

食品中動物用藥殘留量檢驗方法－賽滅淨之檢驗

Method of Test for Veterinary Drug Residues in Foods -

Test of Cyromazine

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於雞肉及雞蛋中賽滅淨(cyromazine；*N*-cyclopropyl-1,3,5- triazine-2,4,6-triamine)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215 nm波長之紫外光檢出器。

2.1.1.2. 層析管：中性NH₂，Shodex NH2P-5 4E，5 μm，內徑4.0 mm
× 25 cm，或同級品。

2.1.2. 攪拌均質器(Blender)：適用於有機溶媒者。

2.1.3. 振盪器(Shaker)。

2.1.4. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.2. 試藥：氫氧化鈉採用化學試藥級，正己烷均採用殘量級，乙腈採用液相層析級；賽滅淨對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 抽氣瓶：500 mL。

2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑11 cm。

2.3.3. 分液漏斗：500 mL。

2.3.4. 濃縮瓶：500 mL，50 mL。

2.3.6. C18固相萃取匣(Sep-Pak C18 cartridge)：500 mg，或同級品。

2.3.7. 濾膜：孔徑0.45 μm，nylon材質。

2.4. 移動相溶液之調製：

乙腈與去離子水以75：25(v/v)之比例混勻後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.5. 標準溶液之配製：

取賽滅淨對照用標準品約100 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋，供作標準

溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

將檢體置於攪拌均質器內均質後，取約10 g，精確稱定，置於攪拌均質器內，加入1N氫氧化鈉溶液1 mL，混合均勻，靜置1分鐘，再加入乙腈70 mL，攪拌10分鐘後，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶中。殘渣以乙腈同樣操作二次，每次70 mL。再以乙腈30 mL清洗殘渣及容器，合併濾液，移入濃縮瓶中，於45°C水浴減壓濃縮至50 mL，移入分液漏斗中。加乙腈飽和之正己烷50 mL，混和均勻後，振搖1分鐘，靜置分層，收集下層液於濃縮瓶內，於45°C水浴減壓濃縮至乾。殘留物以乙腈1.5 mL及正己烷0.5 mL溶解，再以氮氣吹乾後，以乙腈1 mL溶解，供作淨化用。

2.6.2. 淨化：

取2.6.1節之淨化用溶液，注入預經乙腈5 mL潤洗之C18固相萃取匣，先以乙腈5 mL沖洗(流速1.0 mL/min)，棄流出液，再以乙腈：水(95:5，v/v) 30 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶，於45°C水浴減壓濃縮至乾，以乙腈溶解並定容至1 mL，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20 μ L，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，並依下列計算式求出檢體中賽滅淨之含量(ppm)：

$$\text{檢體中賽滅淨之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中賽滅淨之濃度(μ g/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215 nm。

移動相溶液：依2.4節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

備註：1.本檢驗方法之最低檢出限量為0.05 ppm。

2.食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。