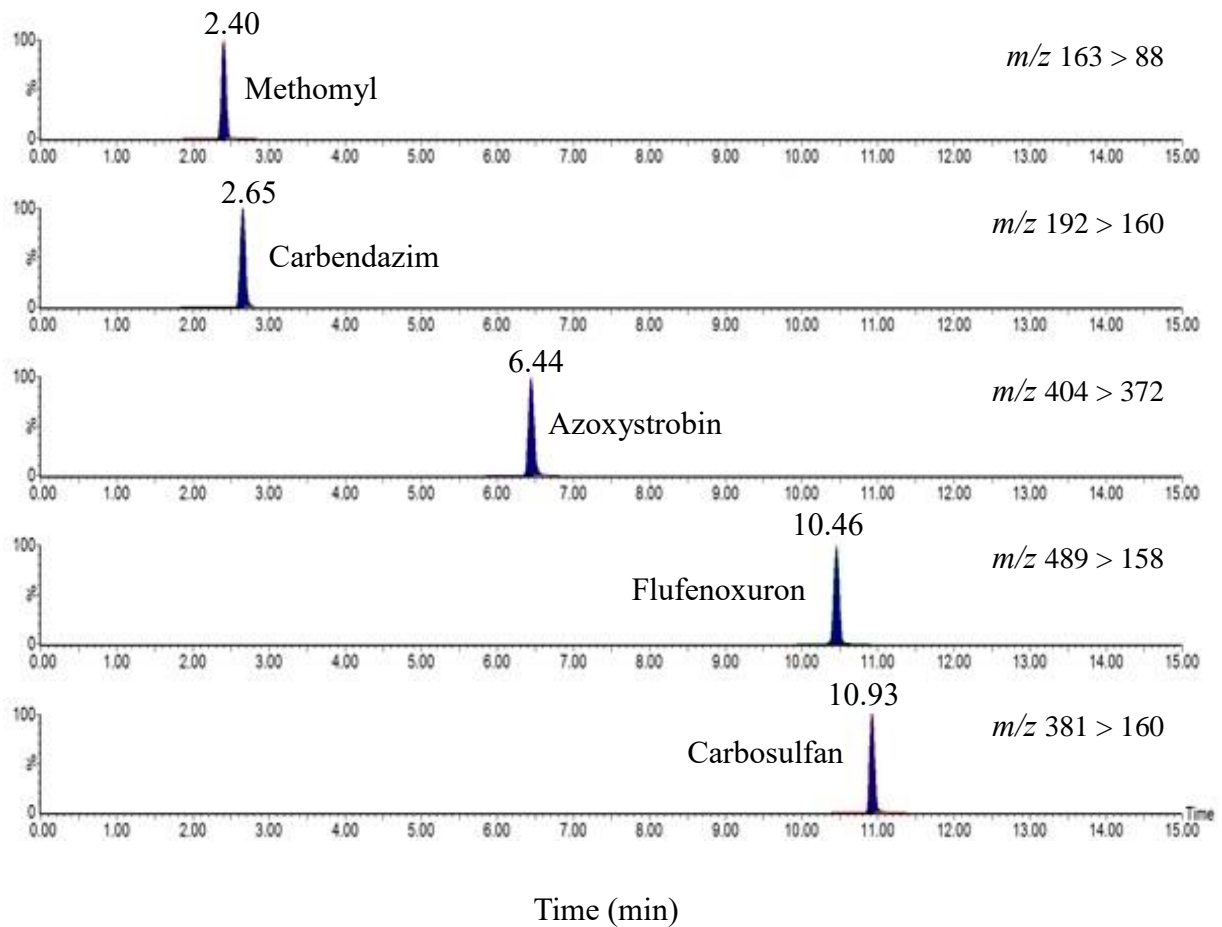
- 2.3. 氣相層析串聯質譜儀偵測模式：
多重反應偵測。偵測離子對及碰撞電壓如附表二。

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限如附表一及附表二。
2. 本檢驗方法所列品項可依需求評估以GC-MS/MS或LC-MS/MS分析。
3. 檢驗步驟中添加之磷酸三苯酯(triphenylphosphate, TPP)內部標準品，由於無法代表所有農藥的物化特性，故於計算各農藥濃度時不一定要納入計算式。建議可用於確認流程，作為品質管制參考。
4. 本檢驗方法不適用於蜂蜜中丁基加保扶及蜂王漿中依普同之檢驗。
5. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

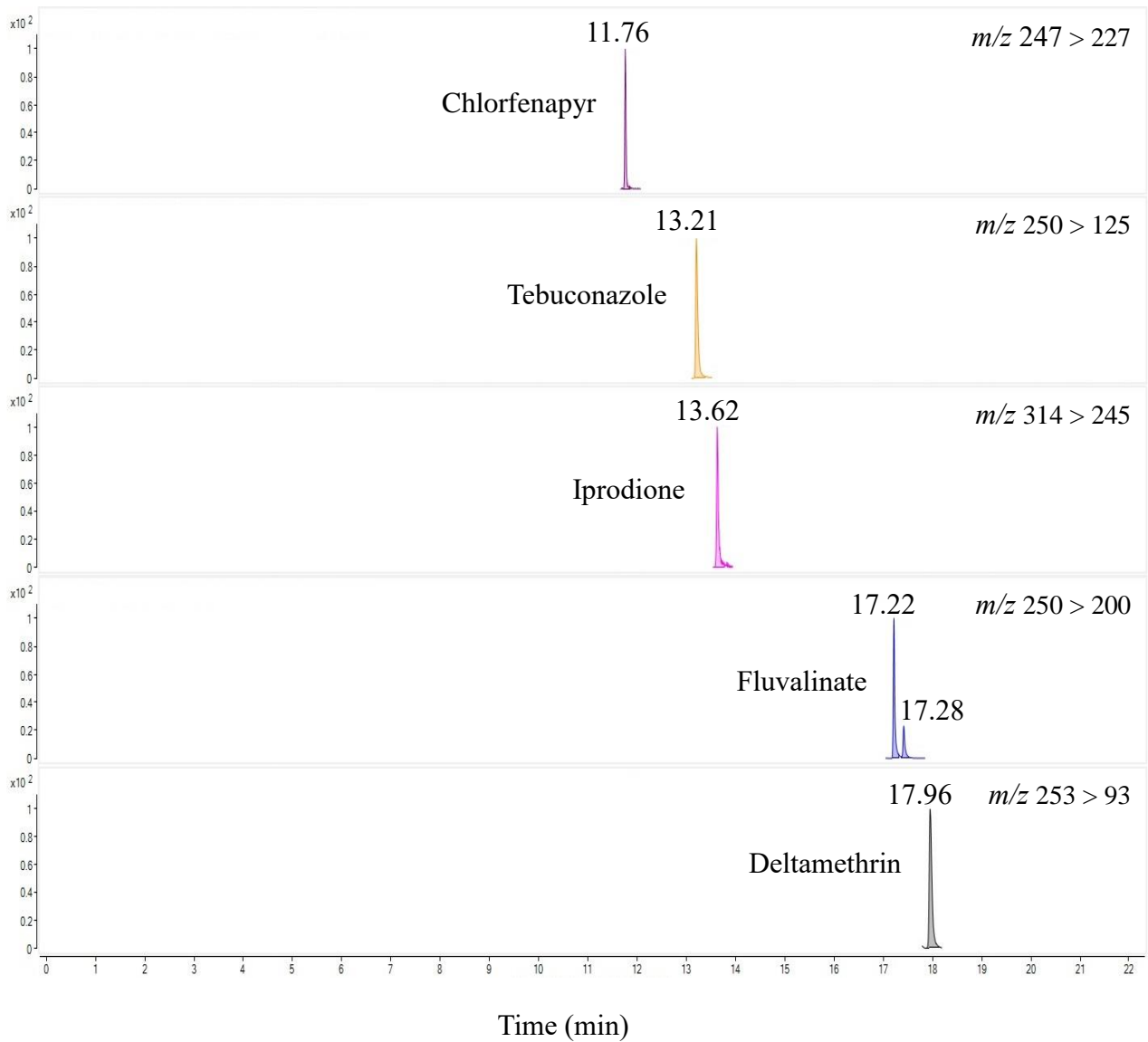
參考文獻：

1. European Committee for Standardization. 2018. Foods of plant origin-Multimethod for the determination of pesticide residues using GC- and LC-based analysis following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE – Modular QuEChERS-method. NF EN 15662: 2018 (English version).
2. 衛生福利部。2019。食品中殘留農藥檢驗方法－多重殘留分析方法(五)(MOHWP0055.04)。108年5月10日衛授食字第1081900612號公告修正。

參考層析圖譜



圖一、以LC-MS/MS分析methomyl等5項農藥標準品之MRM圖譜



圖二、以GC-MS/MS分析chlorfenapyr等5項農藥標準品之MRM圖譜

附表一、Azoxystrobin等5項農藥及內部標準品之多重反應偵測模式參數及定量極限(LC-MS/MS正離子模式)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			定量極限(ppm)		
	英文名	中文名	前驅離子(<i>m/z</i>)> 產物離子(<i>m/z</i>)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	前驅離子(<i>m/z</i>)> 產物離子(<i>m/z</i>)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	蜂蜜	蜂王漿	蜂花粉
1	Azoxystrobin	亞托敏	404 > 372	25	15	404 > 344	25	25	0.01	0.01	0.01
2	Carbendazim	貝芬替	192 > 160	30	30	192 > 132	30	35	0.01	0.01	0.01
3	Carbosulfan	丁基加保扶	381 > 160	20	15	381 > 118	20	15	-	0.05	0.05
4	Flufenoxuron	氟芬隆	489 > 158	25	30	489 > 141	25	30	0.02	0.01	0.01
5	Methomyl	納乃得	163 > 88	10	10	163 > 106	10	10	0.01	0.01	0.01
I.S.	Triphenylphosphate	磷酸三苯酯	327 > 77	40	35				-	-	-

附表二、Chlorfenapyr等5項農藥及內部標準品之多重反應偵測模式參數及定量極限(GC-MS/MS)

項次	分析物		定量離子對		定性離子對		定量極限(ppm)		
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	碰撞能量 (eV)	蜂蜜	蜂王漿	蜂花粉
1	Chlorfenapyr	克凡派	247 > 227	15	247 > 200	30	0.01	0.02	0.01
2	Deltamethrin	第滅寧	253 > 93	20	253 > 174	5	0.02	0.01	0.01
3	Fluvalinate	福化利	250 > 200	20	250 > 208	30	0.02	0.02	0.05
4	Iprodione	依普同	314 > 245	10	314 > 271	5	0.02	-	0.05
5	Tebuconazole	得克利	250 > 125	25	250 > 153	10	0.02	0.01	0.01
I.S.	Triphenylphosphate	磷酸三苯酯	326 > 169	30			-	-	-