

食品中動物用藥殘留量檢驗方法—乃託文之檢驗

Method of Test Veterinary Drug Residues in Foods - Test of Nitrovin

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於豬肉及雞肉中乃託文(nitrovin)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：具有380 nm波長之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：C₁₈，5 μm，內徑3.9 mm × 30 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)。
 - 2.2. 試藥：丙酮、異丙醇(l-Propanol)、正己烷、氯仿、乙腈、甲醇採用液相層析級；氯化鈉、無水硫酸鈉、醋酸採用試藥特級；乃託文對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 褐色濃縮瓶：100 mL。
 - 2.3.2. 褐色共栓試管：10 mL。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.45 μm，Teflon材質。
 - 2.3.4. 鹼性氧化鋁過濾匣(Alumina B Sep-Pak cartridge)：500 mg。以正己烷5 mL慢慢滴入鹼性氧化鋁過濾匣，待正己烷全部滴完後，以抽真空之方式使其乾燥備用。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：

取乙腈及水以7：3 (v/v)之比例混勻，加1 mL之醋酸，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取乃託文對照用標準品約10 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至100 mL，作為標準原液；使用時再以甲醇稀釋，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

將豬肉或雞肉，分別細切，以攪拌均質器均質後，取約10 g，精確稱定，置於均質機中，加丙酮50 mL，均質5分鐘後，丙酮層以濾紙過濾入100 mL褐色濃縮瓶內，殘渣再以丙酮50 mL，同樣操作一次，合併濾液，加異丙醇15 mL，於40°C水浴中減壓濃縮至約15 mL後，加丙酮20 mL，振搖混合，移入褐色分液漏斗內，再加正己烷30 mL及3%氯化鈉溶液60 mL，振盪5分鐘後，除去正己烷層，再加正己烷30 mL同樣操作，抽去脂肪，去除正己烷層後，再以每次氯仿25 mL萃取三次，合併氯仿層，經無水硫酸鈉脫水過濾，於40°C水浴中減壓濃縮至約1 mL，注入鹼性氧化鋁過濾匣，再以95%乙腈沖提之，收集沖提液並定容至5 mL，以濾膜過濾，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 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，並依標準曲線求出檢體中乃託文之含量(ppm)：

$$\text{檢體中乃託文之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中乃託文之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

層析管柱：C₁₈，5 μm，內徑3.9 mm × 30 cm。

紫外光檢出器：波長380 nm。

移動相溶液：依2.4.節所調製之溶液。

移動相溶液流速：0.6 mL/min。

備註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.02 ppm。

2. 檢驗全程於遮光下操作。