

食品中殘留農藥檢驗方法—燻蒸劑溴化甲烷之檢驗

Method of Test for Pesticide Residues in Food-

Test of Methyl Bromide, a Fumigant

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米類等穀物中溴化甲烷(methyl bromide)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：電子捕獲檢出器(electron capture detector, ECD)。
 - 2.1.1.2. 層析管：GS-Q毛細管，內徑0.53 mm × 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 往復式振盪循環水槽(Reciprocal shaking bath)：振盪速度可達150 rpm。
 - 2.2. 試藥：溴化甲烷對照用標準品(200 µg/mL，溶於甲醇中)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 樣品瓶：20 mL，中孔螺旋蓋附鐵氟龍/矽膠(teflon/silicone)雙層墊片。
 - 2.3.2. 氣針：2.5mL，針頭為KF726 (Hamilton)或同級品。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

精確量取對照用標準品，以水稀釋至1.0~10.0 µg/mL，供作標準溶液，使用時配置。
 - 2.5. 檢體之製備：

取檢體約4 g，精確稱定，置於樣品瓶中，加入水10 mL，立刻將瓶蓋旋緊，置於45°C水浴，以150 rpm振搖15分鐘，靜置90分鐘。
 - 2.6. 檢量線之製作：

取空白檢體4g置於樣品瓶中，加入水9 mL及標準溶液1 mL，按照2.5節檢體之製備同樣操作。以氣針精確抽取上部空間氣體0.5 mL，分別注入氣象層析儀中，參照下列條件進行氣象層析，就波峰面積與對應之溴化甲烷含量(µg)製作檢量線。

氣相層析測定條件：

 - 層析管溫度：初溫：100°C，3 min
 - 升溫速率：10°C/min
 - 中溫：150°C
 - 升溫速率：30°C/min
 - 終溫：220°C，1 min

檢出器溫度：300°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min

輔助氣體氮氣流速：50 mL/min

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

以氣針精確抽取檢體及添加分析檢體之上部空間氣體各0.5 mL^(註)，分別注入氣相層析儀中，參照2.6節層析條件進行氣相層析，就檢體與添加分析檢體所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依檢量線求出檢體中溴化甲烷之含量(ppm)：

$$\text{檢體中溴化甲烷含量(ppm)} = \frac{C}{M}$$

C：由檢量線求得樣品瓶中溴化甲烷之含量(μg)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：每一樣品瓶僅供抽取分析一次。

附註：

1. 為減少溴化甲烷之揮散，樣品瓶及水於使用前均應置於4°C冷藏庫中預冷1小時。
2. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.05 ppm。
3. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。
4. 以本方法檢出農藥時，應以GC/MS確認。