

食品中殘留農藥檢驗方法—殺蟎劑大克蟎之檢驗(二)
Method of Test for Pesticide Residues in Foods-
Test of Dicofol, an Acaricide (2)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽水產品之肌肉組織中大克蟎(dicofol; 2,2,2-trichloro-1,1-bis(4-chlorophenyl)ethanol)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：DB-5毛細管，內膜厚度1.5 μm ，內徑0.53 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 粉碎機(Grinder)。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.1.5. 水浴槽。
 - 2.2. 試藥：乙腈、乙酸乙酯及正己烷均採用液相層析級；醋酸及氯化鈉採用化學試藥特級；大克蟎對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 廣口瓶：500 mL，PE材質。
 - 2.3.2. 抽氣瓶：500 mL。
 - 2.3.3. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑11 cm。
 - 2.3.4. 液/液萃取匣(Liquid/liquid extraction cartridge)：多孔性矽藻土，Varian Chem Elut cartridge，檢液負荷量20 mL，或同級品。附流速控制閥。
 - 2.3.5. 濃縮瓶：100 mL、500 mL。
 - 2.3.6. 矽酸鎂固相萃取匣(Florisil cartridge for solid phase extraction)：1 g，6 mL。
 - 2.3.7. 濾膜：孔徑0.22 μm ，Nylon材質。
 - 2.4. 1%醋酸之乙腈溶液之調製：

量取醋酸10 mL加入乙腈使成1 L。

2.5. 標準溶液之配製^(註1)：

取大克蟎對照用標準品約10 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至100 mL，作為標準原液。使用時再以正己烷稀釋至2 µg/mL，供作標準溶液。

註1：大克蟎貯存於丙酮中極不安定，故不可以丙酮配製標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

取均質後之檢體約9 g，精確稱定，置於廣口瓶中，加入水9 mL，混勻後，靜置20分鐘。加入含1%醋酸之乙腈溶液60 mL，振搖萃取3分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶，再以含1%醋酸之乙腈溶液20 mL重複萃取一次，過濾後合併濾液，於40°C以下水浴減壓濃縮至無有機溶媒。加入20%氯化鈉溶液2 mL於濃縮液中，混合後倒入液/液萃取匣，靜置10分鐘，以正己烷80 mL分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，流速控制為每分鐘約3~5 mL，收集沖提液，於40°C以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以正己烷溶解並定容至5 mL (V)，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

取2.6.1節供淨化用之溶液2 mL，注入預經正己烷10 mL潤洗之矽酸鎂固相萃取匣，以含2%乙酸乙酯之正己烷溶液20 mL分次沖提矽酸鎂固相萃取匣，收集沖提液，於40°C以下水浴減壓濃縮至乾，殘留物以正己烷溶解並定容至2 mL，經濾膜過濾後供作檢液原液。取檢液原液500 µL與正己烷500 µL，混合均勻，供作檢液。

2.7. 基質匹配檢量線(Matrix-matched calibration curve)之製作：

取空白檢體，依2.6節調製檢液原液，分別量取500 µL，分別加入2 µg/mL標準溶液10~500 µL，再加入正己烷使成1000 µL，混合均勻。參照下列條件進行氣相層析，就波峰面積與對應之濃度，製作成0.02~1.0 µg/mL之檢量線。

氣相層析測定條件^(註2)：

層析管溫度：

初溫：150°C，2 min

溫度上升速率：8°C/min

終溫：280°C，10 min

注入器溫度：170°C

檢出器溫度：300°C

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min

輔助相氣體氮氣流速：20 mL/min

註2：大克蟎對熱不穩定，經注射口易降解而產生4,4'-dichlorobenzophenone (DCBP)，可採用直接管端注射，或脈衝式不分流注射(pulsed splitless injection)並配合去活化內管(deactivated liner)，以降低此現象之發生。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 µL，分別注入氣相層析儀中，參照2.7節氣相層析條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中大克蟎之含量(ppm)：

$$\text{檢體中大克蟎之含量(ppm)} = \frac{C \times V \times 2}{M}$$

C：由基質匹配檢量線求得檢液中大克蟎之濃度(µg/mL)

V：檢體定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

- 附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為0.02 ppm。
2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
3. 以本檢驗方法檢出時，應利用GC/MS等進行確認。