

藥物食品簡訊

月刊

王金城題

第 308 期

日期：民國 95 年 8 月 20 日

發行人：陳樹功 出版者：行政院衛生署藥物食品檢驗局 地址：臺北市南港區昆陽街 161-2 號
電話：(02) 26531318 網址：<http://www.nlfd.gov.tw>

畜禽產品中殘留 動物用藥檢測結果



為保障國人飲食的安全，本局近日完成市售畜產品 20 件及禽產品 50 件，總共 70 件之動物用藥殘留檢測，結果與規定符合者 62 件，不符規定者 8 件，皆為禽產品。不符規定情形包括雞內臟 3 件檢出「乃卡巴精」(nicarbazin) 超量，雞肉 1 件檢出「脫氧羥四環黴素」(doxycycline) 殘留，烏骨雞肉 3 件檢出「恩氟奎林羧酸」(enrofloxacin) 殘留，另有 1 件烏骨雞同時檢出「乃卡巴精」過量及殘留「脫氧羥四環黴素」。

本次抽驗之 70 件畜禽檢體，係由各縣市衛生局於其轄區以稽查方式取得，計有豬肉、豬內臟、鴨肉、鵝肉、雞肉、雞內臟及烏骨雞肉各 10 件。檢測項目包括氯黴素、羧四環黴素、氯四環黴素、脫氧羥四環黴素、四環黴素、諾伯黴素、乃卡巴精、磺胺劑 8 種、氯吡啶、乙型受體素 4 種及 7 種 Quinolone 類動物用藥等。本次檢測結果不符規定之 8 件檢體抽樣地點、檢出不符規定動物用藥品檢出殘留量及供貨來源詳見附表，所有檢測結果均已刊登於本局網站 <http://www.nlfd.gov.tw/>。

依據行政院農業委員會動物用藥品相關規定，乃卡巴精可預防雞之球蟲病；脫氧羥四環黴素可用來治療因細菌引起之感染；恩氟奎林羧酸則用於治療因細菌或黴漿體引起之感染。依據本署「動物用藥殘留標準」，畜禽產品中乃卡巴精之殘留標準為 0.2 ppm，而脫氧羥四環黴素及恩氟奎林羧酸之殘留規定為不得檢出。

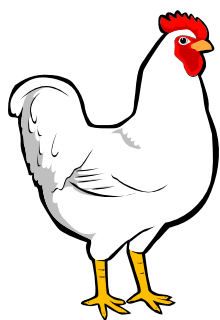
對於檢驗結果不符規定之產品來源，皆已由地方衛生局會同當地農政機關聯手追查供貨來源並依法進行後續處理。本次調查結果顯示，豬肉、豬內臟、鴨

肉、鵝肉均無動物用藥殘留違規之情形，而 3 處養雞場之 4 件烏骨雞肉則有藥物殘留不符規定情形，已由農政機關加強輔導。衛生署建議消費者選購畜禽產品時，最好選購有 CAS 優良農產品標誌者，以增進對自身之保障。

附表、市售畜禽產品中檢出殘留動物用藥不符規定之檢體來源及殘留量

序號	送驗衛生局	檢體	抽樣地點	供貨來源	動物用藥品	殘留量(ppm)
1	嘉義市	烏骨雞	全買生鮮超市 嘉義市興業西路 526 號	養雞農：翁頂翔 屏東縣潮州鎮朝昇路 2 號	乃卡巴精 (Nicarbazin) 脫氧羥四環黴素(Doxycycline)	0.87 0.04
2	高雄縣	雞肝	友宏有限公司 高雄縣阿蓮鄉港後村崙頂 1-10 號	養雞農：陳金定 雲林縣虎尾鎮自由路 22-1 號	乃卡巴精 (Nicarbazin)	4.65
3	高雄縣	雞肝	友宏有限公司 高雄縣阿蓮鄉港後村崙頂 1-10 號	養雞農：張忠結 彰化縣社頭鄉張厝村張厝 1 巷 430 號	乃卡巴精 (Nicarbazin)	5.60
4	雲林縣	雞胗	全欣肉品專賣店 雲林縣西螺鎮興農西路 66 號	養雞農：林金滿 南投縣埔里鎮枇杷里枇杷路 61 號	乃卡巴精 (Nicarbazin)	1.08
5	台中縣	雞肉	嘉盛肉品企業有限公司 台中縣大安鄉頂安村東西二路 172-1 號	卜蜂企業有限公司 南投市永豐里工業東路 17 號 (雞隻來源農政機關清查中)	脫氧羥四環黴素(Doxycycline)	0.05
6	台中市	烏骨雞	興農股份有限公司 台中市東光路 150 之 2 號	明順牧場 台南縣鹽水鎮舊營段舊營小段 1407、1408 地號	恩氟奎林羧酸 (Enrofloxacin)	0.33
7	台南市	烏骨雞	特易購 台南市中華西路二段 16 號	明順牧場 台南縣鹽水鎮舊營段舊營小段 1407、1408 地號	恩氟奎林羧酸 (Enrofloxacin)	0.44
8	台東縣	烏骨雞	台東縣農會生鮮超市 台東市新生路 225 號	養雞農：姚罔帶 高雄縣大寮鄉過溪路 5 號	恩氟奎林羧酸 (Enrofloxacin)	0.014

※ 依據「動物用藥殘留標準」，乃卡巴精殘留標準為 0.2 ppm，脫氧羥四環黴素及恩氟奎林羧酸為「不得檢出」。



市售禽產品檢出動物 用藥殘留與健康風險

95 年度抽驗市售禽產品 50 件，有 8 件檢出動物用藥殘留不符規定，其情形為乃卡巴精 (nicarbazin) 超量及檢出脫氧羧四環黴素 (doxycycline) 及恩氟奎林羧酸 (enrofloxacin) 殘留，衛生署根據現有科學資料，分析這 3 種動物用藥殘留對民眾健康的風險。

乃卡巴精每日可接受攝取量 (acceptable daily intake, ADI) 為每公斤體重 400 微克 (μg)，以體重 60 公斤成人換算，每日可接受攝取量上限為 24 毫克 (mg)。本次調查乃卡巴精殘留量最高為 5.60 ppm 之雞肝檢體，1 份雞肝重約 40 g，其乃卡巴精攝入量佔 ADI 值 0.9%，每日約要吃入 100 份 (4 公斤) 雞肝才會達到 ADI 上限值。

脫氧羧四環黴素之 ADI 值為每公斤體重 3 微克，以體重 60 公斤成人換算，每日可接受攝取量上限為 180 微克。本次調查檢出脫氧羧四環黴素殘留 0.05 ppm 之雞肉檢體，1 支雞腿重約 250 g，其脫氧羧四環黴素攝入量佔 ADI 值 7%，每日至少約需食用 14 支 (3.6 公斤) 雞腿肉方可達該 ADI 值。

恩氟奎林羧酸之 ADI 值為每公斤體重 2 微克。以體重 60 公斤成人換算，每日可接受攝取量上限為 120 微克，本次調查檢驗出恩氟奎林羧酸之烏骨雞肉最高殘留量為 0.44 ppm，1 支烏骨雞腿淨重約 60 g，其恩氟奎林羧酸攝入量佔 ADI 值 22%，一般成人每日吃下 5 支烏骨雞腿即達到上述劑量。由於恩氟奎林羧酸的使用，可能引起畜禽消化道中細菌之抗藥性，民眾可能經由食用或接觸畜禽，感染具抗藥性細菌。為避免使用該藥品於畜禽動物飼養上，美國在 2005 年 9 月 12 日即禁止使用恩氟奎林羧酸治療家禽疾病，行政院農業委員會在 94 年 5 月 16 日亦已公告停止製造及輸入口服液劑及飲水散劑劑型之 Fluoroquinolones 類動物藥品的措施。

氣相層析離子阱串聯質譜 法之分析技術

鄭維智

離子阱質譜儀 (ion trap mass spectrometry) 是由一個環電極 (ring electrode) 及二個端蓋電極 (end cap electrode) 所構成，為一種儲存式質譜儀，離子阱質譜儀可應用於串聯質譜分析，有別於四極柱式質譜儀之空間式串聯 (tandem in space)，離子阱質譜儀是利用時間串聯方式 (tandem in time) 來完成兩段以上的質譜分析。其主要步驟包括游離分析物並去除基質離子、選擇母代離子 (precursor ion)、形成子代離子 (product ions) 及掃描子代離子質譜。當射頻電壓交流電加到環電極時，可在離子阱中形成三度空間的四極電場，使待測分子經由電子束離子化後所形成的離子被限制在離子阱中，並經由環電極及端蓋電極電壓之變換，排除低於母代離子或高於母代離子之其他離子，而將母代離子選擇出來，隨後端蓋電極會加上高頻波形 (high-frequency waveform) 的電壓以進行共振式碰撞誘導解離 (collision induced dissociation, CID)，在 CID 過程中母代離子會與中性的氬氣進行碰撞，當母代離子與端蓋電極所提供之電壓形成共振時，會被激發然後碎片化形成子代離子⁽¹⁾，此即為氣相層析離子阱串聯質譜法 (gas chromatography ion trap mass/mass, GC-ion trap MS/MS)。

使用 GC-ion trap MS/MS 分析時，為使分析的靈敏度增加，需針對儀器之各項參數進行最佳化設定，主要的項目包括碰撞誘導解離電壓 (CID Excitation voltage)、激發時間 (excitation time)、穩定係數 q 值 (stable parameter q value)、離子阱溫度 (ion source temperature) 及目標離子數 (target counts) 等，進行微量分析時，適當的調整上述的參數可以增加儀器的感度，以下將就其意義及應用分述：

一、穩定係數 q 值

穩定係數 q 值是控制離子於離子阱內軌道運轉的參數，用以了解離子阱

內所要排除之離子質量數大小，並且將所需要的母代離子固定於離子阱內，在進行串聯質譜分析前，首先需藉由 q 值計算出適當的離子，當 q 值愈高時，在進行 CID 前，會有愈多的能量存留在母代離子上面，使母代離子留在離子阱內。因此對於穩定度愈高愈難斷裂的離子，其所需之 q 值愈高。儀器的預設值一般為 0.45，但是對於穩定度低，容易發生離子斷裂的母代離子， q 值可以調降至 0.3 或更低，反之，對於不容易產生離子斷裂的母代離子，則必須調高 q 值。在選定所要的母代離子，例如三氯多氯聯苯 m/z 258，當 q 值為 0.45 時，則所要排除之離子質量大小為 m/z 128；若 q 值為 0.225 時，則所要排除之離子質量大小為 m/z 64。

有關離子於質譜儀之運動軌跡，是由物理學家 Mathieu⁽²⁾ 於 1868 年所提出來的一個用來描述波的進行 (propagation of waves in membranes) 的數學方程式所求解而得，之後才被運用來了解離子於質譜儀中穩定運行的條件。

二、碰撞誘導解離電壓

碰撞誘導解離電壓是提供碰撞能量的來源，由端蓋電極提供高頻波形電壓，使母代離子達到共振，再誘導其分裂為子代離子，因此 CID 電壓與激化母代離子分解產生子代離子之過程有關，當給予碰撞能量時，會產生動能，並轉為母代離子之振動能 (vibrational energy) 而使母代離子激發，並與離子阱中之氬氣進行碰撞，直到裂解產生子代離子。事實上，當供給較低的激發能量時，母代離子因結構穩定而使得所產生的子代離子有限，隨著供給的共振能量增加，使得母代離子再激發後與氬原子碰撞產生更多的子代離子，一般而言，碰撞誘導解離電壓的最佳化，必須經過適當的探討後，才能達到最適合的分析條件。

三、激發時間

激發時間是指 CID 波形 (wave form) 持續時間，碰撞能量之持續時間長短與碰撞數多寡有關，時間愈長則母代離子與氬原子產生碰撞數目愈多，產生碰撞誘導解離的機會愈大，對子代離子的靈敏度會有明顯影響。激發時間之長短與分子穩定度有關，若穩定度愈高，則所需之激發時間就可愈長，對於一般化合物而言，5 ms 的時間就足可使母代離子產生足夠的子代離子。

四、離子阱溫度

離子阱溫度是質譜儀加熱源所設定之溫度，離子阱溫度的改變會影響分析物的靈敏度，推測與提供熱能的多寡有關。進行質譜分析時，必需針對待測物之特性調整離子阱溫度（或離子源溫度），以多氯聯苯分析為例，不同離子阱溫度（170°C 及 250°C）下，對於三氯多氯聯苯之子代離子波峰圖之感度，並無顯著差異；然而，對於六氯多氯聯苯，離子阱溫度為 170°C 時，子代離子之感度差，波峰有拖尾的情形，但將離子阱溫度升高到 250°C 時，子代離子波峰圖之感度明顯增加，而且波形對稱。

五、目標離子數

目標離子數值決定進入離子阱之離子數，離子數之多寡會影響到待測物之感度，以離子阱進行質譜分析時，離子數目過高會產生空間電荷效應（space charging effect），使質譜正確性及感度相對降低。一般而言，以碰撞誘導解離之方法進行串聯質譜分析時，其目標離子數必須比以全質譜分析時為低，一般設定為 5,000，此與儀器的預設值 25,000 相差許多，以 GC-ion trap MS/MS 進行微量分析時必須特別注意的。

六、射出電流

離子阱內離子數目形成的多寡除為離子化時間的函數外，也與電子束（electron beam）的強度有關，增加射出電流可以增加待測物的感度，當燈絲電流愈高，則分析物之感度愈高，然而，當燈絲電流愈高時，燈絲會因溫度高而縮短使用壽命。

高解析度氣相層析法/高解析度質譜法（HRGC/HRMS）雖然廣泛應用於分析 PCDDs/PCDFs 及擬似戴奧辛 PCBs（dioxin like PCBs），如美國環境保護署之方法 M1613B 及 M1668A^(3,4) 以及我國中國國家標準⁽⁵⁾ 公告之方法，然而，在成本考量下，GC-ion trap MS/MS 仍然受到許多研究者使用來分析或篩選戴奧辛及 PCBs 的工具。在食品應用方面，Hayward 等人即採用 GC-ion trap MS/MS 檢測牛奶、乾酪、雞蛋、植物油、動物油及養殖魚中戴奧辛之含量^(6,7,8,9)。另外 MS/MS 受到重視的原因為其可以大幅減少同重元素（isobaric interferences）及化學雜訊（chemical noise）的干擾，因為即使以解析度 10,000 以上的 HRGC/HRMS 分析 2,3,7,8-TCDD (m/z 322) 時，其他分子離子 7Cl-PCB, 6Cl-PCB, 9Cl-PCB, DDT, DDE 等仍會干擾 TCDD 的分析，但由於 MS/MS 所產生之子代特徵離子具有其特異

性 (specificity)，因此可以用來區分 PCDD/Fs 及擬似戴奧辛 PCBs⁽¹⁰⁾。

GC-ion trap MS/MS 可運用於食品中多氯聯苯、有機氯劑及耐燃劑多溴聯苯醚類化合物等持久性有機污染物之定性及定量，其他食品污染物如醬油中 3-單氯丙二醇之含量亦可採用 MS/MS 進行分析。近年來由於質譜儀之快速發展與價格合理化，以及各界對可信度要求的與日俱增，使質譜儀之運用已成為不可缺少的分析工具。

1. March, R. E. 1997. An introduction to quadruple ion trap mass spectrometry. *J. Mass Spectro.* 32: 351-369
2. de Hoffmann, E. and Stroobant, V. 2001. Mass analyzers In "Mass Spectrometry" 2nd ed. pp.63-132. John Wiley & Sons Ltd, West Sussex, England.
3. US-EPA. 1994. Method 1613B, Tetra through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS.
4. US-EPA. 1999. Method 1668A, Chlorinated biphenyl congeners in water soil, sediment, and tissue by HRGC/HRMS.
5. 經濟部標準檢驗局。2003。食品中戴奧辛及多氯聯苯殘留量檢驗方法。中國國家標準，總號 14758，類號 N6369。
6. Hayward, D. G., Nortrup, D., Gardner, A. and Clower, M. 1999. Elevated TCDD in chicken eggs and farm-raised catfish fed a diet with ball clay from a southern United States mine. *Environ. Res. Sec. A* 81: 248-256.
7. Hayward, D. G. Hooper, K. and Andrzejewski, D. 1999. Tandem-in-time mass spectrometry method for the sub-parts-per-trillion determination of 2,3,7,8-chlorine-substituted dibenzo-p-dioxins and -furans in high-fat foods. *Anal. Chem.* 71: 212-200.
8. Hayward, D. G. 1997. Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxin and dibenzofuran background in milk and cheese by quadrupole ion storage collision induced dissociation MS/MS. *Chemosphere* 34: 929-939.
9. Hayward, D. G., Holcomb, J., Glidden, R., Wilson, P., Harris, M. and Spencer, V. 2001. Quadrupole ion storage tandem mass spectrometry and

high-resolution mass spectrometry: complementary application in the measurement of 2,3,7,8-chlorine substituted dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in US foods. Chemosphere 43: 407-415.

10. Wang, D., Gai, Z., Jiang, G., Wong, M. H. and Wong, W. K. 2005. Gas chromatography/ion trap mass spectrometry applied for the determination of polybrominated diphenyl ethers in soil. Rapid Commun. Mass Spectrom. 19: 83-83.



藥物食品檢驗局 七月份大事記

7 月 04 日 派員赴泰國，參加「SELAMAT 之農藥分析研討會」。

7 月 19 日 舉辦專題演講：「The Advantage of Precision in High Throughput Genetic, Expression and Epigenetic Studies in Cancer」。

7 月 20 日 舉辦專題演講：「血液病毒核酸檢測技術相關新知議題」。

7 月 21 日 舉辦第一梯次非主管人員組織學習「創意思考與創新服務實作坊」。

7 月 26 日 舉辦專題演講：「Commissioning and Certification of High Containment Biosafety Facilities」。

7 月 27 日 參加第 4 屆台灣生技月展覽主題展示。

7 月 28 日 舉辦 95 年度 TFDA 組織再造共識營。

95 年 7 月 18 日署授食字第 0951800007 號公告

食品中黴菌毒素檢驗方法－ 脫氧雪腐鏟刀菌烯醇之檢驗 Method of Test for Mycotoxin in Foods－Test of Deoxynivalenol

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於穀類及其製品中脫氧雪腐鏟刀菌烯醇（deoxynivalenol, DON）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 220 nm 之紫外光檢出器。

2.1.1.2 層析管：Cosmosil 5C18-AR，5 μ m，內徑 4.6 mm×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 氮氣蒸發裝置（Nitrogen evaporator）。

2.1.5 超音波振盪器（Ultrasonicator）。

2.2 試藥：聚乙二醇（polyethylene glycol）採用試藥特級，乙腈、甲醇採用液相層析級；DON 對照用標準品。

2.3 器具及材料：

2.3.1 離心管：15 mL、50 mL，附 PP 材質螺旋蓋。

2.3.2 漏斗。

2.3.3 濾膜：直徑 47 mm，孔徑 0.45 μ m，Nylon 材質。

2.3.4 濾紙：Whatman No. 4，直徑 11 cm，或同級品。

2.3.5 玻璃纖維濾紙：直徑 9 cm。

2.3.6 免疫親和性管柱 (Immunoaffinity column)：採用內含對 DON 具專一性單株抗體之 DONtest™ 管柱或同級品。

2.3.7 針筒過濾器 (Syringe filter)：直徑 4 mm，濾膜孔徑 0.45 μm，PTFE 材質。

2.4 移動相溶液之調製：

取去離子水與乙腈以 90：10 (v/v) 混勻後，以濾膜過濾後備用。使用前以超音波振盪除氣 30 分鐘後供作移動相溶液。

2.5 標準溶液之配製：

取 DON 對照用標準品約 1 mg，精確稱定，以甲醇溶解並定容至 10 mL 作為標準原液，並冷凍儲存；使用時取標準原液 100 μL 以移動相溶液稀釋成 50~1000 ppb，供作標準溶液。標準溶液若存放超過一個月，需重新配製。

2.6 檢液之調製：

2.6.1. 固態檢體：

固態檢體磨碎混勻後，取檢體約 50 g，精確稱定，置均質杯中，加入聚乙二醇 10 g 及水 200 mL，均質 1 分鐘後，以濾紙過濾，濾液續以玻璃纖維濾紙過濾。精確量取濾液 1 mL (相當於 1/200 之檢體量)，以每秒 1 滴之流速通過免疫親和性管柱，再以水 5 mL 流洗，流速 1 滴/秒。將管柱內水排淨後，取甲醇 1 mL 以每秒 1 滴之流速沖提，收集沖提液，以氮氣吹乾。殘留物以移動相溶液 0.3 mL 溶解，以針筒過濾器過濾，其濾液供作檢液。

2.6.2. 液態檢體：

取檢體約 10 g，精確稱定，置於 50 mL 離心管，加入聚乙二醇 1 g 及水 10 mL，振盪 1 分鐘後，以濾紙過濾，濾液續以玻璃纖維濾紙過濾。精確量取濾液 2 mL (相當於 1/10 之檢體量)，以每秒 1 滴之流速通過免疫親和性管柱，再以水 5 mL 流洗，流速 1 滴/秒。將管柱內水排淨後，取甲醇 2 mL 以每秒 1 滴之流速沖提，收集沖提液，

以氮氣吹乾。殘留物以移動相溶液 1 mL 溶解，以針筒過濾器過濾，其濾液供作檢液。

2.7 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 50 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 DON 之含量 (ppb)：

$$\text{檢體中 DON 含量 (ppb)} = \frac{C \times V \times F}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中 DON 之濃度 (ng/mL)

V：檢液之體積 (mL)

F：固態檢體為 200，液態檢體為 10

M：取樣分析之檢體量 (g)

高效液相層析測定條件：

層析管柱：Cosmosil 5C18-AR，5 μ m，內徑 4.6 mm $\times$ 25 cm，或同級品。

紫外光檢出器：波長 220 nm。

移動相溶液：依 2.4 節調製之溶液。

移動相流速：0.7 mL/min。

- 附註：**1. 本檢驗方法之最低檢出限量於米及麵為 60 ppb，燕麥片為 70 ppb，麵粉、玉米粒及啤酒為 80 ppb。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

