

食品中殘留農藥檢驗方法—有機氮劑多寧之檢驗  
Method of Test for Pesticide Residues in Foods - Test of Dodine, an  
Organonitrogen Pesticide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於梨果類中多寧 (dodine, 1-dodecylguanidinium acetate) 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：DB-608 毛細管，內膜厚度 0.83  $\mu\text{m}$ ，內徑 0.53 mm  $\times$  30 m。
    - 2.1.2. 攪拌均質器 (Blender)。
    - 2.1.3. 振盪器 (Shaker)。
    - 2.1.4. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。
    - 2.1.5. 加熱器 (Heating block)。
  - 2.2. 試藥：甲醇、正己烷及乙酸乙酯採用殘量級，三氟醋酸酐採用氣相層析級，無水硫酸鈉、醋酸鈉、氫氧化鈉均採用試藥特級，多寧對照用標準品。
  - 2.3. 器具及材料：
    - 2.3.1. 廣口瓶：容量為 500 mL，PE 材質。
    - 2.3.2. 抽氣瓶：容量為 500 mL。
    - 2.3.3. 別區奈式漏斗 (Büchner funnel)：直徑 12 cm。
    - 2.3.4. 酸性氧化鋁過濾層析管柱 (Acid alumina cartridge)、矽膠過濾層析管柱 (silica cartridge)。
    - 2.3.5. 濃縮瓶：容量為 100 mL 及 500 mL。
  - 2.4. 標準溶液之配製及衍生化：

稱取多寧對照用標準品約 100 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容為 100 mL，作為標準原液，使用時以甲醇稀釋成濃度在 0.25 ~ 2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  之系列溶液，各取 0.2 mL 分別置於附有螺旋蓋之試管中，以氮氣吹乾，加入乙酸乙酯及三氟醋酸酐各 0.2 mL，迅速拴緊螺旋蓋並振搖 30 秒，置於 100°C 加熱器中衍生化 10 分鐘，取出放冷 3 分鐘後，鬆開螺旋蓋以氮氣吹乾，並以乙酸乙酯定容至 2 mL，供作標準溶液。
  - 2.5. 醋酸鈉、氫氧化鈉混合溶液之調製：

稱取醋酸鈉8.2 g加蒸餾水至1 L，並加入4 M氫氧化鈉1 mL混合均勻。

## 2.6. 檢液之調製：

### 2.6.1. 萃取：

檢體以攪拌均質器均質後，精確稱取10g置於廣口瓶中，加入甲醇100 mL，振盪3~5分鐘，倒入附有濾紙之別區奈式漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中，並以甲醇100 mL分次洗廣口瓶及殘渣，合併濾液於甲濃縮瓶(500 mL)中，以40°C水浴減壓濃縮至無甲醇。以乙酸乙酯100 mL分次洗甲濃縮瓶，倒入分液漏斗內，並加入醋酸鈉、氫氧化鈉之混合溶液30 mL，振盪1分鐘，靜置分層後，取乙酸乙酯層經無水硫酸鈉脫水後，收集於乙濃縮瓶(500 mL)中；再以乙酸乙酯100 mL分次洗甲濃縮瓶，倒入同一分液漏斗內，再萃取水層一次，取乙酸乙酯層經無水硫酸鈉脫水，合併收集於乙濃縮瓶中，於40°C水浴減壓濃縮至乾，以正己烷：乙酸乙酯(1:4, v/v)分次洗濃縮瓶，並定容至20 mL，供作淨化用。

### 2.6.2. 淨化及衍生化：

取2.6.1.節之正己烷：乙酸乙酯(1:4, v/v)定容液3 mL，注入業經(a)甲醇：乙酸乙酯(3:7, v/v) 5 mL及(b)正己烷3 mL潤濕過之酸性氧化鋁過濾層析管柱，棄流出液，並以正己烷：乙酸乙酯(1:4, v/v) 10 mL沖洗後，續以甲醇：乙酸乙酯(3:7, v/v)溶液10 mL沖提於附有螺旋蓋之試管中，以氮氣吹乾，依2.4.節進行衍生化之操作至鬆開螺旋蓋以氮氣吹乾，並以正己烷：乙酸乙酯(7:3, v/v)定容至3 mL，取2 mL通入已經正己烷：乙酸乙酯(7:3, v/v) 5 mL潤濕過之矽膠過濾層析管柱，流出液收集於定容試管中，續以正己烷：乙酸乙酯(7:3, v/v) 2 mL沖提於同一試管中，以氮氣吹乾，再以乙酸乙酯定容至2 mL，供作檢液，並立即進行分析。

## 2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1  $\mu$ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依另取經衍生化之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢體中多寧之含量(ppm)：

$$\text{檢體中多寧含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線或波峰面積求得檢液中多寧之濃度(μg/mL)。

V：檢體經抽取後淨化前之定量體積(20 mL)。

M：取樣分析檢體之重量(10 g)。

氣相層析偵測條件：

層析管溫度：160°C。

注入器溫度：250°C。

檢出器溫度：300°C。

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min。

備註：最低檢出量為0.04 ppm。