食品中殘留農藥檢驗方法—殺菌劑二硫代氨基甲酸鹽類之檢驗(二)修正草案總說明

為加強殘留農藥之管理，並依據食品衛生管理法第二十五條規定：「食品衛生檢驗之方法，由中央主管機關公告指定之。」爰修正「食品中殘留農藥檢驗方法—殺菌劑二硫代氨基甲酸鹽類之檢驗(二)」，其修正要點如下：

- 一、修正適用範圍、檢驗方法、試藥及標準曲線之製作。
- 二、增修訂部分文字。

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)修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於<u>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。</u></p> <p>2. 檢驗方法：<u>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。</u></p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 氣相層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：火燄光度檢出器(flame photometric detector, FPD)，附有波長 325 nm 之硫選擇性濾光鏡。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：Chrompack 毛細管，內附 Porpak Q 充填物，內膜厚度 20 μm，內徑 0.53 mm × 50 m，或同級品。</p> <p>2.1.2. 頂隙進樣器(Headspace sampler)：可振搖加熱器，溫度可達 80°C 以上。</p> <p>2.2. 試藥：鹽酸、乙醇及氯化亞錫(stannous chloride)均採用試藥特級；<u>去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)；二硫化碳對照用標準品。</u></p> <p>2.3. 器具及材料：</p>	<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於<u>大漿果類、小漿果類、小葉菜類、包葉菜類、瓜果類、瓜菜類、米類、豆菜類、果菜類、柑桔類、核果類、根菜類、乾豆類、梨果類、麥類、雜糧類中二硫代胺基甲酸鹽類(dithiocarbamates)之檢驗。</u></p> <p>2. 檢驗方法：氣相層析法(gas chromatography, GC)配合頂隙進樣器(headspace sampler)。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 氣相層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：火燄光度檢出器(flame photometric detector, FPD)，附有波長 325 nm 之硫選擇性濾光鏡。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：Chrompack 毛細管，內附 Porpak Q 充填物，內膜厚度 20 μm，內徑 0.53 mm × 50 m，或同級品。</p> <p>2.1.2. 頂隙進樣器(Headspace sampler)：可振搖加熱器，溫度可達 80°C 以上。</p> <p>2.2. 試藥：鹽酸、乙醇及氯化亞錫(stannous chloride)均採用<u>化學試藥特級</u>；二硫化碳<u>為分光光度級。</u></p> <p>2.3. 器具及材料：</p>	<p>一、修正適用範圍、檢驗方法、試藥及標準曲線之製作。</p> <p>二、增修訂部分文字。</p>

<p>2.3.1. 頂隙進樣分析瓶：容量為 22 mL。</p> <p>2.3.2. 頂隙進樣分析瓶蓋：鋁製瓶蓋，直徑 2 cm。</p> <p>2.3.3. 頂隙進樣分析瓶墊片：材質為 polytetrafluoroethylene (PTFE)。</p> <p>2.3.4. 容量瓶：25 mL、250 mL。</p> <p>2.4. 試劑之調製：</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>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 µg/mL，供作標準溶液。</p> <p>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。</p>	<p>2.3.1. 頂隙進樣分析瓶：容量為 22 mL。</p> <p>2.3.2. 頂隙進樣分析瓶蓋：鋁製瓶蓋，直徑 2 cm。</p> <p>2.3.3. 頂隙進樣分析瓶墊片：材質為 polytetrafluoroethylene (PTFE)。</p> <p>2.3.4. 容量瓶：25 mL、250 mL。</p> <p>2.4. 試劑之調製：</p> <p>2.4.1. 5M 鹽酸溶液： 量取去離子水 100 mL 置於 250 mL 容量瓶，沿瓶身徐徐加入鹽酸 104 mL，混合均勻，冷卻後再加去離子水使成 250 mL。</p> <p>2.4.2 反應劑 稱取氯化亞錫 1.5 g 溶於 5M 鹽酸溶液使成 100 mL。</p> <p>2.5. 標準溶液之配製： 量取乙醇約 20 mL 置於 25 mL 容量瓶，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。使用時再以乙醇稀釋為 100µg/mL，供作標準溶液。</p> <p>2.6. 標準曲線之製作： 量取去離子水 2 mL，置於分析瓶中，添加標準溶液 5~50 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，就波峰面積對二硫化碳含量(µg)製作標準曲線。</p>	
---	--	--

<p>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。</p> <p>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。</p> <p>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)： 檢體中二硫化碳之含量 (ppm) = $\frac{C}{M}$</p> <p>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)</p> <p>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</p>	<p>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</p> <p>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。</p> <p>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)： 檢體中二硫化碳之含量 (ppm) = $\frac{C}{M}$</p> <p>C：由標準曲線求得分析瓶中二硫化碳之含量(μg) M：取樣分析檢體之重量(g)</p> <p>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 CS₂ 計。</p>	
---	---	--

<p>計。</p> <p>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。</p> <p>4. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p>	<p>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。</p> <p>4. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p>	
---	---	--