

食品中動物用藥殘留量檢驗方法-
羅苯嘧啶之檢驗
Method of Test for Veterinary Drug Residues in Foods-
Test of Robenidone

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於雞肉、雞肝、雞肫、雞皮脂中羅苯嘧啶(robenidone)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：具有波長 330 nm 之紫外光檢出器。
 - 2.1.1.2. 層析管：RP-select B，5 μm ，內徑 4 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：醋酸乙酯、正己烷、甲醇、乙腈採用液相層析級；磷酸二氫鉀採用試藥特級；鹽酸羅苯嘧啶對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 褐色濃縮瓶：250 mL。
 - 2.3.2. 褐色共拴試管：10 mL。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，Teflon 材質。
 - 2.3.4. 鹼性氧化鋁過濾匣(Alumina B Sep-Pak cartridge)：500 mg。
以正己烷 5 mL 慢慢滴入鹼性氧化鋁過濾匣，待正己烷全部滴完後，以抽真空之方式使其乾燥備用。
 - 2.3.5. C_{18} 過濾匣(C_{18} Sep-Pak cartridge)：360 mg。
以水 5 mL 慢慢滴入 C_{18} 過濾匣，待全部滴完後，加甲醇 5 mL 入 C_{18} 過濾匣，待全部滴完後，再以水 5 mL 同樣操作，最後以抽真空之方式使其乾燥備用。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 80% 甲醇溶液：
取甲醇 80 mL 加水至 100 mL。
 - 2.4.2. 0.1 M 磷酸二氫鉀溶液：
取磷酸二氫鉀 13.6 g，加水至 1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：
取乙腈 800 mL 加 2.4.2 節之 0.1 M 磷酸二氫鉀溶液 100 mL，

再加水至 1000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取鹽酸羅苯嘧啶對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至 100 mL，作為標準原液；使用時再以甲醇稀釋，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1. 雞肉、雞肫：

取雞肉或雞肫，分別細切，以攪拌均質器均質後，取約 10 g，精確稱定，置於均質機中，加醋酸乙酯 50 mL，均質 1 分鐘後，醋酸乙酯層以濾紙過濾至濃縮瓶內，再以醋酸乙酯 50 mL 同樣操作二次，合併濾液，於 40°C 水浴中減壓濃縮至無溶劑，以正己烷 50 mL 洗入分液漏斗，以 80% 甲醇溶液每次 25 mL 萃取三次，合併甲醇層，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，殘留物以甲醇分次溶解後，定容至 5 mL，以濾膜過濾，供作檢液。

2.7.2. 雞肝、雞皮脂：

取雞肝或雞皮脂，依 2.7.1. 節操作至甲醇層於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾步驟後，以甲醇 5 mL 分次溶解後，將甲醇溶出液注入鹼性氧化鋁過濾匣內，再以甲醇 5 mL 沖提，合併沖提液，濃縮至 5 mL，再加水至 50 mL，注入 C₁₈ 過濾匣，棄流出液，再以甲醇 5 mL 沖提之，收集沖提液並定容至 5 mL，以濾膜過濾，供作檢液。

2.8. 鑑別及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 10 μL，分別注入高效液相層析儀中，參照下述層析條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依標準曲線求出檢體中羅苯嘧啶之含量(ppm)：

$$\text{檢體中羅苯嘧啶含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中羅苯嘧啶之濃度 (μg/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：RP-select B，5 μm，內徑 4 mm × 25 cm。

紫外光檢出器：波長 330 nm。

移動相溶液：依 2.5 節所調製之溶液。

移動相流速：1 mL/min。

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.025 ppm。

