

食品中動物用藥殘留量檢驗方法－氟苯並噁唑氨基甲酸之檢驗

Method of Test for Veterinary Drug Residues in Foods

- Test of Flubendazole

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽產品中氟苯並噁唑氨基甲酸(flubendazole)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 313 nm 波長之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：Luna C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 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：乙腈、正己烷、正丙醇及甲醇均採用液相層析級；氟苯並噁唑氨基甲酸對照用標準品。
 - 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 8 cm。
 - 2.3.3. 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.4. C18 固相萃取匣：500 mg，Bond Elut C18 cartridge 或同級品。
 - 2.3.5. 濃縮瓶：250 mL。
 - 2.3.6. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，nylon 材質。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：

取乙腈及水以 7：13 (v/v)之比例混合均勻後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取氟苯並噁唑氨基甲酸對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以

甲醇溶解並定容至 100 mL，作為標準原液^(註)。使用時再以甲醇稀釋至 0.02~1.0 µg/mL，供作標準溶液。

註：標準原液在冷藏下可保存六個月。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

將豬肉、豬肝、雞肉、雞肝等檢體細切，以攪拌均質器均質後取約 5 g，雞蛋檢體去殼均質後取約 2.5 g，精確稱定，置於均質機中，加入乙腈 30 mL，均質 3 分鐘後，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾，並以乙腈 30 mL 清洗容器及殘渣，合併濾液移入分液漏斗中，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，加入正丙醇 5 mL，於 40°C 水浴減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇：水(4：6, v/v) 溶液 10 mL 溶解，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

取 2.6.1. 節供淨化用之溶液，注入預先以甲醇：水(4：6, v/v) 溶液 10 mL 活化之 C18 固相萃取匣，濃縮瓶以甲醇：水(4：6, v/v) 溶液每次 5 mL 清洗三次，洗液注入 C18 固相萃取匣，棄流出液。再以甲醇：水(8：2, v/v) 溶液每次 5 mL 沖提二次，收集沖提液，於 40°C 水浴減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇溶解並定容至 1 mL，經濾膜過濾後，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 20 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，並依下列計算式求出檢體中氟苯並嘧啶氨基甲酸之含量(ppm)：

$$\text{檢體中氟苯並嘧啶氨基甲酸之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中氟苯並嘧啶氨基甲酸之濃度 (µg/mL)

V：檢體經淨化後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢之重量(g)

高效液相層析測定條件：

層析管柱：Luna C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm。

紫外光檢出器：波長 313 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：豬肉、豬肝、雞肉及雞肝均為 0.004 ppm；雞蛋為 0.008 ppm。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。
3. 以本方法檢出農藥時，應再行確認。