

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。

1. 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-aminophenylsulphonylcarbamate)之檢驗。

2. 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 μ m，內徑4.0 mm \times 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. 矽酸鎂固相萃取匣 (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 μ m，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瀘，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瀘，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 μ 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(μ 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 μ m，內徑4.0 mm \times 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 sulphanilamide 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。