

## 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)(MOHWP0055.04)」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<sup>(註)</sup>，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。

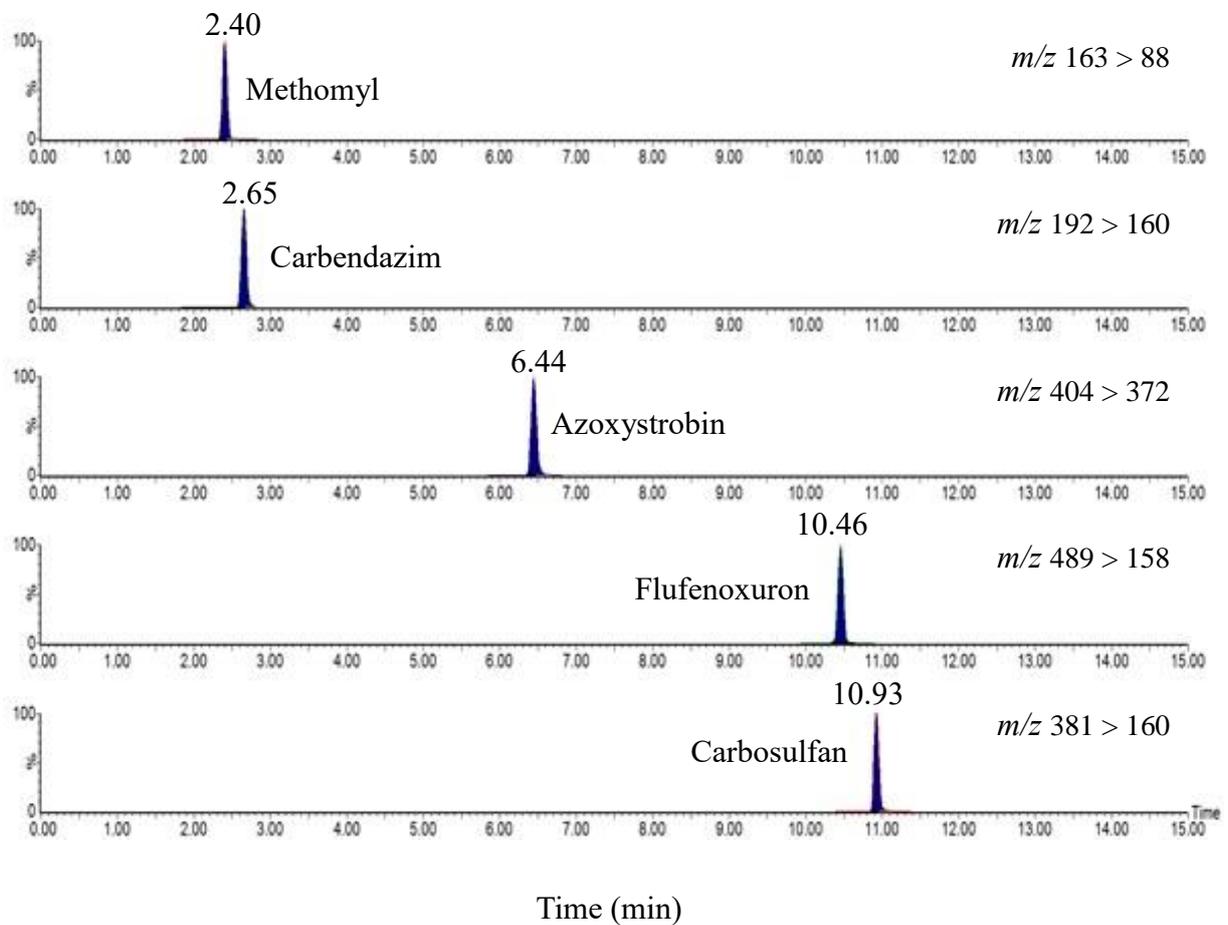
- 2.3. 氣相層析串聯質譜儀偵測模式：  
多重反應偵測。偵測離子對及碰撞電壓如附表二。

- 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。

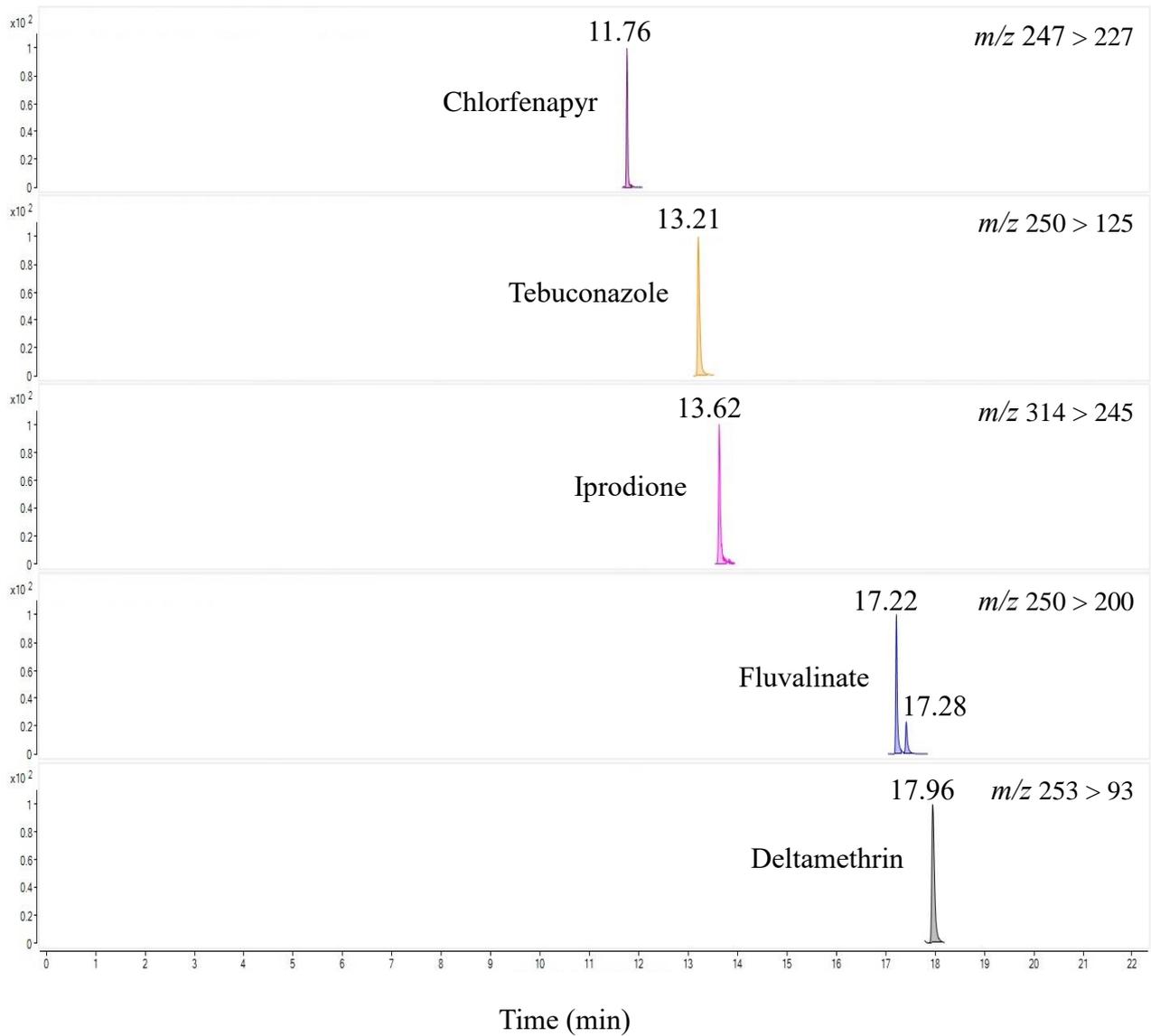
參考文獻：

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( $m/z$ )> 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)	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			-	-	-