

食品中殘留農藥檢驗方法—殺蟲劑克芬松之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Test of
Chlorfenvinphos, an Insecticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於包葉菜類及根菜類中克芬松(chlorfenvinphos; 2-chloro-1-(2,4-dichlorophenyl) vinyl diethyl phosphate)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：火焰光度檢出器(flame photometric detector, FPD)，附有波長526 nm之磷選擇性濾光鏡。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-1毛細管，內膜厚度1.5 μm ，內徑0.53 mm $\times$ 40 m，或同級品。
 - 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：丙酮及正己烷採用殘量級；氯化鈉及無水硫酸鈉採用化學試藥特級；微結晶纖維素(microgranular cellulose)及活性碳採用管柱層析級；矽藻土採用化學分析級；克芬松Z-異構物及克芬松E-異構物對照用標準品。
 - 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：500、1000 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：500、1000 mL。
 - 2.3.5. 三角燒瓶：500 mL。
 - 2.3.6. 微結晶纖維素與活性碳混合物管柱：取微結晶纖維素與活性碳(9:1)混合物5 g，加入丙酮使成懸浮液，充填於內徑1.5 cm $\times$ 30 cm之玻璃管柱。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

取克芬松Z-異構物及克芬松E-異構物對照用標準品各約100 mg，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，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100 g，精確稱定，置於分液漏斗中，加入丙酮300 mL，振盪5分鐘，倒入附有濾紙且上鋪1 cm厚度矽藻土之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，殘渣再以丙酮100 mL同樣操作一次，合併濾液，於40°C以下水浴減壓濃縮至無丙酮，加水50 mL溶解，移入分液漏斗中，再以正己烷50 mL清洗濃縮瓶，洗液合併於分液漏斗。加入正己烷100 mL、水250 mL及飽和氯化鈉溶液50 mL，振盪5分鐘，靜置分層，正己烷層移入三角燒瓶中。水層再以正己烷100 mL同樣操作一次，收集正己烷層併入三角燒瓶中，加入無水硫酸鈉30 g，時時振搖，放置1小時後過濾。以正己烷50 mL清洗容器，再以該洗液洗滌濾紙上之殘渣，合併濾液，於40°C以下水浴減壓濃縮，除去大部分正己烷，再於室溫以空氣吹乾，殘留物以丙酮10 mL溶解，供淨化用。

2.5.2. 淨化：

取2.5.1節供淨化用溶液注入微結晶纖維素與活性碳混合物管柱，以丙酮100 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶中，於40°C以下水浴減壓濃縮，除去大部分丙酮，再於室溫以空氣吹乾，殘留物以丙酮溶解後定容至 1 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各2 µL，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克芬松Z-異構物及克芬松E-異構物之含量總和(ppm)：

檢體中克芬松Z-異構物及克芬松E-異構物含量(ppm)

$$= \frac{C_Z \times V}{M} + \frac{C_E \times V}{M}$$

C_Z ：由克芬松Z-異構物標準曲線或波峰面積求得檢液中克芬松Z-異構物之濃度(µg/mL)

C_E ：由克芬松E-異構物標準曲線或波峰面積求得檢液中克芬松E-異構物之濃度(µg/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：230～250℃

檢出器溫度：250℃

注入器溫度：200℃

注入模式：不分流(splitless)

移動相氣體氮氣流速：調整流速使克芬松E-異構物之滯留時間約為5分鐘。

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為0.02 ppm。

參考文獻

1. 「今日の農業」編輯室。1998。クロルフェンビンホス。農藥登録保留基準ハンドブック作物，水質残留基準と試験法，改訂三版。261-263頁。化學工業日報社。東京。日本。
2. 財團法人日本食品衛生協會。1996。第3章残留農藥。食品衛生検査指針(追補I)。57-66頁。東京。日本。