

藥物食品檢驗局調查研究年報. 12 : 177-180. 1994.
Ann. Rept. NLFD Taiwan R.O.C. 12 : 177-180. 1994.

Angle

農產品中巴賽松殘留量 標準檢驗方法之建立

顏枝梅 張碧秋 周薰修

第四組

摘要

巴賽松 (Phoxim) 屬有機磷劑類農藥，本研究發展出利用高效液相層析 (high performance liquid chromatography, HPLC) 檢驗作物中巴賽松殘留量之方法。巴賽松以氯仿自米中萃取出，經串聯之矽膠過濾層析管柱 (silica cartridge) 及矽藻土過濾層析管柱 (Florisil cartridge) 淨化後以 UV 280 nm 偵測之，結果添加 0.1~0.3 ppm 檢體濃度之平均回收率為 83.8~84.7%，最低檢出量在米中為 0.01 ppm。

關鍵語：農藥殘留量 (pesticide residue)、巴賽松 (Phoxim)。

前言

臺灣位處亞熱帶，農產品常多蟲害，爲了減少蟲害及增加作物產量，農民廣泛使用各種農藥，而隨著農藥種類與使用量的增加，其安全性和殘留量等問題逐漸受到重視，衛生署乃逐年增列農藥殘留容許量標準，至 82 年 7 月已公告 252 種農藥於 19 類作物之殘留容許量標準⁽¹⁾，爲配合此公告標準之檢驗及取締工作的執行，故編列本計劃以建立農藥巴賽松之標準檢驗方法，作爲後檢驗工作之依據。

巴賽松又稱 Baythion、Bay 77488 或 Volaton，化學名 0,0-diethyl- α -cyanobenzylidene-amino-oxyphosphonothioate，一般作爲預防或控制倉庫害蟲、衛生害蟲用⁽²⁾。

關於巴賽松在農作物中殘留量之分析方法，在文獻所見有薄層分析法⁽³⁾、氣相層析法⁽⁴⁾

等，但因氣相層析法分析時巴賽松易於層析管柱中降解，以致感度偏低 (Walter A. Mason and Clifton E. Meloan, 1976)，故本計劃乃發展定量及感度佳之高效液相層析法偵測之。

材料與方法

一、試驗材料：

米。(樣品購自傳統市場)

二、器具及裝置：

(一) 高效液相層析儀

溶媒輸送系統：Shimadzu LC-6A。(Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan)。

(二) 檢出器：Shimadzu SPD-6AV, UV-VIS spectrophotometric detector。

(三) 積分儀：Shimadzu C-R4A Chromato-

藥物食品檢驗局調查研究年報(Ann. Rept. NLFD)

pac。

(四)層析管柱：C18, 5 μm , 4.0 mm \times 25 cm (E. Merck, Darmstadt, F. R. Germany)。

(五)矽膠、矽藻土過濾層析管柱 (Waters, Division of Millipore Corporation, MA, USA)。

三、試藥：

乙酸乙酯、氯化鈉、無水硫酸鈉採用試藥特級 (Fluka Chemie AG, Buchs, Switzerland)；氯仿、乙腈、正己烷採用 LC 級 (E. Merck, Darmstadt, F. R. Germany) 巴賽松標準品購自 Dr. Ehrenstorfer GmbH., Augsburg, F. R. Germany。

四、方法：

(一)標準溶液之調製

將巴賽松標準品溶於乙腈，配製成 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之標準原液，再以乙腈稀釋成 0.2~2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之標準溶液，貯於冰箱內備用，用前取出回溫。

(二)檢液之調製

檢體細切，以均質機攪拌均勻後，取 20 g 置於塑膠瓶中，加入氯仿 100 mL，振搖 3~5 分鐘，抽氣過濾，並以氯仿 100 mL 洗殘渣及塑膠瓶，合併濾液於濃縮瓶中，以 35 $^{\circ}\text{C}$ 水浴減壓濃縮至無氯仿。將濃縮液以氯仿 50 mL 移入 250 mL 分液漏斗，並加入飽和食鹽水 10 mL、蒸餾水 100 mL，振搖 2 分鐘，靜置分層後，氯仿層經無水硫酸鈉脫水後，收集於濃縮瓶中，35 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中減壓濃縮至剛乾，以正己烷定容至 5 mL。取 2 mL 注入已經乙酸乙酯：正己烷 (1:9, v/v) 5 mL 及正己烷 5 mL 潤溼過之串聯矽膠、矽藻土過濾層析管柱 (Silica and Florisil cartridge)，丟棄 2 mL 流出液，以正己烷 10 mL 沖洗，再以乙酸乙酯：正己烷 (1:9, v/v) 溶液 10 mL 沖提，於 35 $^{\circ}\text{C}$ 水浴減壓濃縮至剛乾，以乙腈溶解並定容至 2 mL，供作檢液。

(三)高效液相層析分析條件

移動相溶液：乙腈：水 = 65:35 (v:v)

紫外光檢出器：波長 280 nm

流速：0.8 mL/min

注入量：20 μL

(四)標準曲線之製作

取標準溶液以乙腈稀釋成 0.2~2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 濃度，各取 20 μL 注入高效液相層析儀，以所得波峰面積對濃度作圖，繪製成標準曲線。

(五)添加回收試驗及回收曲線之製作

於公告限量之米類作物添加標準品，按上述方法(二)之步驟進行回收試驗，分別作公告限量之 1/2, 1, 3/2 倍三種濃度之添加回收試驗，並各作一個空白試驗為對照。參照上述條件進行液相層析，並繪出其橫軸為濃度縱軸為面積之曲線，即為回收曲線，由波峰面積代入標準曲線可知各標準品之回收量，將回收量除以添加量即得回收率。

(六)鑑別試驗及含量測定

精確量取檢液及標準溶液各 20 μL ，分別注入高效液相層析儀中，參照上述層析條件進行分析，就檢液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之；並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中巴賽松之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中巴賽松含量} = \frac{C \mu\text{g}/\text{mL} \text{ 檢液濃度} \times 5 \text{ mL}}{20 \text{ g} \text{ 檢體重}}$$
$$= 0.25C \text{ (ppm)}$$

C 為檢液中巴賽松之濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

結果與討論

由於有關巴賽松之參考文獻相當有限，而於國內期刊可獲者又僅一篇，在該篇中所用萃取溶媒為氯仿⁽⁴⁾；另由巴賽松之化學結構式亦可知其本身極性不大，用以萃取它之溶媒應是極性與其相近者，故乃選用氯仿為其萃取溶媒，結果由實驗中回收率良好證明氯仿確實適合作為其萃取溶媒。在巴賽松檢驗方法之建立實驗中，所遇干擾問題甚多，發現標準品定容

農產品中巴賽松殘留量標準檢驗方法之建立

以甲醇定容之溶媒波峰較乙腈定容者為雜，不但圖譜不雅且易影響分析，其後又發現不管是定容用或液相層析用之溶媒均需使用乙腈（merck, NO.30），方能順利進行偵測，不受雜波峰之干擾。

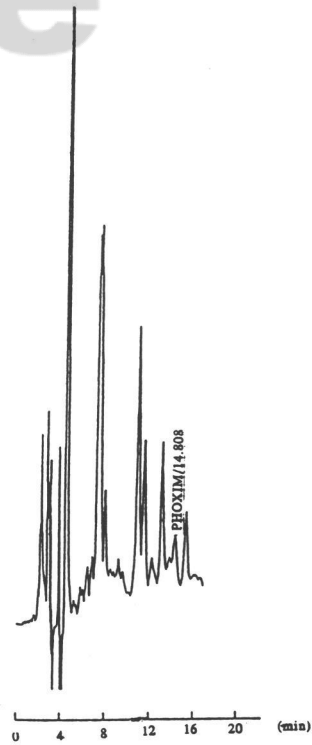
表一為巴賽松依公告濃度添加於米之回收率，其回收率在 83.8~84.7% 之間；其變異係數為 0.6~4.1%，顯示其回收率及再現性尚良好，其回收率之所以未達 90% 以上，乃因巴賽松甚不安定且易降解，所以在濃縮之溫度、時間上均需恰到好處，並宜當日偵測之，以達

表一 添加巴賽松於其公告作物之回收率

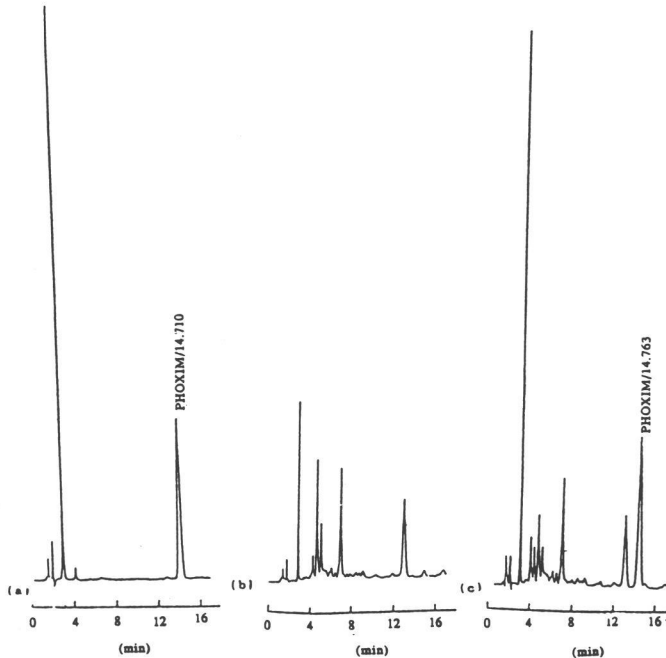
檢體名稱	添加量 (ppm)	回收率 ^a (%)
米	0.1	84.7 (0.6) ^b
	0.2	83.8 (3.8)
	0.3	84.2 (4.1)

a: 三重覆之平均值

b: 變異係數 (CV, %)



圖二 巴賽松於米之最低檢出量0.01ppm



圖一 0.2ppm 巴賽松於米之液相層析圖

(a) 巴賽松標準品 (b) 米空白檢體 (c) 添加巴賽松於米中

藥物食品檢驗局調查研究年報(Ann. Rept. NLFD)

最大回收率。圖一為 0.2 ppm 巴賽松於米之液相層析圖譜；圖二為巴賽松於米之最低檢出量 0.01 ppm 之液相層析圖譜。

參考文獻

1. 行政院衛生署. 1993. 殘留農藥安全容許量標準. 82. 7. 7. 衛署食字第 8246254 號公告.
2. 徐聖煦編著. 1985. 農藥化學 (民國 74 年增訂版). p.703~704 正中書局. 臺北.
3. Mason, W. A. 1973. The analysis of Bay 77488 on stored wheat and synthesis of a multielement compound. Dissertation-Abstracts-International, -B. 34:106-7.
4. Bowman, M. C. and Leuck, D. B. 1971. Determination and persistence of phoxim and its oxygen analog in forage corn and grass. Journal of Agricultural & Food Chemistry. 19:1215-8.

ESTABLISHMENT OF STANDARD ANALYTICAL METHODS FOR DETERMINATION OF PESTICIDE RESIDUES IN CROPS—TESTS OF PHOXIM

JY-MEI YAN, BIH-CHIOU CHANG AND SHIN-SHOU CHOU

DIVISION OF FOOD CHEMISTRY

ABSTRACT

Methods using high performance liquid chromatography (HPLC) to determine Phoxim in crops have been developed. Phoxim was extracted from crops, using chloroform; its analysis was deter-

mined by UV 280 nm after purification. Studies, performed at 0.1~0.3 ppm fortification levels, showed recovery between 83.8~84.7%. The limit of detection of Phoxim in rice tested was 0.01 ppm.