

食品中殘留農藥檢驗方法－殺菌劑賽福座及其代謝物之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods -

Test of Triflumizole and Its Metabolite, a Fungicide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於瓜菜類、瓜果類、梨果類及小漿果類中賽福座 (triflumizole ; *(E)*-4-chloro- α, α, α -trifluoro-N-(1-imidazol-1-yl-2-propoxyethylidene)-*o*-toluidine) 及其代謝物 (triflumizole metabolite ; *(E)*-4-chloro- α, α, α -trifluoro-N-(1-amino-1-yl-2-propoxyethylidene)-*o*-toluidine)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 238 nm 波長之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：Nucleosil C₁₈，5 μ m，內徑 6.0 mm \times 20 cm，或同級品。
 - 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：丙酮、二氯甲烷、正己烷及無水硫酸鈉採用殘量級；甲醇及乙腈採用液相層析級；碳酸鈉、碳酸氫鈉、磷酸及氯化鈉採用化學試藥級；矽酸鎂採用化學試藥特級；賽福座及其代謝物對照用標準品。
 - 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 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：250 mL、300 mL。
 - 2.3.5. 濾膜：孔徑0.45 μ m，polyvinylidene difluoride材質。
 - 2.3.6. 矽酸鎂管柱：取去活化之矽酸鎂10 g (註)加正己烷使成懸浮液，充填於內徑1.5 cm \times 30 cm之、下端填入玻璃棉之玻璃管柱，在去活化之矽酸鎂上面填入無水硫酸鈉5 g。

註：矽酸鎂使用時加入其重量5%之水使其去活化。

2.4. 碳酸鹽緩衝溶液(3 mM, pH 9.2) 之調製:

取0.2 M 碳酸鈉溶液0.8 mL及0.2 M碳酸氫鈉溶液9.2 mL混勻，並以去離子水稀釋至660 mL。

2.5. 移動相之調製：

乙腈與3 mM碳酸鹽緩衝溶液以7：3 (v/v)之比例混勻，以磷酸調pH值至9.0後，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取賽福座及其代謝物對照用標準品各約100 mg，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，以乙腈溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1. 萃取：

取切碎後之檢體約20 g，精確稱定，若為梨果類及小漿果類則先加0.2 M碳酸鈉溶液5~10 mL，使pH值在5~7之間，各加入甲醇80 mL，振搖30分鐘，抽氣過濾，並以甲醇30 mL清洗容器，再以該洗液洗滌殘渣，合併濾液移入分液漏斗中，加入氯化鈉5 g及去離子水100 mL，再以二氯甲烷萃取二次，每次80 mL，每次振搖萃取5分鐘，靜置分層，有機層經無水硫酸鈉脫水過濾後，於40°C以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以丙酮：正己烷(5:95, v/v)溶解並定容至10 mL，供淨化用。

2.7.2. 淨化：

將2.7.1.節供淨化用溶液注入預經正己烷潤濕之矽酸鎂管柱，以丙酮：正己烷(5:95, v/v)溶液50 mL沖洗管柱，棄流出液，再以丙酮：正己烷(10:90, v/v)溶液100 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶，於40°C以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以乙腈溶解並定容至2 mL供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 μ 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，並依標準曲線求出檢體中賽福座或其代謝物之含量

(ppm)：

$$\text{檢體中賽福座或其代謝物之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中賽福座或其代謝物之濃度
($\mu\text{g/mL}$)

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：Nucleosil C₁₈，5 μm ，內徑6.0 mm \times 20 cm

紫外線檢出器：波長238 nm

移動相溶液：依2.5.節所調製之溶液

移動相流速：1.0 mL/min

備註：本檢驗方法賽福座及其代謝物之最低檢出限量為0.01 ppm。

參考文獻

Shiga, N., Matano, O. and Goto, S. 1987. Residue analysis of triflumizole and its metabolite in crops by high-performance liquid chromatography. *Journal of Chromatography* 396: 327-335.