

食品中殘留農藥檢驗方法－氨基甲酸鹽劑硫敵克代謝物之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Foods -

Test of Thiodicarb oxime, a Carbamate Pesticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於包葉菜類、果菜類、小葉菜類、瓜菜類、豆菜類、根菜類、小漿果類中硫敵克代謝物(thiodicarb oxime)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：火焰光度檢出器(flame photometric detector, FPD)，附有波長393 nm之硫選擇性濾光鏡。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-608毛細管，內徑0.53 mm × 30 m。
 - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶劑者。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：丙酮、二氯甲烷、無水硫酸鈉、氯化鈉、乙二醇、氫氧化鈉、濃鹽酸、磷酸鉀均採用化學試藥特級，硫敵克代謝物對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：容量為500 mL。
 - 2.3.2. 別區奈式漏斗(Büchner funnel)：直徑12 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：500 mL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：300 mL，250 mL。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

稱取硫敵克代謝物對照用標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容為100 mL，作為標準原液，使用時再以丙酮稀釋成1.0-5.0 µg/mL，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：
 - 2.5.1. 萃取：

精確稱取切碎後之蔬菜、水果50 g置於攪拌均質器中，加入丙酮：純水(9:1, v/v)溶液150 mL，高速攪拌一分鐘後，倒入附有濾紙之別區奈式

漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，並以丙酮洗滌殘渣，合併濾液於濃縮瓶中，以40°C水浴減壓濃縮至無丙酮，加入10%氯化鈉溶液150 mL搖盪後，倒入分液漏斗內，再以每次二氯甲烷100 mL萃取兩次，收集二氯甲烷層，再加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，加入乙二醇一滴，以40°C水浴減壓濃縮至乾，加入10%氫氧化鈉溶液25 mL搖盪均勻，置於60°C水浴中40分鐘，冷卻至室溫，再每次加入二氯甲烷50 mL萃取兩次，收集水層，再加入濃鹽酸5 mL，攪拌一分鐘（並用冰浴），去冰浴，加磷酸鉀3.5 g，再加氯化鈉8 g攪拌均勻，倒入分液漏斗中，分別以二氯甲烷100 mL、80 mL萃取兩次，收集二氯甲烷層，加入無水硫酸鈉20 g脫水過濾後，再加入乙二醇一滴，以40°C水浴減壓濃縮至乾，以丙酮溶解並定容至5 mL，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2-5 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下述條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中硫敵克代謝物之含量(ppm)：

$$\text{檢體中硫敵克代謝物之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中硫敵克代謝物之濃度(μ g/mL)。

V：檢體最後經定容之體積(5 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(50 g)。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：140°C。

注入器溫度：200°C。

檢出器溫度：180°C。

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min。

燃燒用氣體氮氣流速：75 mL/min。

助燃用氣體空氣流速：100 mL/min。

備註：本檢驗方法最低檢出量為0.05 ppm。