

食品中動物用藥殘留量檢驗方法－仙杜拉素之檢驗
Method of Test for Veterinary Drug Residues in Foods-
Test of Semduramicin

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽肉、畜禽內臟及其製品中殘留仙杜拉素(semduramicin)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：具有激發波長 220 nm，發射波長 470 nm 之螢光檢出器。
 - 2.1.1.2 層析管：Luna C18(2)，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm 或同級品。
 - 2.1.2 均質機(Homogenizer)。
 - 2.1.3 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.1.4 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.1.5 離心機(Centrifuge)
 - 2.2 試藥：乙腈及正己烷採用液相層析級；四丁基硫酸氫銨(tetrabutylammonium hydrogen sulfate)、丹醯肼(dansylhydrazine)及三氯乙酸(trichloroacetic acid)均採化學試藥特級；仙杜拉素對照標準品。
 - 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 11 cm。
 - 2.3.3 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.4 濾紙：Whatman No. 1，直徑 11 cm，或同級品。
 - 2.3.5 矽酸鎂固相萃取匣：Sep-Pak Florisil cartridge，Classic，360 mg 或同級品。
 - 2.3.6 濃縮瓶：250 mL。
 - 2.3.7 濾膜：直徑 47 mm，孔徑 0.45 μm ，nylon 材質。
 - 2.3.8 玻璃瓶：20 mL，瓶蓋襯墊為鐵氟龍材質。
 - 2.3.9 離心管：50 mL。
 - 2.3.10 定量瓶：100 mL。
 - 2.3.11 注射過濾裝置：孔徑 0.22 μm ，PVDF 材質。

2.4 試劑之調製：

2.4.1 衍生化試劑之調製：

A液—稱取丹醯肼 7.5 g，以乙腈溶解並定容至 100 mL。
B液—稱取三氯乙酸 15 g，以乙腈溶解並定容至 100 mL。
使用前取 A 液與 B 液各 3 mL 充分混勻。

2.4.2 99%乙腈溶液：取乙腈與去離子水以 99：1 (v/v)之比例混勻。

2.4.3 90%乙腈溶液：取乙腈與去離子水以 9：1 (v/v)之比例混勻。

2.4.4 82%乙腈溶液：取乙腈與去離子水以 82：18 (v/v)之比例混勻。

2.5 移動相溶液之調製：

稱取四丁基硫酸氫銨 250 mg，以 82%乙腈溶液溶解並定容至 1000 mL，以 0.45 μ m 濾膜抽氣過濾後，取濾液供作移動相溶液。

2.6 標準溶液之配製：

精確稱取仙杜拉素對照標準品 10 mg，以乙腈溶解並定容至 10 mL 作為標準原液，使用時再以乙腈稀釋成濃度為 0.1~10 μ g/mL 之標準溶液。

2.7 檢液之調製：

2.7.1 萃取：

將檢體細切均質後，稱取 20 g 置於離心管，加入乙腈 30 mL 旋渦混合 2 分鐘後，續以 3500 rpm 離心 5 分鐘，取上層液，沉澱物再重複上述萃取步驟一次，合併之上層液以布赫納漏斗抽氣過濾。濾液加入以乙腈飽和之正己烷 50 mL，振盪 5 分鐘。乙腈層移入濃縮瓶中，於 45°C 水浴減壓濃縮至將乾，以乙腈 10 mL 溶解供淨化用。

2.7.2 衍生化及淨化：

取標準溶液 2 mL 及 2.7.1 節之淨化用溶液，分別置入已盛有衍生化試劑 6 mL 之玻璃瓶內，迅速振搖 10 秒鐘，進行衍生化反應，再注入預先經乙腈 5 mL 潤洗過之矽酸鎂固相萃取匣，流速 1 滴/秒。棄流出液，再以 99%乙腈溶液 5 mL 清洗一次，棄流出液，最後以 90%乙腈溶液 2 mL 沖提，流速 1 滴/秒。收集沖提液，並以 90%乙腈溶液定容至 2 mL，以注射過濾裝置過濾後，分別供作衍生化標準溶液與檢液。

2.8 鑑別試驗及含量測定：

精確量取衍生化標準溶液與檢液各100 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仙杜拉素之含量(ppm)：

$$\text{檢體中仙杜拉素含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中仙杜拉素之濃度(μ g/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：Luna C18 (2)，5 μ m，內徑 4.6 mm \times 25 cm。

層析管柱溫度：35 \pm 1 $^{\circ}$ C。

螢光檢出器：激發波長220 nm，發射波長470 nm。

移動相溶液：依2.5節所調製之溶液。

移動相流速：2.5 mL/min。

- 附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為 0.05 ppm。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。