

食品中動物用藥殘留量檢驗方法—乙型受體素類多重殘留分析修正總說明

為加強食品中動物用藥殘留量之管理，並依據食品衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰擬具「食品中動物用藥殘留量檢驗方法—乙型受體素類多重殘留分析」，其修正要點如下：

- 一、檢驗品項由七項增列至二十一項，故一併修正「適用範圍」、「試藥」及「標準溶液之配製」。
- 二、修正「檢驗方法」、「移動相溶液之調製」、「檢液之調製」、「基質匹配檢量線之製作」及附表「乙型受體素類動物用藥之多重反應偵測模式參數」。
- 三、「離心機」修正轉速及增列溫控條件。
- 四、「試藥」增列十四品項對照用標準品及十二品項同位素內部標準品。
- 五、「試劑之調製」刪除「氫氧化鈉溶液」。
- 六、「液相層析串聯質譜測定條件」修正「移動相溶液之梯度條件」、「毛细管電壓」及增列「離子化模式」。
- 七、「鑑別試驗及含量測定」修正檢體中乙型受體素含量之單位及計算公式。
- 八、「附註」增列「定量極限」。
- 九、增列「參考文獻」及「參考層析圖譜」。
- 十、增修訂部分文字。

食品中動物用藥殘留量檢驗方法－乙型受體素類 多重殘留分析修正對照表

修正規定	現行規定	說明
1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽產品中brombuterol等21項乙型受體素(品項見附表)之檢驗。 2. 檢驗方法：檢體經<u>水解</u>、萃取及淨化處理後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。 2.1. 裝置： 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀： 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。 2.1.1.2. 層析管：ZORBOX RRHD Eclipse Plus C18, 1.8 μm, 內徑3.0 mm $\times$ 10 cm, 或同級品。 2.1.2. 均質機(Homogenizer)。 2.1.3 高速組織研磨振盪均質機(SPEX SamplePrep 2010 GenoGrinder®): 1000 rpm以上, 或同級品。 2.1.4. 水浴：能維持水溫溫差在$\pm 1^{\circ}\text{C}$以內者。 2.1.5. 離心機(Centrifuge)：可達<u>10000 $\times$g</u>以上者，溫控可達<u>4$^{\circ}\text{C}$</u>以下者。 2.1.6. 振盪器(Shaker)。 2.1.7. 酸鹼度測定儀(pH meter)。 2.1.8. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction vacuum manifolds)。 2.1.9. 旋渦混合器(Vortex mixer)。 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；醋酸鈉、醋酸銨、醋酸、鹽酸及氨水(25%)均採用試藥特級；β-葡萄糖醛酸苷酶溶液(含β-glucuronidase 85000 unit/mL及sulfatase 7500 unit/mL)；去離子水	1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽產品中乙型受體素 <u>clenbuterol</u>、<u>salbutamol</u>、<u>terbutaline</u>、<u>ractopamine</u>、<u>zilpaterol</u>、<u>cimaterol</u>及<u>tulobuterol</u>之檢驗。 2. 檢驗方法：檢體經萃取及淨化後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。 2.1. 裝置： 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀： 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。 2.1.1.2. 層析管：ZORBOX RRHD Eclipse Plus C18, 1.8 μm, 內徑3.0 mm $\times$ 10 cm, 或同級品。 2.1.2. 均質機(Homogenizer)。 2.1.3 高速組織研磨振盪均質機(SPEX SamplePrep 2010 GenoGrinder®): 1000 rpm以上, 或同級品。 2.1.4. 水浴：能維持水溫溫差在$\pm 1^{\circ}\text{C}$以內者。 2.1.5. 離心機(Centrifuge)：轉速可達<u>3500 $\times$g</u>以上者。 2.1.6. 振盪器(Shaker)。 2.1.7. 酸鹼度測定儀(pH meter)。 2.1.8. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction vacuum manifolds)。 2.1.9. 旋渦混合器(Vortex mixer)。 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；醋酸鈉、醋酸銨、醋酸、鹽酸及氨水(25%)均採用試藥特級；β-葡萄糖醛酸苷酶溶液(含β-glucuronidase 85000 unit/mL及sulfatase 7500 unit/mL)；去離子水	一、檢驗品項由七項增列至二十一項，故一併修正「適用範圍」、「試藥」及「標準溶液之配製」。 二、修正「檢驗方法」、「移動相溶液之調製」、「檢液之調製」、「基質匹配檢量線之製作」及附表「乙型受體素類動物用藥之多重反應偵測模式參數」。 三、「離心機」修正轉速及增列溫控條件。 四、「試藥」增列十四品項對照用標準品及十二品項同位素內部標準品。 五、「試劑之調製」刪除「氫氧化鈉溶液」。 六、「液相層析串聯質譜測定

(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；<u>brombuterol hydrochloride</u>、<u>t-butylorsynephrine (buctopamine)</u>、<u>cimaterol</u>、<u>cimbuterol</u>、<u>clenbuterol hydrochloride</u>、<u>clencyclohexerol</u>、<u>clenisopenterol</u>、<u>clenpenterol hydrochloride</u>、<u>clenproperol</u>、<u>fenoterol</u>、<u>formoterol</u>、<u>isoxsuprine hydrochloride</u>、<u>mabuterol hydrochloride</u>、<u>mapenterol hydrochloride</u>、<u>3-o-methyl-colterol</u>、<u>ractopamine hydrochloride</u>、<u>salbutamol</u>、<u>salmeterol</u>、<u>terbutaline hemisulfate</u>、<u>tulobuterol</u>及<u>zilpaterol</u>對照用標準品；<u>brombuterol-d₉ hydrochloride</u>、<u>cimaterol-d₇</u>、<u>cimbuterol-d₉</u>、<u>clenbuterol-d₉ hydrochloride</u>、<u>clencyclohexerol-d₁₀</u>、<u>clenproperol-d₇</u>、<u>fenoterol-d₆ hydrobromide</u>、<u>formoterol-d₆</u>、<u>isoxsuprine-d₆ hydrochloride</u>、<u>mabuterol-d₉</u>、<u>mapenterol-d₁₁ hydrochloride</u>、<u>3-o-methyl-colterol-d₉</u>、<u>ractopamine-d₆</u>、<u>salbutamol-d₉</u>、<u>salmeterol-d₃</u>、<u>terbutaline-d₉</u>、<u>tulobuterol-d₉ hydrochloride</u>及<u>zilpaterol-d₇</u>同位素內部標準品。 2.3. 器具及材料： 2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。 2.3.2. 固相萃取匣(Solid phase extraction cartridge)：Bond Elute Plex PCX，200 mg，6 mL，或同級品。 2.3.3. 陶瓷均質石(Ceramic homogenizer)：Bond Elut QuEChERS P/N 5982-9313，或同級品。 2.3.4. 濾膜：孔徑0.22 μm，Nylon材質。 2.4. 試劑之調製： 2.4.1. 0.2 M醋酸鈉緩衝溶液： 稱取醋酸鈉16.4 g，加去離子水900 mL溶解，以醋酸調整pH值至5.2 ± 0.1，再加去離子水使成1000 mL。	(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；<u>cimaterol</u>、<u>clenbuterol hydrochloride</u>、<u>ractopamine hydrochloride</u>、<u>salbutamol</u>、<u>terbutaline hemisulfate</u>、<u>tulobuterol</u>及<u>zilpaterol</u>對照用標準品；<u>cimaterol-d₇</u>、<u>clenbuterol-d₉</u>、<u>ractopamine-d₆</u>、<u>salbutamol-d₉</u>、<u>terbutaline-d₉</u>及<u>zilpaterol-d₇</u>同位素內部標準品。 2.3. 器具及材料： 2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。 2.3.2. 固相萃取匣(Solid phase extraction cartridge)：Bond Elute Plex PCX，200 mg，6 mL，或同級品。 2.3.3. 陶瓷均質石(Ceramic homogenizer)：Bond Elut QuEChERS P/N 5982-9313，或同級品。 2.3.4. 濾膜：孔徑0.22 μm，Nylon材質。 2.4. 試劑之調製： 2.4.1. 0.2 M醋酸鈉緩衝溶液： 稱取醋酸鈉16.4 g，加去離子水900 mL溶解，以醋酸調整pH值至5.2 ± 0.1，再加去離子水使成1000 mL。 <u>2.4.2. 1 N氫氧化鈉溶液：</u> <u>稱取氫氧化鈉40 g，以去離子水溶解使</u>	條件」修正「移動相溶液之梯度條件」、「毛細管電壓」及增列「離子化模式」。 七、「鑑別試驗及含量測定」修正檢體中乙型受體素含量之單位及計算公式。 八、「附註」增列「定量極限」。 九、增列「參考文獻」及「參考層析圖譜」。 十、增修訂部分文字。
--	--	--

2.4.2. 5 mM醋酸銨溶液： 稱取醋酸銨0.385 g，以去離子水溶解使成1000 mL，以濾膜過濾。 2.4.3. 5 mM醋酸銨：甲醇(9:1, v/v)溶液： 取5 mM醋酸銨溶液與甲醇以9：1 (v/v)之比例混勻。 2.4.4. 0.2 N鹽酸溶液： 取鹽酸16.7 mL，以去離子水定容至1000 mL。 2.4.5. 甲醇：氨水(95:5, v/v)溶液： 取甲醇與氨水以95：5 (v/v)之比例混勻。 2.5. 移動相溶液之調製： 2.5.1. 移動相溶液A： 取甲酸1 mL，加去離子水使成1000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。 2.5.2. 移動相溶液B： 取甲酸1 mL，加甲醇使成1000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液B。 2.6. 標準溶液之配製： 2.6.1. 內部標準溶液： 取相當於含brombuterol-d₉、cimaterol-d₇、cimbuterol-d₉、clenbuterol-d₉、clencyclohexerol-d₁₀、clenproperol-d₇、fenoterol-d₆、formoterol-d₆、isoxsuprine-d₆、mabuterol-d₉、mapenterol-d₁₁、3-o-methyl-colterol-d₉、ractopamine-d₆、salbutamol-d₉、salmeterol-d₃、terbutaline-d₉、tulobuterol-d₉及zilpaterol-d₇各約1 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至10 mL，作為內部標準原液，<u>冷凍貯存</u>。臨用時取適量各內部標準原液	<u>成1000 mL。</u> 2.4.3. 5 mM醋酸銨溶液： 稱取醋酸銨0.385 g，以去離子水溶解使成1000 mL，以濾膜過濾。 2.4.4. 5 mM醋酸銨：甲醇(9:1, v/v)溶液： 取5 mM醋酸銨溶液與甲醇以9：1 (v/v)之比例混勻。 2.4.5. 0.2 M鹽酸溶液： 取鹽酸16.7 mL，以去離子水定容至1000 mL。 2.4.6. 甲醇：氨水(95:5, v/v)溶液： 取甲醇與氨水以95：5 (v/v)之比例混勻。 2.5. 移動相溶液之調製： 2.5.1. 移動相溶液A： 取<u>去離子水與甲酸以99.9：0.1 (v/v)之比例混勻</u>，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。 2.5.2. 移動相溶液B： 取<u>乙腈與甲酸以99.9：0.1 (v/v)之比例混勻</u>，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液B。 2.6. 標準溶液之配製： 2.6.1. 內部標準溶液： 取相當於含cimaterol-d₉、clenbuterol-d₉、ractopamine-d₆、salbutamol-d₉、terbutaline-d₉與zilpaterol-d₇各約1 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至10 mL，作為內部標準原液。臨用時，<u>分別取適量內部標準原液混合後</u>，以甲醇稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液	
---	---	--

混合，以甲醇稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。 2.6.2. 標準溶液： 取相當於含brobuterol、t-butylorsynephrine (buctopamine)、cimaterol、cimbuterol、clenbuterol、clencyclohexerol、clenisopenterol、clenpenterol、clenproperol、fenoterol、formoterol、isoxsuprine、mabuterol、mapenterol、3-o-methyl-colterol、ractopamine、salbutamol、salmeterol、terbutaline、tulobuterol及zilpaterol之對照用標準品各約5 mg，精稱確定，分別以甲醇溶解並定容至50 mL，作為標準原液，<u>冷凍貯存</u>。臨用時取適量各標準原液混合，以5 mM醋酸銨：甲醇(9:1, v/v)溶液稀釋至<u>1000 ng/mL</u>，供作標準溶液。 2.7. 檢液之調製： 2.7.1. <u>水解及萃取</u>： 將檢體細切均質後，取約2 g，精確稱定，置於離心管中，加入內部標準溶液20 µL及0.2 M醋酸鈉緩衝溶液15 mL，<u>再加入陶瓷均質石1顆</u>，以高速組織研磨振盪器均質機於1000 rpm振盪萃取10分鐘，加入β-葡萄糖醛酸苷酶溶液100 µL，於37°C水浴中水解1小時。加入鹽酸2 mL，振盪10分鐘，於4°C以<u>10000 ×g</u>離心10分鐘，<u>收集上清液</u>再於4°C以<u>5000 ×g</u>離心10分鐘，取上清液供淨化用。 2.7.2. 淨化： 取2.7.1.節供淨化用溶液，注入預先以甲醇6 mL及去離子水6 mL潤洗之固相萃取匣，棄流出液，依次以0.2 N鹽酸溶液12 mL、去離子水12 mL及甲醇12 mL清洗固相萃取匣，棄流出液。以甲醇：氨水(95:5, v/v)溶液12 mL沖提，	2.6.2. 標準溶液： 取相當於含clenbuterol、salbutamol、terbutaline、ractopamine、zilpaterol、cimaterol及tulobuterol之對照用標準品各約5 mg，精稱確定，分別以甲醇溶解並定容至50 mL，作為標準原液。臨用時，<u>分別取適量標準原液混合後</u>，以甲醇稀釋至1000 ng/mL，作為混合標準原液。臨用時，取適量混合標準原液及內部標準溶液，以5 mM醋酸銨：甲醇(9:1, v/v)溶液稀釋至<u>1.0 ~ 50 ng/mL(含內部標準品10 ng/mL)</u>，供作標準溶液。 2.7. 檢液之調製： 2.7.1. 萃取： 將檢體細切均質後，取約2 g，精確稱定，置於離心管中，加入內部標準溶液20 µL及0.2 M醋酸鈉緩衝溶液15 mL，<u>以均質機攪拌均質2分鐘</u>，或加入陶瓷均質石1顆，以高速組織研磨振盪器均質機於1000 rpm振盪萃取10分鐘，加入β-葡萄糖醛酸苷酶溶液100 µL，於37°C水浴中水解1小時。加入鹽酸2 mL，<u>以高速組織研磨振盪均質機於1000 rpm振盪10分鐘</u>，於4°C以<u>7000 ×g</u>離心10分鐘，取上清液供淨化用 2.7.2. 淨化： 取2.7.1.節供淨化用溶液，注入預先以甲醇6 mL及去離子水6 mL潤洗之固相萃取匣，棄流出液，依次以0.2 M鹽酸溶液12 mL、去離子水12 mL及甲醇12 mL清洗固相萃取匣，棄流出液。以甲醇：氨水(95:5, v/v)溶液12 mL沖提，	
---	--	--

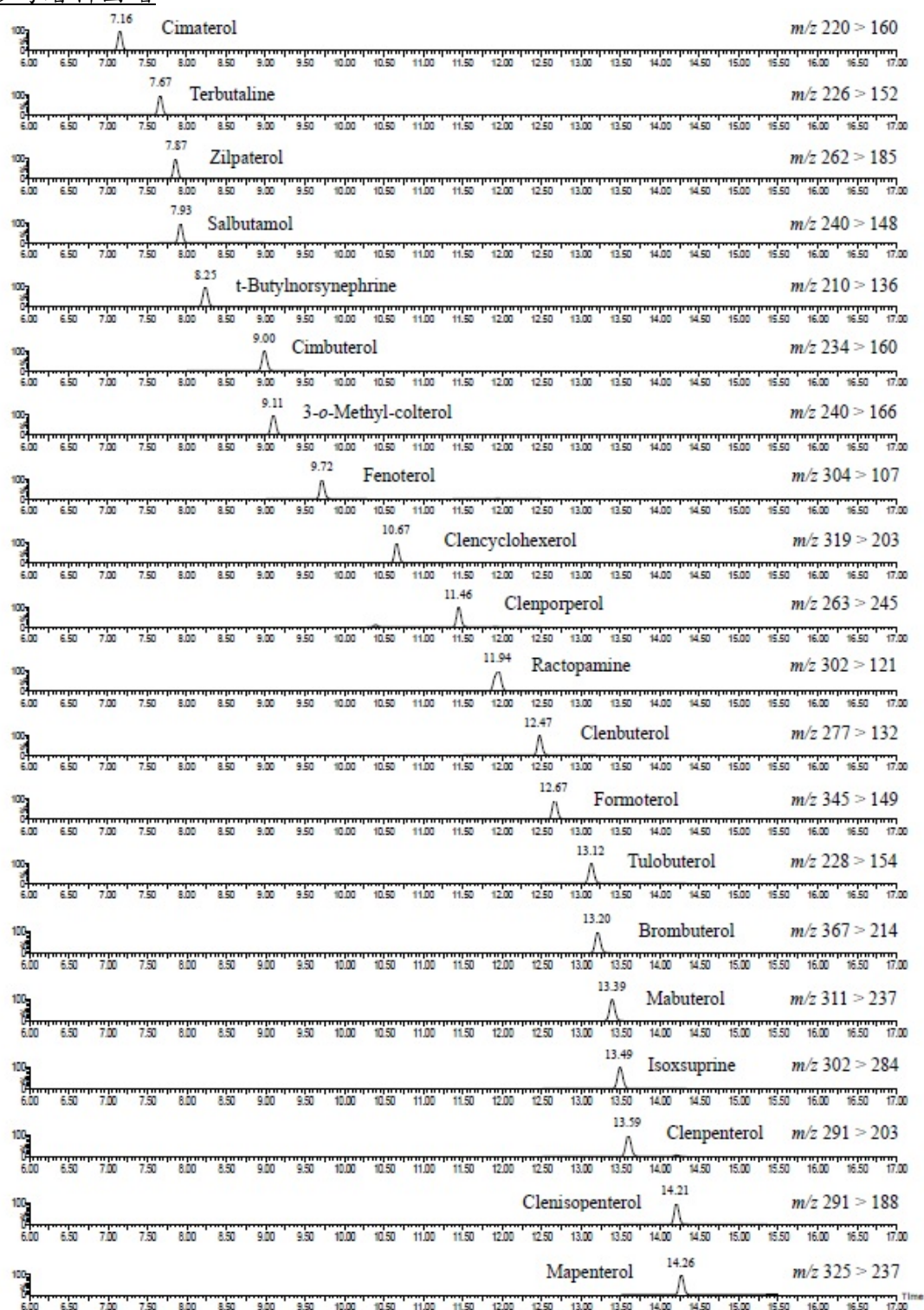
收集沖提液，於65°C以氮氣吹乾，殘留物加入5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液1 mL，旋渦混合溶解，以5000 ×g 離心5分鐘，取上清液作為檢液原液。取檢液原液500 μL (a)，加入5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液使體積為1000 μL (b)，混合均勻，以濾膜過濾，供作檢液。 2.8. 基質匹配檢量線之製作： 取空白檢體，依2.7.節調製未添加內部標準品之檢液原液，取500 μL (a)，分別加入標準溶液1~50 μL、內部標準溶液10 μL及適量5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液，使體積為1000 μL (b)，混合均勻，供作基質匹配檢量線溶液，依下列條件進行液相層析串聯質譜分析。就各乙型受體素與內部標準品波峰面積比，與對應之各乙型受體素濃度，分別製作1~50 ng/mL之基質匹配檢量線。 液相層析串聯質譜測定條件^(註)： 層析管：ZORBOX RRHD Eclipse Plus C18，1.8 μm，內徑3.0 mm × 10 cm。 移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析 <table><tr><th>時間(min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr><tr><td>0.0→1.0</td><td>98→98</td><td>2→2</td></tr><tr><td>1.0→5.0</td><td>98→90</td><td>2→10</td></tr><tr><td>5.0→8.0</td><td>90→80</td><td>10→20</td></tr><tr><td>8.0→10.0</td><td>80→70</td><td>20→30</td></tr><tr><td>10.0→11.0</td><td>70→60</td><td>30→40</td></tr><tr><td>11.0→12.0</td><td>60→60</td><td>40→40</td></tr><tr><td>12.0→15.0</td><td>60→10</td><td>40→90</td></tr><tr><td>15.0→19.0</td><td>10→10</td><td>90→90</td></tr><tr><td>19.0→19.1</td><td>10→98</td><td>90→2</td></tr><tr><td>19.1→23.0</td><td>98→98</td><td>2→2</td></tr></table> 移動相流速：0.3 mL/min。 注入量：10 μL。	時間(min)	A (%)	B (%)	0.0→1.0	98→98	2→2	1.0→5.0	98→90	2→10	5.0→8.0	90→80	10→20	8.0→10.0	80→70	20→30	10.0→11.0	70→60	30→40	11.0→12.0	60→60	40→40	12.0→15.0	60→10	40→90	15.0→19.0	10→10	90→90	19.0→19.1	10→98	90→2	19.1→23.0	98→98	2→2	收集沖提液，於65°C以氮氣吹乾，殘留物加入5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液1 mL，旋渦混合溶解，以9000 ×g 離心5分鐘，取上清液作為檢液原液。取檢液原液500 μL與5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液500 μL混合均勻，以濾膜過濾，供作檢液。 2.8. 基質匹配檢量線之製作： 取空白檢體，依2.7.節調製空白檢液原液，惟不需加入內部標準溶液。分別量取500 μL (a)，加入混合標準原液1.0~50 μL及內部標準溶液10 μL，再以5 mM醋酸鉍：甲醇(9:1, v/v)溶液定容至1000 μL (b)，混合均勻，供作基質匹配檢量線溶液，依下列條件進行液相層析串聯質譜分析，就各乙型受體素與內部標準品波峰面積比，與對應之各乙型受體素濃度，分別製作1.0~50 ng/mL之基質匹配檢量線。 液相層析串聯質譜測定條件^(註)： 移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析 <table><tr><th>時間(min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr><tr><td>0.0→1.0</td><td>98→98</td><td>2→2</td></tr><tr><td>1.0→5.0</td><td>98→90</td><td>2→10</td></tr><tr><td>5.0→8.0</td><td>90→80</td><td>10→20</td></tr><tr><td>8.0→10.0</td><td>80→70</td><td>20→30</td></tr><tr><td>10.0→12.0</td><td>70→60</td><td>30→40</td></tr><tr><td>12.0→15.0</td><td>60→10</td><td>40→90</td></tr><tr><td>15.0→16.0</td><td>10→10</td><td>90→90</td></tr><tr><td>16.0→19.0</td><td>10→10</td><td>90→90</td></tr></table> 移動相流速：0.3 mL/min。 注入量：10 μL。	時間(min)	A (%)	B (%)	0.0→1.0	98→98	2→2	1.0→5.0	98→90	2→10	5.0→8.0	90→80	10→20	8.0→10.0	80→70	20→30	10.0→12.0	70→60	30→40	12.0→15.0	60→10	40→90	15.0→16.0	10→10	90→90	16.0→19.0	10→10	90→90
時間(min)	A (%)	B (%)																																																											
0.0→1.0	98→98	2→2																																																											
1.0→5.0	98→90	2→10																																																											
5.0→8.0	90→80	10→20																																																											
8.0→10.0	80→70	20→30																																																											
10.0→11.0	70→60	30→40																																																											
11.0→12.0	60→60	40→40																																																											
12.0→15.0	60→10	40→90																																																											
15.0→19.0	10→10	90→90																																																											
19.0→19.1	10→98	90→2																																																											
19.1→23.0	98→98	2→2																																																											
時間(min)	A (%)	B (%)																																																											
0.0→1.0	98→98	2→2																																																											
1.0→5.0	98→90	2→10																																																											
5.0→8.0	90→80	10→20																																																											
8.0→10.0	80→70	20→30																																																											
10.0→12.0	70→60	30→40																																																											
12.0→15.0	60→10	40→90																																																											
15.0→16.0	10→10	90→90																																																											
16.0→19.0	10→10	90→90																																																											

毛細管電壓(Capillary voltage):<u>2.2</u> kV。 離子源溫度(Ion source temperature)：120°C。 <u>離子化模式：ESI⁺。</u> 溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：400°C。 進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：50 L/hr。 溶媒揮散流速(Desolvation flow rate)：850 L/hr。 偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子對、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如附表。 註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。 2.9. 鑑別試驗及含量測定： 精確量取檢液及基質匹配檢量線溶液各10 μL，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依2.8.節條件進行分析，就檢液與基質匹配檢量線溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各乙型受體素之含量(ppm)： 檢體中各乙型受體素之含量(ppm) = $\frac{C \times V \times F}{M \times 1000}$ C：由基質匹配檢量線求得檢液中各乙型受體素之濃度(ng/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) F：稀釋倍數，由b/a求得 註：相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得(≤100%)，容許範圍如下：	毛細管電壓(Capillary voltage):<u>3.4</u> kV。 離子源溫度(Ion source temperature)：120°C。 溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：400°C。 進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：50 L/hr。 溶媒揮散流速(Desolvation flow rate)：850 L/hr。 偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子對、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如附表。 註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。 2.9. 鑑別試驗及含量測定： 精確量取檢液及基質匹配檢量線溶液各10 μL，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依2.8.節條件進行分析，就檢液與基質匹配檢量線溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各乙型受體素之含量(ppb)： 檢體中各乙型受體素之含量(ppb) = $\frac{C \times V \times F}{M}$ C：由基質匹配檢量線求得檢液中各乙型受體素之濃度(ng/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) F：稀釋倍數，由b/a求得 註：相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得(≤100%)，容許範圍如下：												
<table><tr><td>相對離子強度(%)</td><td>容許範圍(%)</td></tr><tr><td>> 50</td><td>± 20</td></tr><tr><td>> 20 ~ 50</td><td>± 25</td></tr></table>	相對離子強度(%)	容許範圍(%)	> 50	± 20	> 20 ~ 50	± 25	<table><tr><td>相對離子強度(%)</td><td>容許範圍(%)</td></tr><tr><td>> 50</td><td>± 20</td></tr><tr><td>> 20 ~ 50</td><td>± 25</td></tr></table>	相對離子強度(%)	容許範圍(%)	> 50	± 20	> 20 ~ 50	± 25
相對離子強度(%)	容許範圍(%)												
> 50	± 20												
> 20 ~ 50	± 25												
相對離子強度(%)	容許範圍(%)												
> 50	± 20												
> 20 ~ 50	± 25												

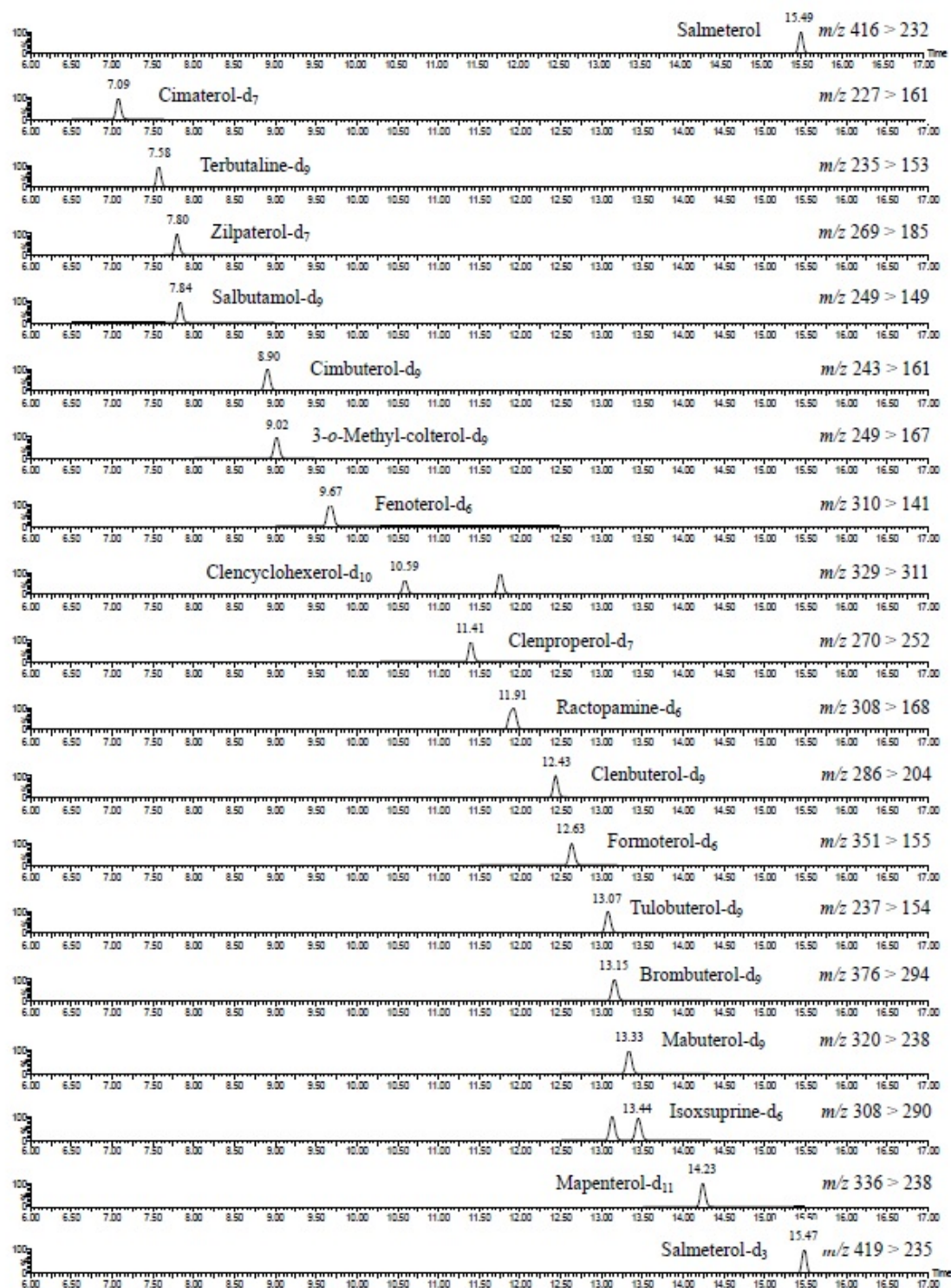
> 10 ~ 20 ± 30 ≤ 10 ± 50	> 10 ~ 20 ± 30 ≤ 10 ± 50	
附註：1. <u>本檢驗方法之定量極限，於肌肉均為0.001 ppm，於內臟均為0.005 ppm。</u> 2. <u>檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</u> <u>參考文獻：</u> 1. <u>Shao, B., Jia, X., Zhang, J., Meng J., Wu, Y., Duan, H., Tu, X. 2009. Multi-residual analysis of 16 b-agonists in pig liver, kidney and muscle by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry. Food Chem. 114: 1115-1121.</u> 2. <u>尤譽嫻、趙偉博、江靜芸、曾素香、蘇淑珠、闕麗卿、施養志。2011。禽畜產品中乙型受體素類動物用藥多重殘留檢驗方法之開發。行政院衛生署藥物食品檢驗局100年度自行研究計畫。</u>	附註：<u>食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</u>	

修正規定

參考層析圖譜



圖、以 LC/MS/MS 分析 21 項乙型受體素類動物用藥標準品及 18 項同位素內部標準品之 MRM 圖譜



圖、以 LC/MS/MS 分析 21 項乙型受體素類動物用藥標準品及 18 項同位素內部標準品之 MRM 圖譜(續)

附表、Brombuterol 等 21 項乙型受體素及內部標準品之多重反應偵測模式參數

項次	分析物	離子對 ^(註)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	內部標準品 ^(註)
		前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)			
<u>1</u>	<u>Brombuterol</u>	<u>367 > 214*</u> <u>367 > 212</u> <u>367 > 293</u>	<u>25</u>	<u>27</u> <u>27</u> <u>18</u>	<u>Brombuterol-d₉</u>
<u>2</u>	<u>t-Butylorsynephrine</u> <u>(Buctopamine)</u>	<u>210 > 136*</u> <u>210 > 192</u>	<u>8</u>	<u>13</u> <u>8</u>	<u>Salbutamol-d₉</u>
<u>3</u>	<u>Cimaterol</u>	<u>220 > 160*</u> <u>220 > 202</u> <u>220 > 143</u>	15	15 10 <u>20</u>	<u>Cimaterol-d₇</u>
<u>4</u>	<u>Cimbuterol</u>	<u>234 > 160*</u> <u>234 > 216</u>	<u>16</u>	<u>18</u> <u>11</u>	<u>Cimbuterol-d₉</u>
<u>5</u>	<u>Clenbuterol</u>	<u>277 > 132*</u> <u>277 > 203</u> <u>277 > 259</u>	20	<u>30</u> 20 10	<u>Clenbuterol-d₉</u>
<u>6</u>	<u>Clencyclohexerol</u>	<u>319 > 203*</u> <u>319 > 301</u> <u>319 > 168</u>	<u>22</u>	<u>20</u> <u>13</u> <u>32</u>	<u>Clencyclohexerol-d₁₀</u>
<u>7</u>	<u>Clenisopenterol</u>	<u>291 > 188*</u> <u>291 > 273</u> <u>291 > 217</u>	<u>13</u>	<u>23</u> <u>12</u> <u>18</u>	<u>Mapenterol-d₁₁</u>
<u>8</u>	<u>Clenpenterol</u>	<u>291 > 203*</u> <u>291 > 132</u> <u>291 > 168</u>	<u>16</u>	<u>21</u> <u>35</u> <u>39</u>	<u>Brombuterol-d₉</u>
<u>9</u>	<u>Clenproperol</u>	<u>263 > 245*</u> <u>263 > 203</u> <u>263 > 132</u>	<u>15</u>	<u>12</u> <u>18</u> <u>26</u>	<u>Clenproperol-d₇</u>
<u>10</u>	<u>Fenoterol</u>	<u>304 > 107*</u> <u>304 > 135</u>	<u>25</u>	<u>29</u> <u>16</u>	<u>Fenoterol-d₆</u>
<u>11</u>	<u>Formoterol</u>	<u>345 > 149*</u> <u>345 > 121</u>	<u>25</u>	<u>18</u> <u>35</u>	<u>Formoterol-d₆</u>
<u>12</u>	<u>Isoxsuprine</u>	<u>302 > 284*</u> <u>302 > 107</u> <u>302 > 150</u>	<u>19</u>	<u>14</u> <u>28</u> <u>22</u>	<u>Isoxsuprine-d₆</u>
<u>13</u>	<u>Mabuterol</u>	<u>311 > 237*</u> <u>311 > 217</u> <u>311 > 202</u>	<u>18</u>	<u>20</u> <u>30</u> <u>35</u>	<u>Mabuterol-d₉</u>
<u>14</u>	<u>Mapenterol</u>	<u>325 > 237*</u> <u>325 > 217</u> <u>325 > 202</u>	<u>24</u>	<u>17</u> <u>27</u> <u>33</u>	<u>Mapenterol-d₁₁</u>
<u>15</u>	<u>3-o-Methyl-colterol</u>	<u>240 > 166*</u> <u>240 > 134</u> <u>240 > 121</u>	<u>18</u>	<u>16</u> <u>28</u> <u>28</u>	<u>3-o-Methyl-colterol-d₉</u>
<u>16</u>	<u>Ractopamine</u>	<u>302 > 121*</u> <u>302 > 107</u> <u>302 > 284</u>	20	<u>20</u> 20 15	<u>Ractopamine-d₆</u>

附表、Brombuterol 等 21 項乙型受體素及內部標準品之多重反應偵測模式參數(續)

項次	分析物	離子對 ^(註)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	內部標準品 ^(註)
		前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)			
<u>17</u>	<u>Salbutamol</u>	240 > 148* 240 > 222 240 > 166	20	15 15 20	<u>Salbutamol-d₉</u>
<u>18</u>	<u>Salmeterol</u>	416 > 232* 416 > 91 416 > 398	30	20 24 14	<u>Salmeterol-d₃</u>
<u>19</u>	<u>Terbutaline</u>	226 > 152* 226 > 107 226 > 125	27	16 30 25	<u>Terbutaline-d₉</u>
<u>20</u>	<u>Tulobuterol</u>	228 > 154* 228 > 118	20	20 20	<u>Tulobuterol-d₉</u>
<u>21</u>	<u>Zilpaterol</u>	262 > 185* 262 > 202 262 > 244	26	23 20 13	<u>Zilpaterol-d₇</u>
<u>I.S.</u>	<u>Brombuterol-d₉</u>	376 > 294	15	17	—
<u>I.S.</u>	<u>Cimaterol-d₇</u>	227 > 161	14	19	—
<u>I.S.</u>	<u>Cimbuterol-d₉</u>	243 > 161	8	14	—
<u>I.S.</u>	<u>Clenbuterol-d₉</u>	286 > 204	20	20	—
<u>I.S.</u>	<u>Clencyclohexerol-d₁₀</u>	329 > 311	10	13	—
<u>I.S.</u>	<u>Clenproperol-d₇</u>	270 > 252	8	10	—
<u>I.S.</u>	<u>Fenoterol-d₆</u>	310 > 141	27	18	—
<u>I.S.</u>	<u>Formoterol-d₆</u>	351 > 155	20	18	—
<u>I.S.</u>	<u>Isoxsuprine-d₆</u>	308 > 290	12	13	—
<u>I.S.</u>	<u>Mabuterol-d₉</u>	320 > 238	15	16	—
<u>I.S.</u>	<u>Mapenterol-d₁₁</u>	336 > 238	10	16	—
<u>I.S.</u>	<u>3-o-Methyl-colterol-d₉</u>	249 > 167	19	15	—
<u>I.S.</u>	<u>Ractopamine-d₆</u>	308 > 168	20	15	—
<u>I.S.</u>	<u>Salbutamol-d₉</u>	249 > 149	20	15	—
<u>I.S.</u>	<u>Salmeterol-d₃</u>	419 > 235	25	20	—
<u>I.S.</u>	<u>Terbutaline-d₉</u>	235 > 153	26	16	—
<u>I.S.</u>	<u>Tulobuterol-d₉</u>	237 > 154	35	20	—
<u>I.S.</u>	<u>Zilpaterol-d₇</u>	269 > 185	20	33	—

註：1. *為定量離子對，定性離子對可視基質情況選擇適合之離子對。

2. 內部標準品可使用不同數目氘標幟之同位素內標，並修正MRM參數。

現行規定

附表、Cimaterol 等 7 項乙型受體素類動物用藥之多重反應偵測模式參數

分析物	定量離子對			定性離子對			內部標準品 ^(註)
	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	
<u>c</u> imaterol	220 > <u>202</u>	15	<u>10</u>	220 > <u>160</u>	15	<u>15</u>	<u>c</u> imaterol-d ₇
<u>c</u> lenbuterol	277 > <u>203</u>	20	<u>20</u>	277 > 259	20	10	<u>c</u> lenbuterol-d ₉
<u>r</u> actopamine	302 > <u>107</u>	20	<u>20</u>	302 > 284	20	15	<u>r</u> actopamine-
<u>s</u> albutamol	240 > 148	20	15	240 > 222	20	15	<u>s</u> albutamol-d ₉
<u>t</u> erbutaline	226 > 152	27	16	226 > 125	27	25	<u>t</u> erbutaline-d ₉
<u>t</u> ulobuterol	228 > 154	20	20	228 > 118	20	20	<u>c</u> lenbuterol-d ₉
<u>z</u> ilpaterol	262 > <u>244</u>	26	<u>13</u>	262 > <u>185</u>	26	<u>23</u>	<u>z</u> ilpaterol-d ₇
<u>c</u> imaterol-d ₇ (I.S.)	227 > <u>209</u>	14	<u>12</u>	—	—	—	—
<u>c</u> lenbuterol-d ₉ (I.S.)	286 > 204	20	20	—	—	—	—
<u>r</u> actopamine-d ₆ (I.S.)	308 > 168	20	15	—	—	—	—
<u>s</u> albutamol-d ₉ (I.S.)	249 > 149	20	15	—	—	—	—
<u>t</u> erbutaline-d ₉ (I.S.)	235 > 153	26	16	—	—	—	—
<u>z</u> ilpaterol-d ₇ (I.S.)	269 > <u>251</u>	20	<u>17</u>	—	—	—	—

註：本方法中之內部標準品可使用不同數目氘標幟之同位素內標，並應修正 MRM 參數。