

## 食品中殘留農藥檢驗方法－殺菌劑二硫代胺基甲酸鹽類之檢驗(二)

### Method of Test for Pesticide Residues in Foods-

#### Test of Dithiocarbamates, a Fungicide (2)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果類、穀類、乾豆類、茶類、香辛植物及其他草本植物等食品中二硫代胺基甲酸鹽類(dithiocarbamates)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經反應後，其上部空間之二硫化碳( $\text{CS}_2$ )氣體以氣相層析儀(gas chromatograph, GC)配合頂空進樣器(headspace sampler)分析之方法。
  - 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325 nm之硫選擇性濾光鏡。
      - 2.1.1.2. 層析管：Chrompack毛細管，內附Poropak Q充填物，內膜厚度20  $\mu\text{m}$ ，內徑0.53 mm  $\times$  50 m，或同級品。
    - 2.1.2. 頂空進樣器(Headspace sampler)：可振搖加熱器，溫度可達80°C以上。
  - 2.2. 試藥：鹽酸、乙醇及氯化亞錫(stannous chloride)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；二硫化碳對照用標準品。
  - 2.3. 器具及材料：
    - 2.3.1. 頂空分析瓶：22 mL，附鋁製瓶蓋及鐵氟龍材質墊片。
    - 2.3.2. 容量瓶：25 mL。
  - 2.4. 反應試劑之調製：

取氯化亞錫15 g，以去離子水400 mL溶解，緩緩加入鹽酸411 mL，再加去離子水使成1000 mL，待溶液澄清備用。
  - 2.5. 標準溶液之配製：

取乙醇約20 mL，置於25 mL容量瓶中，加蓋稱重，迅速添加二硫化碳約25 mg，加蓋稱重，計算二硫化碳之重量，以乙醇定容，

作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以乙醇稀釋至100  $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

## 2.6. 標準曲線之製作：

取去離子水各2 mL，置於頂空分析瓶中，分別添加標準溶液2~50  $\mu\text{L}$ ，加入反應試劑9 mL，迅速以瓶蓋封瓶，混合均勻，以配置頂空進樣器之氣相層析儀，依下列條件進行分析，就波峰面積之根號值與對應之二硫化碳含量製作0.2~5  $\mu\text{g}$ 標準曲線。

頂空進樣測定條件<sup>(註)</sup>：

樣品加熱溫度：80°C。

樣品加熱時間：120 min。

取樣針溫度：85°C。

進樣體積：1 mL。

氣相層析測定條件<sup>(註)</sup>：

層析管：Chrompack毛細管，內附Poropak Q充填物，內膜厚度20  $\mu\text{m}$ ，內徑0.53 mm  $\times$  50 m。

層析管溫度：140°C。

注入器溫度：180°C。

檢出器溫度：300°C。

移動相氣體氮氣流速：7 mL/min。

燃燒用氣體氫氣流速：90 mL/min。

燃燒用氣體空氣流速：115 mL/min。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

## 2.7. 檢液之調製：

取切碎之檢體約2 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，加入反應試劑9 mL，迅速以瓶蓋封瓶後，混合均勻，供作檢液。

## 2.8. 鑑別試驗及含量測定：

將檢液及標準溶液之頂空分析瓶置於頂空進樣器上，於80°C加熱120分鐘，依2.6.節條件進行分析，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二硫代胺基甲酸鹽類之含量(ppm)<sup>(註)</sup>：

$$\text{檢體中二硫代胺基甲酸鹽類之含量(ppm)} = \frac{C}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中二硫化碳之含量(μg)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：二硫代胺基甲酸鹽類之含量，以二硫化碳計。

附註：

1. 本檢驗方法之定量極限為0.1 ppm。
2. 由於二硫代胺基甲酸鹽類為非系統性殺菌劑，極易經水清洗去除，故十字花科蔬菜、蕈菜類或其他具內生性硫化物之檢體(如：蒜、洋蔥、韭菜、青蔥、青椒等)因含干擾物質，以本檢驗方法檢出時，應進行清洗試驗或其他方式再確認。清洗試驗如下：將檢體均勻區分為2份，其中1份以潔淨的自來水流洗10分鐘並瀝乾，另1份不經清洗處理，比較2檢體之二硫化碳檢驗結果差異，清洗前後之二硫化碳數值無明顯差異，則視為未檢出，若仍有差異時，應結合源頭稽查結果綜合判定。
3. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Community Reference Laboratories for Residues of Pesticides. 2009. Analysis of dithiocarbamate residues in foods of plant origin involving cleavage into carbon disulfide, partitioning into isooctane and determinative analysis by GC-ECD. Vision 2.
2. United States Environmental Protection Agency. 1993. The determination of dithiocarbamates pesticides in municipal and industrial wastewater. Method 630.1.