

食品中農藥殘量之檢驗方法－有機氯劑之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food -

Test of Organochlorine Pesticides

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中阿特靈(Aldrin)、靈丹(Lindane)、安特靈(Endrin)、地特靈(Dieldrin)、飛佈達(Heptachlor)、氧化飛佈達(Heptachlor epoxide)、蟲必死(BHC)、滴滴涕(DDT)、滴滴易(DDE)之檢驗。

2. 檢驗方法：氣相層析測定法(Gas Chromatography)。

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)。

2.1.1.2. 層析管：內徑2 mm、長度2 m之玻璃管。

2.1.1.3. 層析管用填充劑：

i) Chromosorb WHP (80/100 mesh)上覆被有 SE-30 3%

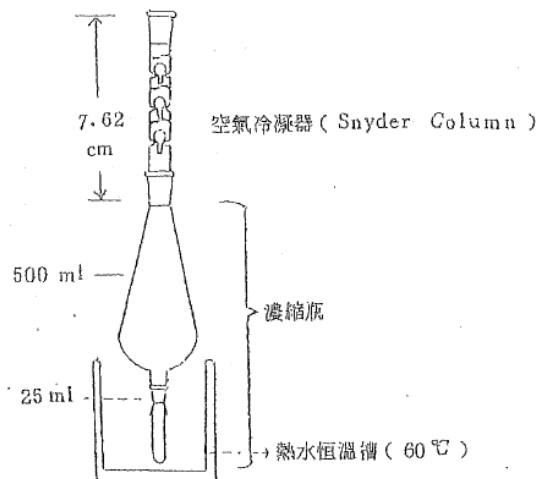
ii) Chromosorb WHP (80/100 mesh)上覆被有 OF-1 5%

iii) Chromosorb WHP (80/120 mesh)上覆被有 1.5% SP 2250/1.95% SP2401

iv) Chromosorb WHP (80/100 mesh)上覆被有 2.5%OF-1/2.5% DC-200

2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。

2.1.3. Kuderna Danish (K-D) 濃縮裝置。如圖一



圖一 Kuderna Danish (K-D) 濃縮裝置

2.2. 試藥：石油醚、乙醚、無水硫酸鈉、乙腈、氯化鈉、苯均採用試藥特級。矽酸鎂(60-100 mesh)、活性白土(Attapulugus clay)、寅

式塩(Celite)、活性炭(Nuchar carbon)均採用試藥級。

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)直徑為12 cm。

2.3.3. 分液漏斗。

2.3.4. 無水硫酸鈉管柱：內徑2.5 cm之玻璃管，使用時可填充無水硫酸鈉高度5 cm者。

2.3.5. 矽酸鎂管柱：內徑2.2 cm內填10 cm活化後之矽酸鎂(註一)，在矽酸鎂上覆蓋1.5 cm高度之無水硫酸鈉者。

2.4. 標準溶液之調製：

精確稱取阿特靈、靈丹、安特靈、地特靈、飛佈達、氧化飛佈達、蟲必死、滴滴涕、滴滴易等標準品各100 mg，分別溶於苯使成100 mL，再以苯稀釋至0.05-0.1 ppm 供作標準溶液。

2.5. 混合活性吸著劑之調製：

取無水硫酸鈉、活性白土、寅式塩、活性炭以10：5：5：2之比例混合均勻，於130°C繼續加熱12小時後，置於乾燥器中放冷備用。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 脂肪性檢體：

2.6.1.1. 檢體取量：

2.6.1.1.1. 動物性檢體：精確稱取切碎後之檢體25-50 g 供抽出用。

2.6.1.1.2. 油脂性檢體：精確稱取少於3 g 供萃取用。

2.6.1.2. 抽出：

精確稱取切碎後之檢體25-50 g置於攪拌均質器中加無水硫酸鈉100 g及少量水充分攪拌再加石油醚150 mL並高速攪拌2分鐘後，取上層液(石油醚層)，以別區奈式漏斗濾入抽氣瓶中，再以每次100 mL之石油醚加入攪拌均質器中萃取兩次。每次攪拌2分鐘過濾。最後以少量石油醚多次清洗攪拌均質器，合併洗液200 mL，高速攪拌2分鐘後，以別區奈式漏斗濾入抽氣瓶中，濾液倒入250 mL之量筒，記錄其容量為F。移入1 L分液漏斗中，精確加入石油醚100 mL充分按振搖1-2分鐘，再加入水600 mL，飽和食鹽水10 mL，充分振搖30-45秒，靜置、分層，去除水層。石油醚層再以每次100 mL之水洗滌二次，去

除洗液，移入100 mL共栓之玻璃量筒中並記錄其容量為P，加入無水硫酸鈉15 g充分振搖後，直接通過矽酸鎂管柱，並按下式求出通過矽酸鎂管柱之檢體重量S (g)為

$$S = W \times F / 280 \times P / 100$$

W：稱取檢體之重量(g)

F：乙腈過濾後之容量(mL)

P：石油醚萃取液之容量(mL)

2.6.2.1.2. 淨化：同2.6.1.4.節。

2.6.2.2. 茶葉：

2.6.2.2.1. 萃取：

精確稱取9 g檢體加入540 mL沸水中加熱10分鐘，放冷後過濾取濾液360 mL於1 L分液漏斗中，每次以苯：丙酮(3:2) 250 mL萃取二次，苯層加入2%氯化鈉溶液150 mL充分振搖1分鐘後，靜置、分層，上層液移入三角瓶中。

2.6.2.2.2. 淨化：

稱取5 g混合活性吸著劑，加入2.6.2.2.1.節三角瓶中，充分振搖15秒，過濾於K-D濃縮瓶中濃縮至乾，加入5-10 mL丙酮使之完全溶解供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各3-5 μ L分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析。就檢液所得之波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之。並依另取之有機氯劑標準溶液按上述方法作成檢量線，求出檢體中有機氯劑之含量。

氣相層析測定條件

層析管填充劑	層析管溫度	檢出器溫度	注入器溫度	移動相氣體N ₂ 流量
i)	200°C	250°C	250°C	30 mL/min
ii)	200°C	250°C	250°C	30 mL/min
iii)	200°C	260°C	260°C	30 mL/min
iv)	210°C	260°C	260°C	30 mL/min

註一：矽酸鎂之活化，以130°C加熱，繼續12小時置於乾燥器中，放冷備用。

註二：抽出之脂肪量不得超出3 g。