

食品中殘留農藥檢驗方法—殺蟎劑錫蟎丹之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods- Test of Cyhexatin, an Acaricide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於柑桔類、核果類及特作類中錫蟎丹(cyhexatin, tricyclohexyltin hydroxide)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 393nm 之硫選擇性濾光鏡。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-608 毛細管，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 以上者。
 - 2.2. 試藥：丙酮、氯化鈉、氯仿、無水硫酸鈉、正己烷、二氯甲烷、濃鹽酸、格林鈉試劑及乙醚均採用化學試藥特級，矽酸鎂(60~100 mesh)均採用化學試藥級，錫蟎丹對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：容量為 500 mL。
 - 2.3.2. 別區奈式漏斗(Büchner funnel)：直徑 11 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：500 mL，125 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：300 mL，250 mL。
 - 2.3.5. 矽酸鎂管柱：內徑 2.0 cm × 30 cm 之玻璃管柱，內填充 8% 純水去活化之矽酸鎂 10 g (註)，在去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：

稱取錫蟎丹對照用標準品約 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 0.25~4.0 µg/mL，供作標準溶液。
 - 2.5. 衍生化反應：

分別取 0.25、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0 ppm 標準溶液各 1 mL 置入濃縮瓶中，轉入抽氣櫃中操作，加乙醚 20 mL 至濃縮瓶中，再加格任亞試劑(Grignard Reagent) 3 mL，用手搖盪 5 分鐘，加純水 10 mL 和濃鹽酸 1 mL，搖盪均勻，倒入分液漏斗中，每次以乙醚 20 mL 萃取兩次，各 1 分鐘，加入無水硫酸鈉 10 g 脫水後，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，分別以丙酮定容至 1 mL。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

精確稱取切碎後之特作類 6 g、水果 50 g 置入攪拌均質器內，若為特作類加純水 10 mL，靜置 30 分鐘，再加入丙酮 120 mL，高速攪拌 1 分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，以丙酮洗滌殘渣，合併濾液，於 40°C 水浴中減壓濃縮至無丙酮，加入飽和氯化鈉溶液 150 mL 於濃縮瓶，搖盪後倒入分液漏斗中，再每次以氯仿 100 mL 萃取兩次，每次兩分鐘，收集氯仿層，加入無水硫酸鈉 20 g 脫水過濾後，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，依 2.5.節進行衍生化反應後，最後以正己烷：二氯甲烷(1:1)溶液 5 mL 溶解後，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

矽酸鎂管柱先以正己烷 30 mL 潤濕，將 2.6.1.節濃縮液注入管柱，每次以正己烷：二氯甲烷(1:1)溶液 5 mL 洗濃縮瓶二次，合併洗液注入管柱，再以正己烷：二氯甲烷(1:1)溶液 110 mL 注入管柱，收集於濃縮瓶中，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，以丙酮溶解並定容至 5 mL，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及形成衍生物之標準溶液 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，就檢液與標準溶液衍生物所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液衍生物按上述方法作出檢量線，求出檢體中錫蟬丹之含量(ppm)：

$$\text{檢體錫蟬丹中之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰高度求得檢液中錫蟬丹衍生物之濃度 (μ 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(6 g, 50 g)。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：220°C。

檢出器溫度：250°C。

注入器溫度：240°C。

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min。

燃燒用氣體氫氣流速：110 mL/min。

助燃用氣體空氣流速：250 mL/min。

備註：本檢驗方法之最低檢出量為 0.1 ppm。