

食品中殘留農藥檢驗方法－生長調節劑益收生長素之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods -

Test of Ethephon, a Growth Regulator

代碼：NLFDRPETO00

鍵語：殘留農藥、pesticide residue、益收生長素、ethephon、乙烯、ethylene、氣相層析、GC

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於大漿果類、果菜類、小漿果類、梨果類及甘蔗類中益收生長素(ethephon; 2-chloroethylphosphonic acid)之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析法(gas chromatography, GC)
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：火焰離子檢出器(flame ionization detector, FID)。
 - 2.1.1.2. 層析管：GS-Q，內徑 0.53 mm × 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。
 - 2.1.3. 往復式振盪循環水槽(Reciprocal shaking bath)：振盪速度可達 150 rpm。
 - 2.2. 試藥：丙酮採用殘量級；鹽酸及氫氧化鉀採用化學試藥特級；益收生長素對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 褐色樣品瓶：22~24 mL，中孔螺旋蓋附 teflon/silicone 墊片。
 - 2.3.2. 氣針(Headspace syringe)：5 mL，附開關閥及側孔針。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

取益收生長素對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以 0.1 N 鹽酸溶液溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以 0.1 N 鹽酸溶液稀釋至 100 µg/mL，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢體之乙烯生成反應：

將檢體細切，以均質器均質後(註)，取約 5 g，精確稱定，置於褐色樣品瓶中，依序加入水 4 mL、丙酮 1 mL 及 30% 氫氧化鉀溶液 1 mL，立即將瓶蓋旋緊，置於 60°C 水浴，以 150 rpm 振搖 3 小時後，冷卻至室溫，樣品瓶之上部空間氣體供乙烯測定用。

註：檢體均質後應立即分析，避免部分檢體因均質後細胞被破壞，pH 值降低而促使益收生長素之分解。
 - 2.6. 標準曲線之製作：

取水 9 mL 及丙酮 1 mL，置於褐色樣品瓶中，添加益收生長素標準溶液 25~200 µL (相當於益收生長素 2.5~20 µg)，加入 30%

氫氧化鉀溶液 1 mL，即刻將瓶蓋旋緊，置於 60°C 水浴，以 150 rpm 振搖 3 小時後，冷卻至室溫，抽取上部空間氣體以氣相層析儀分析，就波峰面積對益收生長素含量(μg)製作標準曲線。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

以氣針精確抽取檢體及標準溶液反應後樣品瓶之上部空間氣體各 1 mL(註)，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢體及標準溶液反應後樣品瓶之上部空間氣體所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依標準曲線求出檢體中益收生長素之含量(ppm)。

$$\text{檢體中益收生長素之含量(ppm)} = \frac{C}{M}$$

C：由標準曲線求得分析瓶中益收生長素之含量(μg)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：每一樣品瓶僅供抽取分析一次。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：初溫：40°C，5 min

終溫：120°C，8 min

溫度上升速率：30°C/min

檢出器溫度：250°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體氮氣流速：5 mL/min

燃燒用氣體氫氣流速：70 mL/min

助燃用氣體空氣流速：700 mL/min

備註：1. 益收生長素於鹼性及高溫之條件下會快速分解產生乙烯，測定乙烯生成量可間接定量益收生長素。

2. 本檢驗方法之最低檢出限量為 0.1 ppm。

3. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

參考文獻：

1. Su-Hsiang Tseng, Pi-Chiou and Shin-Shou Chou. 2000. A rapid and simple method for the determination of ethephon residue in agricultural products by GC with headspace sampling. Journal of Food and Drug analysis. 8(3):213-217.
2. Hunter, J., Manser, M. and Zimmerli, B. 1978. A rapid and simple method for the determination of 2-chloroethylphosphonic acid (ethephon) in tomatoes, cherries, and apples. J. Agric. Food Chem. 26 (2): 472-475.