

90年10月5日衛署食字第0900063843號公告

102年9月6日部授食字第1021950329號公告修正

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑草脫淨之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods—

Test of Atrazine, a Herbicide

代碼：BFDARPAAN00

鍵語：殘留農藥、pesticide residue、草脫淨、atrazine、高效液相層析、HPLC。

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於雜糧類、大漿果類及甘蔗類中草脫淨（atrazine; 2-chloro-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazine）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224 nm波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2. 層析管：C18，10 μm，內徑3.9 mm × 30 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、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇及正己烷均採用液相層析級；無水硫酸鈉採用化學試藥特級；離子配對試劑（PIC® B-6，Waters或同級品）；草脫淨對照用標準品。

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11cm。
- 2.3.3. 硅酸鎂固相萃取匣（Florisil cartridge for solid phase extraction）：500 mg。
- 2.3.4. 濃縮瓶：250 mL。
- 2.3.5. 濾膜：孔徑0.45 μm，nylon材質。

2.4. 移動相之調製：

乙腈：0.005 M PIC® B-6試劑以45：55 (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：

取草脫淨對照用標準品約100 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以甲醇稀釋，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，加入二氯甲烷100 mL，振搖2~5分鐘，抽氣過濾，並以二氯甲烷50 mL清洗容器及殘渣，合併濾液，於40 °C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷6 mL溶解，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

將2.6.1.節供淨化用溶液注入預經正己烷潤濕之矽酸鎂固相萃取匣，以乙酸乙酯：正己烷(35:65, v/v)溶液6 mL沖提，收集沖提液以氮氣吹乾，殘留物以甲醇溶解並定容至5 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 $10 \mu\text{L}$ ，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草脫淨之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中草脫淨之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中草脫淨之濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

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：C18，10 mm，內徑 $3.9 \text{ mm} \times 30 \text{ cm}$

紫外光檢出器：波長 224 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 0.02 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. Gorder, G. W. and Dahm, P. A. 1981. Analysis of caebofuran and atazine in soil samples. J. Agric. Food Chem. 29: 629-634.
2. 施如佳、張碧秋、周薰修。1994。農產品中草脫淨殘

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。

食品中殘留農藥檢驗方法-殺菌劑本達樂之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods-
Test of Benalaxyl, a Fungicide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於根菜類、果菜類及小漿果類
中本達樂(benalaxyl; methyl N-phenylacetyl-N-2,6-
xylyl-DL-alaninate)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：氮磷檢出器(nitrogen phosphorus detector,
NPD)。

2.1.1.2.層析管：OV-101 (3%) on Gaschrom Q 80~100 or
100~120 mesh 玻璃管柱，內徑 2 mm ×
2 m，或同級品。

2.1.2.均質機(Homogenizer)：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：丙酮、正己烷、乙酸乙酯、無水硫酸鈉及氧化
鋁(Activity II~III, 70~230 mesh)均採用化學試藥
特級，本達樂對照用標準品。

2.3.器具及材料：

2.3.1.抽氣瓶：500mL。

2.3.2.布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑 11cm。

2.3.3.分液漏斗：300mL。

2.3.4.濃縮瓶：500 mL。

2.3.5.氧化鋁管柱：在內徑 1.7 cm × 20 cm 之玻璃管柱下
端填入玻璃棉，注入正己烷：丙酮(9:1, v/v)溶液
40mL，緩緩填入氧化鋁 20 g，浸漬至少 1 小時，頂
端再填入無水硫酸鈉 5 g。

2.4.標準溶液之配製：

取本達樂對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以丙酮
溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以丙
酮稀釋，供作標準溶液。

2.5.檢液之調製：

2.5.1.萃取：

取切碎後之檢體約 30 g，精確稱定，置入均質機中，
加入丙酮 100 mL，於冰浴中以 3000 rpm 轉速，攪
拌 15 分鐘，抽氣過濾，並以丙酮 100 mL 清洗容器，
再以該洗液洗滌殘渣，合併濾液，於 30°C 水浴減壓
濃縮至無丙酮，加入去離子水 80 mL 混勻後，移入
分液漏斗中，加入飽和食鹽水 20 mL，再以正己烷

200 mL、100 mL 各萃取一次，靜置分層，有機層經無水硫酸鈉 30g 脫水過濾後，於 30°C 水浴減壓濃縮至乾，殘留物以正己烷：丙酮(9:1, v/v)溶液溶解後定容至 2 mL，供淨化用。

2.5.2. 淨化：

氧化鋁管柱先以正己烷：丙酮(9:1, v/v)溶液 40mL 潤濕，將 2.5.1. 節供淨化用溶液注入管柱，以正己烷：丙酮(9:1, v/v)溶液 1 mL 洗濃縮瓶二次，合併洗液注入管柱，再注入正己烷：丙酮(9:1, v/v)溶液 80 mL，棄初流出液 30 mL，收集續流出液 50 mL 於濃縮瓶，於 30°C 水浴減壓濃縮至乾，以乙酸乙酯溶解並定容，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 2 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液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本達樂之含量(ppm)：

$$\text{檢體中本達樂含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中本達樂之濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體經淨化後定容之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

氣相層析測定條件：

層析管溫度：250°C

檢出器溫度：280°C

注入器溫度：280°C

移動相氣體氮氣流速：20 mL/min

輔助氣體氮氣流速：35 mL/min

燃燒用氣體氫氣流速：30 mL/min

助燃用氣體空氣流速：300 mL/min

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.01 ppm。

參考文獻

Crissippi, T., Zini, G. and Fabbrini, R. 1993. Gas chromatographic determination of benalaxyl residues in different crops and water. Journal of AOAC International 76(3): 650-656.

食品中殘留農藥檢驗方法——殺草劑克草之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods
—Test of Bromacil, a Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於大漿果類及柑橘類中克草(bromacil; 5-bromo-3-sec-butyl-6-methyluracil)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-608, 內膜厚度 0.83 μm, 內徑 0.53 mm × 30 m。
 - 2.1.2. 攪拌均質器 (Blender)。
 - 2.1.3. 振盪器 (Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：二氯甲烷及丙酮採用殘量級；甲醇及正己烷採用液相層析級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；克草對照用標準品。
 - 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. 濃縮瓶：250 mL。
 - 2.4. 標準溶液之配製：
取克草對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：
取細切之檢體約 10 g，精確稱定，加水 30 mL 及甲醇 80 mL，均質三分鐘，抽氣過濾，並以甲醇 50 mL 洗容器及殘渣，合併濾液，於 35°C 水浴減壓濃縮至約 50 mL，將濃縮液移至分液漏斗，以甲醇 20 mL 洗濃縮瓶，併入分液漏斗中，加入 10% 氯化鈉溶液 50 mL 及正己烷 20 mL，振盪一分鐘，靜置分層，棄正己烷層，再以二氯甲烷萃取二次，每次 70 mL，振盪萃取二分鐘，靜置分層，取有機溶媒層以無水硫酸鈉脫水，合併收集於濃縮瓶中，於 35°C 水浴減壓濃縮至乾，以二氯甲烷溶解並定容至 10 mL，取 1 mL 以氮氣吹乾，再以丙酮溶解並定容至 5 mL，供作檢液。

3. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 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，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中克草之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中克草含量 (ppm)} = \frac{C \times V \times 10}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中克草之濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後以丙酮定容之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

氣相層析測定條件

層析管溫度：200°C

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

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.05 ppm。

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑草殺淨之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods
—Test of Ametryn, a Herbicide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於小漿果類、甘蔗類中草殺淨
(ametryn; 2-ethylamino-4-isopropylamino-6-methylthio-1,3,5-triazine)
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：氮磷檢出器(nitrogen phosphorus detector, NPD)

2.1.1.2.層析管：DB-17毛細管，內膜厚度 $1.0 \mu\text{m}$ ，內徑 0.53 mm
 $\times 30 \text{ m}$ 。

2.1.2.攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶劑者。

2.1.3.振盪器(Shaker)。

2.1.4.減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2.試藥：正己烷、丙酮、二氯甲烷均採用殘量級；無水硫酸鈉、硫
酸鈉均採用化學試藥特級；草殺淨對照用標準品。

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(Buechner funnel)：直徑 11 cm 。

2.3.4.分液漏斗： 250 mL 。

2.3.5.濃縮瓶： 250 mL 。

2.4.標準溶液之配製：

稱取草殺淨對照用標準品約 100 mg ，精確稱定，以丙酮溶解並
定容至 100 mL ，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋至 $0.4\sim3.0 \mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

2.5. 檢液之調製：

將檢體細切，以均質機均質後，精確稱取20 g置於廣口瓶內，加入蒸餾水20 mL及丙酮80 mL，振搖三分鐘，抽氣過濾，並以丙酮30 mL洗滌殘渣及廣口瓶，合併濾液於分液漏斗中，加入蒸餾水30 mL，硫酸鈉2 g，分別以二氯甲烷80 mL及50 mL萃取，合併二氯甲烷層，經無水硫酸鈉脫水後，收集於濃縮瓶內，於35 °C水浴減壓濃縮至乾，以丙酮約5 mL溶洗濃縮瓶至5 mL定容瓶中，再以氮氣吹之濃縮至約1 mL後，以正己烷定容供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2~5 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下述條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中草殼淨之含量(ppm)：

$$C \times V$$

$$\text{檢體中草殼淨之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰高度求得檢液中草殼淨之濃度(μ g/mL)

V：檢體最後經定容之體積(5 mL)

M：取樣分析檢體之重量(20 g)

氣相層析測定條件：

層析管溫度:180°C

檢出器溫度:250°C

注入器溫度:210°C

移動相氣體氮氣流速:15 mL/min

燃燒用氣體氬氣流速:20 mL/min

助燃用氣體空氣流速:100 mL/min

備註：本檢驗方法之最低檢出量為0.01 ppm

食品中殘留農藥檢驗方法—殺菌劑滅達樂之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods —
Test of Metalaxyl, a Fungicide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於雜糧類、根菜類、小漿果類、果菜類、包葉菜類、小葉菜類、瓜菜類與米類中滅達樂 (metalaxyl; methyl N-(2-methoxy)-N-(2,6-dimethyl)-DL-alaninate) 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：氮磷檢出器 (nitrogen phosphorous detector, NPD)。

2.1.1.2.層析管：3% OV-1 Chromosorb WHP 80~100 mesh, 內徑 2 mm x 1.8 m。

2.1.2.攪拌均質器 (Blender)。

2.1.3.減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。

2.1.4.烘箱：通風式；溫度可達130°C以上者。

2.2.試藥：甲醇、二氯甲烷、無水硫酸鈉、氯化鈉、正己烷、乙腈、乙醚及氧化鋁均採用化學試藥特級；氯化鋁 (70~230 mesh) 採用化學試藥級，滅達樂對照用標準品。

2.3.器具及材料：

2.3.1.抽氣瓶：容量為500 mL。

2.3.2.別區奈式漏斗 (Büchner funnel)：直徑11 cm。

2.3.3.分液漏斗：500 mL。

2.3.4.濃縮瓶：300 mL, 250 mL。

2.3.5.氧化鋁管柱：內徑2.0 cm x 30 cm之玻璃管柱，內填充10%純冰去活化之酸性氧化鋁10 g (註)，在去活化之氧化鋁上下各填入無水硫酸鈉2 g，管柱頂端再舖玻璃棉。

註：酸性氧化鋁於使用時加入其重量10%之水使其去活化。

2.4.標準溶液之配製：

稱取滅達樂對照用標準品約100 mg，以丙酮溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋至1.0~10 µg/mL，供作標準溶液。

2.5.檢液之調製：

2.5.1.萃取：

精確稱取切碎後之雜糧20 g、水果50 g 置入攪拌均質器內，若為雜糧類加水10 mL，靜置30分鐘，再各加入甲醇100 mL，高速攪拌2分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以甲醇洗滌殘渣，合併濾液，於40°C水浴中減壓濃縮至無甲醇，加入5%氯化鈉溶液150 mL於濃縮瓶搖盪後，倒入分液漏斗中，再每次以二氯甲烷75 mL萃取兩次，每次兩分鐘，收集二氯甲烷層，加入無水硫酸鈉20 g 脫水過濾後，用正己烷(先經乙腈1:1飽和過)100 mL將濃縮液洗入分液漏斗中，再加入乙腈(先經正己烷1:1飽和過)100 mL萃取2分鐘，收集乙腈層，於40°C水浴中減壓濃縮至乾，加入正己烷：乙醚 (1:1) 溶液5 mL，供淨化用。

2.5.2.淨化：

氧化鋁管柱先以正己烷30 mL潤濕，將2.5.1.節濃縮液注入管柱，每次以正己烷：乙醚 (1:1) 溶液5 mL 溶液洗濃縮瓶二次，合併洗液注入管柱，再以正己烷：乙醚 (1:1) 溶液60 mL注入管柱，收集於濃縮瓶中，於40°C水浴中減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至5 mL，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液 $2 \mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中滅達樂之含量(ppm)：

$$\text{檢體滅達樂中之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰高度求得檢液中滅達樂之濃度 ($\mu\text{g/mL}$)。

V：檢體最後經定容之體積 (5 mL)。

M：取樣分析檢體之重量 ($20 \text{ g}, 50 \text{ g}$)。

氣相層析測定條件：

層析管溫度： 200°C 。

檢出器溫度： 260°C 。

注入器溫度： 230°C 。

移動相氣體氮氣流速： 30 mL/min 。

燃燒用氣體氮氣流速： $3.5 \pm 0.1 \text{ mL/min}$ 。

助燃用氣體空氣流速： $100 \sim 120 \text{ mL/min}$ 。

備註：本檢驗方法之最低檢出量為 0.03 ppm 。

食品中農藥殘留檢驗方法—殺蟲劑免扶克代謝產物之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods—
Test of Benfuracarb Metabolite, a Carbamate Insecticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米糧類、柑桔類、包葉菜類、小葉菜類中免扶克代謝產物 (carbofuran, 3-OH carbofuran及3-keto carbofuran) 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：螢光檢出器 (fluorescence detector)。

2.1.1.2. 層析管： c_{11} , 內徑 3.9 mm × 30 cm。

2.1.1.3. 溶媒輸送系統：具移動相溶液，氫氧化鈉及鄰苯二甲醛溶液輸送系統。

2.1.1.4. 後置反應裝置 (Post-column reactor)。

2.1.1.4.1. 恒溫槽：可加熱至 90°C。

2.1.1.4.2. 氢氧化鈉溶液反應圈：內徑 0.5 mm × 10 m。

2.1.1.4.3. 鄰苯二甲醛溶液反應圈：內徑 0.3 mm × 5 m。

2.1.2. 攪拌均質器 (Blender)：適用於有機溶媒者。

2.1.3. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)

2.1.4. 晃箱：通風式，溫度可達 130°C 以上者。

2.2. 試藥：丙酮、無水硫酸鈉、氯化鈉、二氯甲烷、乙酸乙酯、鄰苯二甲醛、硼酸鈉 (sodium borate decahydrate)、乙硫醇 (2-mercaptoethanol)、氫氧化鈉及鹽酸均採用化學試藥特級，矽酸鎂 (60~100 mesh)、活性碳及矽藻土均採用化學試藥級，免扶克代謝產物對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 抽氣瓶：容量為 500 mL。

2.3.2. 別區奈式漏斗 (Büchner funnel)：直徑 11cm。

2.3.3. 分液漏斗：500 mL。

2.3.4. 濃縮瓶：300 mL, 250 mL。

2.3.5. 矽酸鎂管柱：內徑 2.0 cm × 30 cm 之玻璃管柱內填充 6% 純水去活化之矽酸鎂 10g (註)，並在其上加活性碳：矽藻土 (1:4) 混合物 5 g，且上下各填入無水硫酸鈉 2 g，管柱頂端再鋪玻璃棉。

註：矽酸鎂先以 130°C 加熱 15 小時活化後，置於乾燥器中冷卻備用。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 移動相溶液：

乙腈與去離子水以 50:50 (v/v) 之比例混勻後，以濾膜過濾，取濾液作移動相溶液。

2.4.2. 0.05N 氢氧化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉 20 g 以去離子水溶解並定容至 100 mL，臨用前再取 10 mL 以去離子水稀釋至 1000 mL。

2.4.3. 0.05N 硼酸鈉溶液：

稱取硼酸鈉 19.1 g 以去離子水溶解並定容至 1000 mL。

2.4.4. 鄰苯二甲醛溶液：

稱取鄰苯二甲醛 0.5 g 以甲醛溶解並定容至 10 mL，倒入 1000 mL 定容瓶中，以 0.05 N 硼酸鈉溶液稀釋定容至 1000 mL，混合均勻後，經 0.45 μm 濾紙過濾，再加入乙硫醇 1 mL 混合均勻。

2.5. 標準溶液之配製：

稱取免扶克代謝產物對照用標準品 100 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至 100 mL 作為標準原液，使用時再以甲醇稀釋至 0.1~1.0 μg/mL，供作標準溶液。

6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

精確稱取磨碎或切碎之米類20 g、水果50 g、蔬菜50 g置入攪拌均質器內，若為米類加純水10 mL，靜置30分鐘，各加入丙酮150 mL，高速攪拌2分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液，於40°C水浴中減壓濃縮至無丙酮，加入0.25N鹽酸100 mL於濃縮瓶搖盪後，再以90°C水浴迴流30分鐘，待回復室溫後，倒入分液漏斗中，以二氯甲烷每次100 mL萃取兩次，收集二氯甲烷層，再加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，於40°C水浴中減壓濃縮至乾，加入二氯甲烷溶劑5 mL，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

去活化之矽酸鎂管柱先以二氯甲烷50 mL潤濕，將2.6.1.節濃縮液注入管柱，以二氯甲烷每次5mL洗濃縮瓶二次，合併洗液注入管柱，以二氯甲烷140 mL注入管柱，再以二氯甲烷：乙酸乙酯(1 : 1)溶液100 mL注入管柱，合併收集於濃縮瓶中，於40°C水浴中減壓濃縮至乾，以乙腈溶解並定容至5 mL，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20 μ L分別注入液相層析儀中，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，並依另取之標準溶液按上述方法做出檢量線，求出檢體中免扶克代謝產物之含量(ppm)：

C \times V

檢體中免扶克代謝產物之含量(ppm)：_____

M

C：由檢量線或波峰高度求得檢液中免扶克代謝產物之濃度(μ g/mL)。

V：檢體最後經定容之體積(5 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(20 g, 50 g)。

高效液相層析測定條件：

層析管柱：C₁₈，內徑3.9 mm x 30 cm。

移動相溶液：依2.4.1.節所調製之溶液。

流速：移動相溶液：1.0 mL/min。

氫氧化鈉溶液：0.4 mL/min。

鄰苯二甲酸溶液：0.4 mL/min。

螢光檢出器：激發波長338 nm，發散波長420 nm。

後置反應槽溫度：90°C。

備註：本檢驗方法之最低檢出量carbofuran, 3-OH carbofuran及3-Keto carbofuran均為0.01 ppm。

食品中殘留農藥檢驗方法——氨基甲酸鹽劑免敵克之檢驗(二)

Method of Test for Pesticide Residues in Foods ——

Test of Bendiocarb derivative, a Carbamate Pesticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米類、瓜果類、核果類中免敵克(bendiocarb；學名2,3-isopropylidene dioxyphenyl N-methylcarbamate)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, 簡稱ECD)。

2.1.1.2. 層析管：3% OV-1 chromosorb WHP 100-120 mesh; 內徑2 mm X 1.8 m。

2.1.2. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶劑者。。

2.1.3. 振盪器(Shaker)。

2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2. 試藥：甲醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙腈、吡啶、乙醚、乙酸乙酯、三氟醋酸酐、無水硫酸鈉及氫氧化鈉均採用化學試藥特級，免敵克衍生物對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 抽氣瓶：容量為500 mL。

2.3.2. 別區奈式漏斗(Büchner funnel)：直徑12 cm。

2.3.3. 分液漏斗：125 mL及500 mL。

2.3.4. 活性碳-矽藻土管柱：內徑2.0 cm X 30 cm之玻璃管柱內填充活性碳:矽藻土(1:4)10 g，在其上下各填入無水硫酸鈉2 g，管柱頂端再鋪玻璃棉。

2.3.5. 濃縮瓶：300 mL及250 mL。

2.4. 標準溶液之配製：

稱取免敵克對照用標準品約100 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容為100 mL，作為標準原液，使用時再以甲醇稀釋成0.5-3.0 μ g/mL，供作標準溶液，進一步做三氟醋酸酐反應。

2.5. 檢液之調製：

2.5.1. 萃取：

精確稱取磨碎之米類20 g或切碎之瓜果類、核果類50 g置於攪拌均質器

中，若為米類加純水10 mL，靜置30分鐘，再各加入丙酮150 mL，高速攪拌一分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液於濃縮瓶中，以40°C水浴減壓濃縮至無丙酮，加入10%氯化鈉溶液150 mL搖盪後，倒入分液漏斗中，再以每次二氯甲烷100 mL萃取兩次，收集二氯甲烷層，再加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，於40°C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷100 mL(需先經乙腈以1:1比例飽和)將濃縮液洗入分液漏斗中，再加乙腈100 mL(需先經正己烷以1:1比例飽和)萃取二分鐘，收集乙腈層，於40°C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷10 mL溶解並定容，取半量5 mL作淨化用。

2.5.2. 淨化：

活性碳-矽藻土管柱先以二氯甲烷50 mL潤濕，將2.5.1節濃縮液注入管柱，以二氯甲烷每次5 mL洗濃縮瓶二次，合併洗液注入管柱，以二氯甲烷150 mL注入管柱，收集於濃縮瓶，於40°C水浴減壓濃縮至乾，與三氟醋酸酐反應形成衍生物。

2.5.3. 三氟醋酸酐反應：

將2.5.2.節之濃縮液加入乙酸乙酯0.2 mL，吡啶0.1 mL，三氟醋酸酐0.2 mL，搖盪一分鐘使其均勻，並靜置30分鐘，使反應完全，加入乙醚0.3 mL，及正己烷30 mL，振盪一分鐘，用純水20 mL將其洗入125 mL分液漏斗中，萃取一分鐘，收集有機層並用無水硫酸鈉脫水過濾，再用乙腈35 mL將有機層洗入分液漏斗中，並萃取一分鐘，收集乙腈層減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至5 mL，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及經三氟醋酸酐衍生化之標準溶液各2~5 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下述條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之。並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中免敵克之含量(ppm)：

$$\text{檢體中免敵克之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中免敵克之濃度(μ g/mL)。

V：檢體經抽取後淨化前之定量體積(10 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(20 g或50 g)。

氣相層析偵測條件：

層析管溫度：140°C。

注入器溫度：160°C。

檢出器溫度：160°C。

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min。

備註：本檢驗方法最低檢出量為0.03 ppm。

食品中農藥殘留檢驗方法——殺蟲劑布芬淨之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food Test of Buprofezin, an Insecticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米類、核果類中布芬淨 (buprofezin; 學名 2-tert-butylimino-3-isopropyl-5-phenylperhydro-1,3,5-thiadiazinan-4-one) 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：氮磷檢出器 (nitrogen phosphate detector, NPD)
 - 2.1.1.2. 層析管：3% OV-1 Chromosorb WHP 80~100 mesh, 內徑 2 mm × 1.8 m。
 - 2.1.2. 攪拌均質器 (Blender)：適用於有機溶劑者。
 - 2.1.3. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：丙酮、正己烷、鹽酸、氫氧化鈉、無水硫酸鈉均採用化學試藥特級，布芬淨對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：容量為 500 mL。
 - 2.3.2. 別區奈式漏斗 (Buchner funnel)：直徑 11 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：500 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：300 mL 及 250 mL。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

稱取布芬淨對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以正己烷稀釋至 1.0~8.0 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：

精確稱取切碎後之水果 50 g 或磨碎後之米類 20 g 置於攪拌均質器內，如為米類須加純水 10 mL，靜置 30 分鐘，再各加入丙酮 150 mL，高速攪拌一分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液，於 40°C 水浴中減壓濃縮至無丙酮，取正己烷 40 mL 分次洗濃縮瓶，倒入內裝 0.25N 鹽酸溶液 50 mL 分液漏斗中，振盪一分鐘後，靜置分層，收集水層，再以每次 0.25N 鹽酸溶液 50 mL 萃取兩次，收集水層，水層加入 1N 氫氧化鈉溶液 40 mL，測 pH 值並記錄之，

使pH值在7~8之間，再以每次正己烷50 mL萃取三次，收集正己烷層，加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，於40°C水浴中減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至5 mL後，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2~5 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下述條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峯之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中布芬淨之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中布芬淨之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峯高度求得檢液中布芬淨之濃度 (μ g/mL)

V：檢體最後經定容之體積 (5 mL)

M：取樣分析檢體之重量 (20 g, 50 g)

氣相層析測定條件：

層析管溫度：210°C

檢出器溫度：250°C

注入器溫度：230°C

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min

燃燒用氣體氬氣流速：3.5 mL/min

助燃用氣體空氣流速：80~120 mL/min

備註：本檢驗方法之最低檢出量為 0.03 ppm。

食品中殘留農藥檢驗方法——氨基甲酸鹽劑必汰草之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods —— Test of Pyridate, a Carbamate Pesticide

1.適用範圍：本檢驗方法適用於雜糧類、乾豆類中必汰草(pyridate; 6-chloro-3-phenylpyridazin-4-yl S-octyl thiocarbonate)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-608毛細管，內膜厚度0.83 μm，內徑0.53 mm × 30 m。

2.1.2. 搅拌均質器(Blender)。

2.1.3. 振盪器(Shaker)。

2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2. 試藥：丙酮、二氯甲烷採用殘量級，無水硫酸鈉、氯化鈉採用試藥特級，必汰草對照用標準品。

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. 砂藻土過濾層析管柱(Florisil cartridge)。

2.3.5. 濃縮瓶：100 mL及500 mL。

2.4. 標準溶液之配製：

稱取必汰草對照用標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容為100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋成濃度在0.25~2.0 μg/mL之系列溶液，供作標準溶液。

2.5. 檢液之調製：

2.5.1. 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100 mL，振盪3~5分鐘，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，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40°C水浴減壓濃縮至無丙酮。以二氯甲烷30 mL分次洗濃縮瓶，倒入分液漏斗內，並加入飽和食鹽水30 mL、蒸餾水100 mL，振盪1分鐘，靜置分層後，取二氯甲烷層經無水硫酸鈉脫水後，收集於濃縮瓶；再以二氯甲烷30 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，於40°C水浴減壓濃縮至2~3 mL，以二氯甲烷洗出並定容至10 mL，供作檢液。

2.5.2. 淨化：

取2.5.1.節之二氯甲烷定容液2 mL，注入已經二氯甲烷3 mL潤洗過之砂藻土過濾層析管柱，流出液收集於濃縮瓶中，並以二氯甲烷10 mL、5 mL分次沖提於同一濃縮瓶中，以40°C水浴減壓濃縮至乾，以丙酮溶解並定容至2 mL供做檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各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，就檢液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中必汰草之含量(ppm)：

$$\text{檢體中必汰草含量 (ppm)} = \frac{C \cdot V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中必汰草之濃度(μ g/mL)。

V：檢體經抽取後淨化前之定量體積(10 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(20 g)。

氣相層析偵測條件：

層析管溫度：270°C。

注入器溫度：280°C。

檢出器溫度：320°C。

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min。

備註：最低檢出量為0.01 ppm。