

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。