

食品中動物用藥殘留量檢驗方法－泰妙素之檢驗
Method of Test for Veterinary Drug Residues in Foods - Test of Tiamulin

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於雞肉、豬肉中泰妙素(tiamulin)之檢驗。
2. 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。
 - 2.1.3. 均質機(Homogenizer)。
 - 2.1.4. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.5. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.1.6. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.2. 試藥：甲醇、乙腈及正己烷均採用液相層析級，碳酸銨、碳酸鈉、酒石酸及無水硫酸鈉均採用試藥特級，泰妙素(tiamulin hydrogen fumarate)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：250 mL。
 - 2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑 8 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.4. C18 固相萃取匣(Sep-Pak C18 cartridge)：500 mg，3 mL 或同級品。
 - 2.3.5. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction manifolds)。
 - 2.3.6. 濃縮瓶：250 mL。
 - 2.3.7. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，nylon 材質。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 0.1% 酒石酸溶液：
稱取酒石酸 1.0 g 加去離子水使成 1 L。
 - 2.4.2. 1% 碳酸鈉溶液：
稱取碳酸鈉 10.0 g 加去離子水使成 1 L。
 - 2.4.3. 80% 乙腈溶液：
量取乙腈 800 mL 加去離子水使成 1 L。
 - 2.4.4. 1% 碳酸銨溶液：

稱取碳酸銨 10.0 g 加去離子水使成 1 L。

2.5. 移動相溶液之調製：

80% 乙腈溶液：1% 碳酸銨溶液以 9：1 (v/v) 之比例混勻，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取泰妙素對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以 0.1% 酒石酸溶液溶解並定容至 10 mL，供作標準原液。使用時再以去離子水稀釋至 0.025~8.0 µg/mL，供作標準溶液。

註：標準原液在冷藏下可保存六個月，標準溶液應於使用時稀釋配製。

3.1. 檢液之調製：

3.1.1. 萃取：

將檢體細切，以攪拌均質器均質後，取約 10 g，精確稱定，置於均質機中。加乙腈 30 mL，攪拌 1 分鐘後，以布赫納漏斗抽氣過濾，殘渣再以同樣的步驟操作二次，最後再以乙腈 30 mL 清洗殘渣，合併濾液，以無水硫酸鈉脫水，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾。先以正己烷 5 mL 分次將濃縮瓶中之殘留物溶洗至 20 mL 試管中，續以 0.1% 酒石酸溶液 3 mL 分次洗濃縮瓶，併入試管中，振盪 1 分鐘，棄正己烷層，再以正己烷加入 20 mL 試管同樣操作二次，每次 5 mL，棄正己烷層；加入 1% 碳酸鈉溶液 5 mL，再加入正己烷 3 mL，振盪 1 分鐘，收集正己烷層，以正己烷同樣操作二次，每次 3 mL，合併正己烷層，以無水硫酸鈉脫水，移入濃縮瓶中，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，殘留物以 0.1% 酒石酸溶液 0.2 mL 及去離子水 0.8 mL 之混合液溶解，供淨化用。

3.1.2. 淨化：

取預先以甲醇 5 mL 潤濕，再以去離子水 5 mL 潤洗，並抽乾水分之 C18 固相萃取匣，將 3.1.1 節供淨化用之溶液注入萃取匣中，收集流出液並以去離子水定容至 1 mL，供作檢液。

3.1.3. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 20 µL，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，依下列計算式求出檢體中泰妙素之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中泰妙素之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中泰妙素之濃度(μg/mL)

V：檢體經淨化後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

紫外光檢出器：波長 210 nm。

移動相溶液：依 2.5 節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

- 附註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為 0.025 ppm。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。