

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，以氣相層析儀(gas chromatograph, GC)配合頂隙進樣器(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. 頂隙進樣器(Headspace sampler)：可振搖加熱器，溫度可達 80 $^{\circ}\text{C}$  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 $^{\circ}\text{C}$  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. 頂隙進樣分析瓶：容量為 22 mL。
    - 2.3.2. 頂隙進樣分析瓶蓋：鋁製瓶蓋，直徑 2 cm。
    - 2.3.3. 頂隙進樣分析瓶墊片：材質為 polytetrafluoroethylene (PTFE)。
    - 2.3.4. 容量瓶：25 mL、250 mL。
  - 2.4. 試劑之調製：
    - 2.4.1. 5M 鹽酸溶液：

取去離子水 100 mL，置於 250 mL 容量瓶中，徐徐加入鹽酸 104 mL，混合均勻，冷卻後再加去離子水使成 250 mL。
    - 2.4.2. 反應劑：

稱取氯化亞錫 1.5 g，以 5M 鹽酸溶液溶解使成 100 mL。
  - 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  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
  - 2.6. 標準曲線之製作：

取去離子水2 mL，置於分析瓶中，添加標準溶液2~50 µL，加入反應劑9 mL，加上墊片及瓶蓋鎖緊，混合均勻，以配置頂隙進樣器之氣相層析儀，參照下列條件進行分析，就波峰面積之根號值與對應之二硫化碳含量(µg)製作標準曲線。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：140°C。

檢出器溫度：300°C。

注入器溫度：180°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。

頂隙進樣測定條件：

樣品加熱溫度：80°C。

取樣針溫度：85°C。

樣品加熱時間：120 min。

#### 2.7. 檢體之二硫化碳生成反應：

取切碎之檢體約2 g，精確稱定，置於分析瓶中，加入反應劑9 mL，加上墊片及瓶蓋鎖緊，混合均勻。

#### 2.8. 鑑別試驗及含量測定：

將檢體及標準溶液之分析瓶置於頂隙進樣器上，於80°C加熱120分鐘，參照2.6節進行氣相層析，就檢體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化碳之含量(ppm)：

$$\text{檢體中二硫化碳之含量(ppm)} = \frac{C}{M}$$

C：由標準曲線求得檢體中二硫化碳之含量(µg)

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0.1 ppm。
2. 二硫代胺基甲酸鹽類之容許量係以二硫化碳計。
3. 十字花科蔬菜或蕈菜類香菇等檢體因含干擾物質，以本檢驗方法檢出時，應以公告之HPLC方法再確認。
4. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。