

食品中殘留農藥檢驗方法—殺草劑拔敵草之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Test of Butylate, a
Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於雜糧類中拔敵草(butylate; S-ethyl di-isobutylthiocarbamate)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394 nm之硫選擇性濾光鏡。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-608，內膜厚度0.83 μm ，內徑0.53 mm $\times$ 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：二氯甲烷採用殘量級；乙腈採用液相層析級；無水硫酸鈉及氯化鈉採用化學試藥特級；拔敵草對照用標準品。
 - 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：

取拔敵草對照用標準品約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50 g，精確稱定，加乙腈150 mL，均質三分鐘，抽氣過濾，並以乙腈50 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35°C水浴減壓濃縮至約70 mL，將濃縮液移至分液漏斗，以二氯甲烷70 mL分次洗濃縮瓶，併入分液漏斗中，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，收集於濃縮瓶中，水層再以二氯甲烷50 mL振盪萃取一次，靜置分層，取二氯甲烷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，求出檢體中拔敵草之含量(ppm)：

$$\text{檢體中拔敵草含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積之平方根(註)求得檢液中拔敵草之濃度(μ g/mL)

V：檢體最後經定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：FPD附硫選擇性濾光鏡所產生之訊號與硫濃度之平方成正比。

氣相層析測定條件

層析管溫度：160°C

檢出器溫度：280°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體氮氣流速：5 mL/min

燃燒用氣體氫氣流速：20 mL/min

助燃用氣體空氣流速：內焰，14 mL/min；外焰，19 mL/min

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.03 ppm。