

食品中殘留農藥檢驗方法－殺草劑氟氣比之檢驗
Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Test of Fluroxypyr, an
Herbicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類中氟氣比(fluroxypty, 4-amino-3,5-dichloro-6-fluoro-2-pyridyloxyacetic acid)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：
 - 2.1.1.2.1. DB-608 capillary column，內徑 0.53 mm × 30 m。
 - 2.1.1.2.2. DB-05 capillary column，內徑 0.53 mm × 30 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。
 - 2.2. 試藥：丙酮、甲醇、氫氧化鈉、硫酸、二氯甲烷、碳酸鈉、無水硫酸鈉、正丁醇、正己烷、矽酸鎂(60-100 mesh)採用化學試藥特級，氟氣比對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：容量為500 mL。
 - 2.3.2. 別區奈氏漏斗(Büchner funnel)：直徑11 cm。
 - 2.3.3. 濃縮瓶：300 mL, 250 mL。
 - 2.3.4. 矽酸鎂管柱：內徑2.0 cm × 30 cm之玻璃管柱，內填充活化之矽酸鎂6 g^(註)，在活化之矽酸鎂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. 標準溶液之配製：稱取氟氣比對照用標準品約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0.04-20.0 µg/mL供作標準溶液，再依2.5.2.節所述進一步做酯化反應。

2.5. 檢液之調製：

2.5.1. 萃取：

精確稱取切碎後之柑桔皮、柑桔肉50 g置於攪拌均質器中，加入20%氫氧化鈉·甲醇溶液100 mL，高速攪拌2分鐘後，倒入附有濾紙且上鋪矽藻土5 g之別區奈氏漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以20%氫氧化鈉·甲醇溶液洗滌殘渣，合併濾液並定容至250 mL，取定溶液50 mL倒入分液漏斗內，加入2 N硫酸溶液15 mL和純水60 mL，再以二氯甲烷100 mL萃取5分鐘，收集二氯甲烷層，再加入0.25 M碳酸鈉溶液30 mL萃取1分鐘，收集水層，再加入2 N硫酸溶液15 mL和純水15 mL，均勻搖盪1分鐘，再每次以二氯甲烷50 mL萃取兩次，每次1分鐘，收集二氯甲烷層，加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，於40°C減壓濃縮至乾，供酯化反應用。

2.5.2. 酯化反應：

將2.5.1.節濃縮物加入2%硫酸·正丁醇溶液1 mL，置於90°C水浴中反應30分鐘，待回復室溫後，加入純水30 mL搖盪均勻後，倒入分液漏斗中，每次以正己烷30 mL萃取兩次，每次1分鐘，收集正己烷層，以無水硫酸鈉10 g脫水過濾後，於40°C減壓濃縮至乾，以正己烷溶解後定容至5 mL，供淨化用。

2.5.3. 淨化：

將2.5.2.節濃縮液注入先以正己烷30 mL潤濕之矽酸鎂管柱，每次以正己烷5 mL洗濃縮瓶兩次，合併洗液注入管柱，先以正己烷40 mL沖洗管柱，再以15% 二氯甲烷·正己烷溶液40 mL沖洗，流出液棄之，再以二氯甲烷120 mL沖提並收集於濃縮瓶，於40°C減壓濃縮至乾，以正己烷溶解後定容至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酯化物0.5-1 µL分別注入氣相層析儀中，參

照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液酯化物所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液酯化物按上述方法作出檢量線，求出檢體中氟氯比之含量(ppm)：

$$\text{檢體中氟氯比之含量(ppm)} = \frac{5C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰高度求得檢液中氟氯比之濃度($\mu\text{g/mL}$)。

V：檢體最後經定容之體積(5 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(50 g)。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：210°C。

檢出器溫度：280°C。

注入器溫度：240°C。

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min。

備註：本檢驗方法之最低檢出量為0.02 ppm。