

食品中殘留農藥檢驗方法－殺草劑亞速爛之檢驗  
Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Test of Asulam, a  
Herbicide

代碼：BFDARPASU00

鍵語：殘留農藥、pesticide residue、亞速爛、asulam、高效液相層析、HPLC。

- 適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類及甘蔗類中亞速爛(asulam; methyl 4-aminophenylsulphonylcarbalnate)之檢驗。
- 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)

2.1. 裝置：

2.1.1. 高效液相層析儀：

2.1.1.1. 檢出器：具有268 nm波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2. 層析管：C18，5 μm，內徑4.0 mm × 25 cm。

2.1.2. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶媒者。

2.1.3. 振盪器(Shaker)。

2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2. 試藥：乙腈、丙酮、乙醚、醋酸、甲醇、正己烷及乙酸乙酯採用液相層析級；無水硫酸鈉採用化學試藥特級；亞速爛對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 抽氣瓶：500 mL。

2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑11 cm。

2.3.3. 分液漏斗：250 mL。

2.3.4. 砂酸鎂固相萃取匣(Florisil cartridge for solid phase extraction)：1 g。

2.3.5. 中性氧化鋁固相萃取匣(Alumina N cartridge for solid phase extraction)：500 mg。

2.3.6. 濃縮瓶：150、250及500 mL。

2.3.7. 濾膜：孔徑0.45 μm，nylon材質。

2.4. 移動相之調製：

水：乙腈：醋酸以89.98：10：0.02 (v/v)之比例混勻，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

2.5. 標準溶液之配製：

取亞速爛對照用標準品約100 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋，供作標準溶液。

## 2.6. 檢液之調製：

### 2.6.1. 萃取：

將檢體細切，以均質機均質後，取約20 g，精確稱定，以0.1%醋酸之乙腈(v/v)溶液萃取二次，每次60 mL，振搖萃取3分鐘，待懸浮物沈澱後上清液抽氣過濾，並以0.1%醋酸之乙腈(v/v)溶液40 mL、丙酮20 mL及去離子水6 mL清洗容器及殘渣，再以乙腈30 mL洗滌殘渣，合併濾液，於35°C水浴減壓濃縮至無溶媒。以乙醚25 mL洗濃縮瓶後，移入分液漏斗，振搖萃取1分鐘，靜置分層，重複上述萃取步驟四次，合併乙醚層，經無水硫酸鈉脫水過濾，於35°C水浴減壓濃縮至約2 mL，供淨化用。

### 2.6.2. 淨化：

將2.6.1.節供淨化用溶液注入預經甲醇10 mL及正己烷10 mL潤濕之矽酸鎂固相萃取匣，以乙醚1 mL洗濃縮瓶，注入固相萃取匣，以乙酸乙酯：乙腈(4:1,v/v)溶液10 mL沖洗固相萃取匣，棄流出液，再以甲醇：乙腈：水(14:5:1,v/v)溶液30 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶，於35°C水浴減壓濃縮至無溶媒，殘留物以乙醚3 mL溶解後，再注入預經甲醇10 mL及正己烷10 mL潤濕之中性氧化鋁固相萃取匣，以乙醚1 mL洗濃縮瓶，注入固相萃取匣，以乙酸乙酯：乙腈(1:1,v/v)溶液15 mL沖洗固相萃取匣，棄流出液，再以甲醇：水(19:1,v/v)溶液50 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶，於35°C水浴減壓濃縮至無溶媒，殘留物以甲醇溶解並定容至3 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。

## 2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20  $\mu$ L，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中亞速爛之含量(ppm)：

$$\text{檢體中亞速爛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中亞速爛之濃度( $\mu$ g/mL)

V：檢體經淨化後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

層析管柱：C18，5 μm，內徑4.0 mm × 25 cm

紫外光檢出器：波長268 nm

移動相溶液：依2.4.節所調製之溶液

移動相流速：1.0 mL/min

- 備註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.01 ppm。  
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

#### 參考文獻

1. Kon, R. T., Geissel, L. and Leavitt, R. A. 1984. An HPLC method for the quantitative determination of asulam, acetylasulam and sulphanylamine in peaches. Food additives and contaminants 1:67-71.
2. 李宗璘、張碧秋、周薰修。1994。農產品中亞速爛殘留量標準檢驗方法之建立。研究報告。行政院衛生署藥物食品檢驗局。