

食品中殘留農藥檢驗方法－殺草劑得拉本之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods -

Test of Dalapon, a Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於甘蔗類中得拉本(dalapon; 2,2-dichloropropionic 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：電子捕獲檢出器(electron capture detector, ECD)
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-1 毛細管，內膜厚度 0.83 μm ，內徑 0.53 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 攪拌均質器。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：硫酸、氯化鈉、三級丁基甲基醚(*tert*-butyl methyl ether)及無水硫酸鈉採用試藥特級；甲醇採用液相層析級；乙醚採用殘量級；得拉本甲酯(dalapon methyl ester)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：250 mL。
 - 2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑 8 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：300 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：250 mL。
 - 2.3.5. 反應瓶：5 mL，附 Teflon 螺旋蓋。
 - 2.4. 衍生化標準溶液之配製：

取對照用標準品得拉本甲酯約 10 mg，精確稱定，以三級丁基甲基醚溶解並定容至 100 mL，作為衍生化標準原液，使用時再以三級丁基甲基醚稀釋至 0.1~0.5 $\mu\text{g/mL}$ ，供作衍生化標準溶液。
 - 2.5. 10%硫酸甲醇溶液之配製：

取硫酸 10 mL，徐徐加入甲醇 50 mL 中，再以甲醇定容至 100 mL。
 - 2.6. 檢液之調製：
 - 2.6.1. 萃取：

將檢體細切，以攪拌均質器均質後，取均質後之檢體約 10 g，精確稱定，加入水 50 mL，並徐徐加入硫酸 1.5 mL，振盪萃

取 5 分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾，並以水 20 mL 洗容器及殘渣二次，合併濾液，移至分液漏斗，加入氯化鈉 30 g，振盪溶解後，加入乙醚 50 mL，振盪萃取 2 分鐘，靜置分層，取乙醚層以無水硫酸鈉脫水，收集於濃縮瓶中，水層再以乙醚 50 mL 振盪萃取一次，靜置分層，取乙醚層，以無水硫酸鈉脫水，合併收集於濃縮瓶中，於 30°C 以下水浴減壓濃縮至乾，以三級丁基甲基醚溶解並移入反應瓶，定容至 2 mL，供衍生化用。

2.6.2. 衍生化反應：

於 2.6.1 節已裝有供衍生化用溶液 2 mL 之反應瓶內，加入 10%硫酸甲醇溶液 1 mL，立即將瓶蓋旋緊，於 50°C 水浴加熱 2 小時，冷卻至室溫後，加入 10%硫酸鈉溶液 4 mL，振盪 1 分鐘，靜置分層，取上層有機溶媒層，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及衍生化標準溶液各 1 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與衍生化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得拉本之含量(ppm)：

$$\text{檢體中得拉本含量(ppm)} = \frac{C \times V \times F}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中得拉本甲酯之濃度(μ g/mL)

V：檢體萃取後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：得拉本及得拉本甲酯分子量換算係數(143/157)

氣相層析測定條件：

層析管溫度：初溫：50°C，10 min

溫度上升速率：30°C/min

終溫：280°C，3 min

檢出器溫度：300°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min

輔助氣體氮氣流速：50 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。

3. 以本方法檢出農藥時，應再行確認。