

## 食品中殘留農藥檢驗方法－有機氮劑腈硫醯之檢驗

### Method of Test for Pesticide Residues in Foods –

### Test of Dithianon, an Organonitrogen Pesticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於瓜菜類、果菜類、小漿果類、核果類、柑橘類中腈硫醯(Dithianon)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250 nm波長之紫外光檢出器。
      - 2.1.1.2. 層析管：ODS (2)，5  $\mu\text{m}$ ，內徑4.6 mm  $\times$  25 cm。
    - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。
    - 2.1.3. 振盪器。
    - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
  - 2.2. 試藥：丙酮、甲醇、氯仿、正己烷、乙腈均採用液相層析級，醋酸、鹽酸、無水硫酸鈉、氯化鈉均採用試藥特級，腈硫醯對照用標準品。
  - 2.3. 器具及材料：
    - 2.3.1. 廣口瓶：容量為500 mL，PE材質。
    - 2.3.2. 抽氣瓶：容量為500 mL。
    - 2.3.3. 別區奈式漏斗(Büchner funnel)：直徑12 cm。
    - 2.3.4. 矽膠過濾層析管柱(Sep-Pak Silica Cartridge)。
    - 2.3.5. 濃縮瓶：100 mL，250 mL及500 mL。
    - 2.3.6. 濾膜：孔徑0.45  $\mu\text{m}$ ，Polyvinylidene difluoride材質。
  - 2.4. 移動相溶液之調製：

乙腈與去離子水以50：50或47：53 (v/v)之比例混勻後以濾膜過濾，取濾液作移動相溶液。
  - 2.5. 標準溶液之配製：

稱取腈硫醯對照用標準品約100 mg，精確稱定，以醋酸：甲醇(1:99, v/v)溶液溶解並定容為100 mL，作為標準原液，使用時再以醋酸：甲醇(1:99, v/v)溶液稀釋成0.3～17.0  $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
  - 2.6. 檢液之調製：
    - 2.6.1. 萃取：

檢體以攪拌均質器均質後，精確稱取20 g置於廣口瓶中，加入丙酮80 mL及濃鹽酸：水(1:5, v/v)溶液20 mL，振搖3-5分鐘，抽氣過濾，並以丙酮100 mL分次洗廣口瓶及殘渣，合併濾液於濃縮瓶中，以35°C水浴減壓濃縮至無丙酮。以氯仿50 mL，分三次洗濃縮瓶倒入分液漏斗內，並加入飽和食鹽水30 mL，振盪1分鐘，靜置分層後，取氯仿層經無水硫酸鈉脫水後，收取氯仿層於濃縮瓶；再以氯仿50 mL萃取水層，取二氯甲烷層經無水硫酸鈉脫水，合併收集於同一濃縮瓶中，以35°C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷：氯仿(1:1, v/v)溶液定容至5 mL (果皮類定容至10 mL)，供作淨化用。

#### 2.6.2. 淨化：

取2.6.1.節之正己烷：氯仿(1:1, v/v)定容液2 mL，注入矽膠過濾層析管柱，收集流出液並以正己烷：氯仿(1:1, v/v)溶液10 mL沖提，合併流出液，於35°C水浴減壓濃縮至乾，以醋酸：甲醇(1:99, v/v)溶液溶解並定容至2 mL，供作檢液。

#### 2.7. 鑑別及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10  $\mu$ L (果皮類取5  $\mu$ L)，分別注入高效液相層析儀中，參照下述層析條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之腈硫醌標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中腈硫醌之含量(ppm)：

$$\text{檢體中腈硫醌含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中腈硫醌之含量。

V：檢體經抽取後淨化前之定量體積(5 mL，10 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(20 g)。

高效液相層析測定條件：

層析管：ODS (2)，5  $\mu$ m，內徑4.6 mm  $\times$  25 cm。

移動相溶液：依2.4.節所調製之溶液。

移動相流速：1.2 mL/min。

紫外光檢出器：波長250 nm。

備註：1. 柑橘肉移動相溶液為乙腈：去離子水= 47：53 (v/v)；

柑橘肉移動相流速為1.1 mL/min。

2. 最低檢出量為0.02 ppm。