

隨著國際間貨物與旅客來往頻繁的契機，傳染病的傳播也越過了天然的地理限制，而加快蔓延的腳步。例如九十二年發生之 SARS 疫情大流行，九十三年東南亞發生之禽流感，皆提醒人們注意新傳染病之興起與預防。而新興輸血傳染疾病的發生，例如 West Nile Virus 等，為避免蔓延至我國時產生重大災情，吾人應持續監督其亦情發展與治療訊息，並及早訂定預防及處理措施。

四、加強了解國際間相關產業之製造、產品品質管理規範與政策：

目前國際間對血液篩檢用體外診斷試劑之管理政策已大幅轉變，例如歐盟體系國家，已由一般之藥品管理放鬆成統合於 ISO 9001 及歐系 CE mark 之相關規定，並通過認證機構之持續稽查以維持其品質。為保護國內相關製造產業，及管理國內外體外診斷製劑產品，政府宜針對血液篩檢用體外診斷試劑之發展趨勢，加強了解並參考國際間相關產業之製造、品質管理規範與各國法規，制定我國本身因應的管理政策，並據此嚴格管制國內相關產品之製造與品質，期與國際接軌，符合國際相關規定，拓展國外市場。

食品中殘留農藥—殺草劑比達寧之檢驗

林育如 曾素香

比達寧 (butralin) 屬殺草劑，分子量為 295.3，外觀為橘黃色結晶體，對光穩定，但在 265°C 時會分解。溶解度方面，24-26°C 下，於水之溶解度為 1 mg/L，於丙酮、苯、二甲苯之溶解度分別為 4.48、2.7、3.88 kg/kg；毒性方面，對大鼠及兔之急性口服 LD₅₀ 分為 12600 及 10200 mg/kg，對皮膚及眼睛有刺激性。依據行政院衛生署公告的殘留農藥安全容許量標準，比達寧可使用於乾豆類及瓜果類，殘留容許量為 0.1 ppm。文獻中有關比達寧之殘留分析，有氣相層析-電子捕獲檢測器 (gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD) 分析法^(1,2)。Newson 及 Mitchell (1972) 研發之分析方法，係以甲醇為抽取溶媒，經二氯甲烷液/液萃取及充填式矽酸鎂管柱淨化，最後溶解於苯以 GC-ECD 測定，此分析方法使用了大量有機溶媒及具致癌性之苯溶媒，有必要加以探討及改進。本研究以比達寧公告適用之作物乾豆類及瓜果類為測試檢體，進行檢驗方法之探討及開發，利用多孔性矽藻土管柱 (Varian Chem Elut cartridge) 進行液/液分配萃取，萃取液經矽酸鎂固相萃取匣淨化，即可以 GC-ECD 進行分析，為快速、回收率高、再現性良好及靈敏度高之檢驗方法。茲就研究成果，整理如下：

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於乾豆類及瓜果類中比達寧 (butralin; *N*-*sec*-butyl-4-*tert*-butyl-2,6-dinitroaniline) 之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析法 (gas chromatography, GC)。
 - 2.1. 裝置：

Angle

- 2.1.1. 氣相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：電子捕獲檢出器 (electron capture detector, ECD)。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-608 毛細管，內膜厚度 0.83 μm ，內徑 0.53 mm \times 30 m，或同級品。
- 2.1.2. 粉碎機 (Grinder)。
- 2.1.3. 攪拌均質器 (Blender)。
- 2.1.4. 振盪器 (Shaker)。
- 2.1.5. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。
- 2.2. 試藥：丙酮採用殘量級；正己烷、乙腈及乙酸乙酯採用液相層析級；比達寧對照用標準品。
- 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. 濃縮瓶：150 mL、500 mL。
 - 2.3.4. 液/液萃取匣 (Liquid/liquid extraction cartridge)：多孔性矽藻土，Varian Chem Elut cartridge，檢液負荷量 20 mL，或同級品。
 - 2.3.5. 矽酸鎂固相萃取匣 (Florisil cartridge for solid phase extraction)：1000 mg，6 mL。
- 2.4. 標準溶液之配製：

取對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以正己烷稀釋至 0.05~2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
- 2.5. 檢液之調製：
 - 2.5.1. 萃取：
 - 2.5.1.1. 乾豆類：

取粉碎成 420 μm 以下之檢體約 5 g，精確稱定，加去離子水 20 mL，靜置 30 分鐘，加入乙腈 80 mL，振搖萃取 3 分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶，以乙腈 30 mL 洗容器及殘渣，合併濾液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至無有機溶媒。將濃縮液 (約 20 mL) 通入液/液萃取匣，靜置 10 分鐘後以正己烷 100 mL 分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，收集沖提液，於 35°C 以下水浴減壓濃縮至 2 mL，供淨化用。
 - 2.5.1.2. 瓜果類：

取均質後之檢體約10 g，精確稱定，加入丙酮80 mL，振搖萃取3分鐘，倒入附有濾紙之布赫納漏斗內，抽氣過濾入抽氣瓶，以丙酮30 mL洗容器及殘渣，合併濾液，於35°C以下水浴減壓濃縮至無有機溶媒。將濃縮液通入液/液萃取匣，靜置10分鐘後以正己烷100 mL分次溶洗濃縮瓶，洗液注入液/液萃取匣進行沖提，收集沖提液，於35°C以下水浴減壓濃縮至2 mL，供淨化用。

2.5.2. 淨化：

取2.5.1.1節或2.5.1.2節供淨化用之溶液，注入預先以正己烷10 mL潤洗之矽酸鎂固相萃取匣，以2%乙酸乙酯之正己烷溶液15 mL沖提，收集沖提液於濃縮瓶中，於35°C以下水浴減壓濃縮至乾，以正己烷溶解並定容至2 mL，供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 1 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，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比達寧之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中比達寧含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中比達寧之濃度 (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)

氣相層析測定條件：

層析管溫度：初溫：190°C，5 min

升溫速率：15°C/min

終溫：280°C，5 min

檢出器溫度：300°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體氮氣流速：10 mL/min

輔助氣體氮氣流速：50 mL/min

附註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.02 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，應利用不同極性層析管柱或 GC/MS 確認。

參考文獻：

1. Edgerton, T. R., Scott, W. and Linder, R. E. 1985. Methodology for the determination of dinitroaniline herbicides in tissue and excreta. J. Anal. Toxicol. 9: 15-19.
2. Kennedy, J. M. and Talbert R. E. 1977. Comparative persistence of dinitroaniline type herbicides on the soil surface. Weed Science 25(5):373-381.

藥物食品檢驗局十月份大事記

- 10月4日 邀請疾病管制局顏哲傑組長蒞局，專題演講「因應禽流感可能入侵防治對策」。
- 10月6日 舉辦94年度食品衛生檢驗科技研討會。
- 10月8日 科長陳作琳赴加拿大，參加第12屆國際醫藥品稽查協約組織血液及組織專家研討會。
薦任技正洪志平、王博譽2人赴法國，參加PIC/S舉辦之原料藥第一次專家會議。
- 10月12日 舉辦「體外診斷試劑評估與品質管理研討會」，邀請德國專家 Micha Nübling 博士及 Dieter Schonwald 博士蒞局演講。
- 10月16日 薦任技士陳清美赴美國，研習「食品中抗生素殘留分析方法」。
- 10月22日 薦任技士許家銓赴加拿大，參加「第48屆年度生物安全會議」。
- 10月24日 WTO 食品加工安全研習班 18 位外籍學員蒞局參訪。
- 10月25日 舉辦員工教育訓練，邀請陳龍安教授專題演講「創新與服務績效」。
- 10月28日 舉辦員工教育訓練，邀請張維揚臨床心理師專題演講「心理健康及諮商輔導」。