

食品中動物用藥殘留量之檢驗方法—滴克奎諾之檢驗

Methods Test for Veterinary Drug Residues in Food - Test of Decoquinat

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於禽畜肉及其內臟中滴克奎諾 (Decoquinat) 之檢驗。
2. 檢驗方法：高效液相層析法 (High Performance Liquid Chromatography)
 - 2.1. 裝置
 - 2.1.1. 高效液相層析儀，具有螢光檢出器者。
 - 2.1.2. 果汁機
 - 2.1.3. 振盪器
 - 2.1.4. 減壓濃縮裝置
 - 2.1.5. 離心機轉速能達 3000 rpm 者。
 - 2.2. 試藥：

氯化鈣、氯化鈉、醋酸乙酯、無水硫酸鈉均採用試藥特級；甲醇、氯仿採用液相層析級；矽油 (Silicon Oil，消泡用) 採用試藥級。
 - 2.3. 器具及材料
 - 2.3.1. 分液漏斗：200 mL
 - 2.3.2. 三角瓶：100 mL
 - 2.3.3. 漏斗
 - 2.3.4. 濃縮瓶：200 mL
 - 2.3.5. 共栓試管：10 mL
 - 2.3.6. 離心瓶
 - 2.3.7. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，材質 Polyvinylidene Difluoride 材質。
 - 2.4. 移動相 (Mobile Phase) 溶液之調製：取氯化鈣 0.11 g 溶於甲醇：水 (9:1，v/v) 混合液 1000 mL 中，經濾膜過濾，取濾液作移動相溶液。
 - 2.5. 標準溶液之調製：

精確秤取滴克奎諾標準品 20 g，溶於氯仿使成 100 mL，再以氯仿稀釋至 0.2~5.0 ppm，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

檢體細切，以果汁機攪拌均勻後秤取 20 g，置離心瓶中，加甲醇：氯仿(4:1, v/v)混合液 50 mL，充分振搖 5 分鐘後，以 3000 rpm 離心 10 分鐘，經塞有棉花之三角漏斗過濾後，取澄清液。殘渣以甲醇：氯仿(4:1, v/v)混合液 50 mL，依上述步驟再萃取一次，合併澄清液，加矽油 2~3 滴，於 40°C 水浴中減壓濃縮至 10~15 mL，加氯化鈉 2 g 混合後，移入分液漏斗，以醋酸乙酯 50 mL，分數次清洗濃縮瓶，洗液併入分液漏斗中，激烈振搖 5 分鐘後，靜置分層，取醋酸乙酯層。水層再以醋酸乙酯 50 mL 萃取一次，合併萃取液，以無水硫酸鈉脫水，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，精確量取氯仿 1 mL 溶解，經濾膜過濾後，供作檢液。

2.7. 定量：

2.7.1. 高效液相層析儀之條件：

分離管：C₁₈，顆粒大小 10 μm，內徑 3.9 mm，長 30 cm。

移動相溶液：依 2.4 節所調製之溶液。

流速：1.0 mL/min。

檢出器：螢光檢出器(激發波長 326 nm，發射波長 384 nm)。

記錄器速度：0.3 cm/min

2.7.2. 鑑別試驗及含量測定：

檢液及標準溶液各取 10 μL，分別注入液相層析儀，就檢液所得波峰之滯留時間，分別與標準溶液比較鑑別之，並由適量檢液所得之峰高或面積(Peak Height or Area)，依另取之標準溶液按上述方法作成檢量線，求出檢體中滴克奎諾之含量。

註：1. 本方法最低偵測感度 10 ppb。

2. 高效液相層析儀偵測極限要在 0.2 ppm 以上。

3. 本方法所使用之水為蒸餾水。