

# 103年度動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗之能力試驗

廖彩汝<sup>1</sup> 江爾雲<sup>2</sup> 李婉嬪<sup>3</sup> 吳正寧<sup>4</sup> 陳瑜綸<sup>1</sup> 李明鑫<sup>1</sup> 蔡淑貞<sup>5</sup>

<sup>1</sup>食品藥物管理署風險管理組 <sup>2</sup>中央健康保險署北區業務組 <sup>3</sup>食品藥物管理署食品組  
<sup>4</sup>食品藥物管理署醫療器材與化粧品組 <sup>5</sup>行政院食品安全辦公室

## 摘要

103年度食品藥物管理署(下稱食藥署)舉辦檢驗機構對於動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗能力試驗, 測試樣品係以魚肉為基質, 內含孔雀綠及還原型孔雀綠, 參與測試之檢驗機構有18家, 包括4縣市衛生局及14家民間檢驗機構, 孔雀綠及其代謝物判定標準係以Robust-Z或測試值之合格範圍擇優者為評定結果。評列為「滿意」有16家, 佔88.9%, 「不滿意」有2家檢驗機構, 佔11.1%。本次參加之檢驗機構為食藥署認證項目者共計11家, 皆呈滿意結果。透過本次能力試驗, 可知檢驗機構對動物用藥(孔雀綠及其代謝物)之檢驗能力表現良好, 且提供檢驗機構間檢驗技術能力鑑別之機會。能力試驗結果可作為檢驗機構持續改進其品質管理系統之參考, 以及食藥署監控認證檢驗機構之檢驗品質依據之一。

**關鍵詞：**動物用藥、能力試驗、孔雀綠及其代謝物

## 前言

孔雀石綠(Malachite Green)是一種三苯甲烴類的合成有機化合物, 可作為工業用染料, 另因具有強抗真菌及抗原蟲能力, 故被不肖水產業者用於預防或治療養殖魚類之感染寄生蟲、真菌及原蟲等疾病。孔雀石綠會被魚體組織吸收及代謝後, 產生還原型孔雀石綠(Leucomalachite Green), 由於此代謝物為親脂性, 可長時間存在魚體組織內。孔雀石綠及其代謝產物為目前已知於動物試驗會導致基因毒性及致癌性, 而在世界衛生組織/聯合國糧農組織的食品法典委員會(WHO/FAO Codex)並未對食品中孔雀石綠制訂安全標準, 但該委員會建議各國應對養殖之禽畜魚類等限制使用某些藥物並防止殘留, 包括: 氯黴素(chloramphenicol)、孔雀石綠、硝基呋喃(nitrofurans)等8種動物用藥及抗菌劑和生長促

進劑等, 這些藥物皆會間接或直接對人體健康產生不利影響, 並造成禽畜魚類之抗藥性<sup>(1-4)</sup>。另為保障國人食用禽畜水產品安全, 衛生福利部亦訂定「動物用藥殘留標準」規定, 依其在禽、畜肉品及水產品各部位皆有不同之殘留容許量或是不得檢出, 其中孔雀石綠及其代謝物之動物用藥殘留量為「不得檢出」<sup>(5)</sup>, 更凸顯此檢驗項目之重要性。

孔雀綠其價格低廉, 抗菌效果好且易取得, 不肖業者經常違法使用於養殖水產業, 造成養殖魚類食用安全之問題, 因此檢驗機構檢測此項目之能力亦顯重要, 為了解政府機關及民間檢驗機構等有關動物用藥殘留之檢驗能力, 食藥署自99年起即辦理如氯黴素、四環黴素類、抗生素及其代謝物、 $\beta$ -內醯胺類抗生素、多重殘留分析、孔雀石綠及硝基呋喃等能力試驗<sup>(6-9)</sup>, 103年持續舉辦動物用藥能力試驗, 本次以孔雀石綠及其代謝物做為測試項

目，藉以評估檢驗機構對該項的檢驗能力。能力試驗結果，為檢驗機構持續改進其品質管理系統之參考，亦是食藥署監控認證檢驗機構之檢驗品質依據之一。

## 材料與方法

本次動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗能力試驗，係於103年1月14日將測試樣品採宅急便運輸方式統一配送至參加之18家檢驗機構，測試時間為期2週。

### 一、試驗特性及設計

#### (一)樣品配製

本試驗以魚肉作為基質，測試樣品內含孔雀綠(Malachite Green)及還原型孔雀綠(Leucomalachite Green)，分裝至離心管，每瓶測試樣品足供4次測試。每家檢驗機構隨機分配得到1組(1瓶/組)測試樣品，樣品編號以隨機編碼分配，並隨測試樣品附上說明書<sup>(10-11)</sup>。

#### (二)檢驗機構

參與本能力試驗計畫檢驗機構之安排，以檢驗機構位處地點為區隔方式，以北、中、南區域交錯方式隨機分配次序，各檢驗機構均以代碼表示，對外一律保密，且檢驗機構會個別接到能力試驗總體表現報告。參與檢驗機構北區8家、中區1家及南區9家，共計18家檢驗機構。

### 二、測試方法

樣品之測試方法依據衛生福利部102年9月6日公告修正「食品中動物用藥殘留量檢驗方法-孔雀綠及其代謝物之檢驗」<sup>(12)</sup>。各檢驗機構自行準備類似基質進行添加分析，並計算其回收率；另進行二重複分析並計算其相對差異百分比。

### 三、統計方法與評定標準

本次動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗能力試驗，除以Robust-Z進行判定外，其結果為

應注意或不滿意者，以測試值之合格範圍再進行判定。孔雀綠及其代謝物評定標準係以Robust-Z值或測試值之合格範圍擇優者為評定結果。

(一)以Robust-Z值進行統計，評估檢驗機構間之表現。其判定基準為： $|Z| \leq 2$ 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意。計算公式為Robust-Z值 = (測試值 - 中位數) / 常態化四分位全距。

註：名詞解釋及計算公式

1. 中位數(Median)：參加檢驗機構之測試結果排序後，取其位於1/2處之值。
2. 低四分位數(Q1)：參加檢驗機構之測試結果排序後，取其位於1/4處之值。
3. 高四分位數(Q3)：參加檢驗機構之測試結果排序後，取其位於3/4處之值。
4. 四分位全距(IQR)： $Q3 - Q1$ 。
5. 常態化四分位全距(nIQR)： $IQR \times 0.7413$ 。
6. 變異係數(CV, %)：(標準差/平均值)  $\times 100$ 。

(二)以測試值之合格範圍進行統計

測試結果測試值介於合格範圍者評定為「滿意」，超出此範圍者評定為「不滿意」。

1. 孔雀綠總量之合格範圍介於1.40-3.59 ppb之間。
2. 還原型孔雀綠之合格範圍介於0.75-1.92 ppb之間。

(三)直方圖

以測試檢驗機構之代碼為橫軸、Z值為縱軸，依Z值大小次序作圖，藉以比較參加測試檢驗機構間的表現。

## 結果與討論

本次以魚肉為基質之動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗分析能力試驗，測試結果如下：

### 一、孔雀綠總量

18家檢驗機構之測試值介於1.45-5.68 ppb之間，Robust-Z值介於 -2.66-8.47之間，其中檢驗機構代碼11、15為應注意，檢驗機構代碼17為不滿意，另以測試值之合格範圍再進行判定，除檢驗機構代碼17仍為不滿意外，其餘檢驗機構皆為滿意結果，滿意之檢驗機構佔94.4% (表一)。

## 二、還原型孔雀綠

18家檢驗機構之測試值介於未檢出 -1.47 ppb之間，Robust-Z值介於 -3.20-3.27之間，其中檢驗機構代碼11未檢出還原型孔雀綠為不滿意，檢驗機構代碼02、17之Robust-Z值大於3為不滿意，另以測試值之合格範圍再進行判定，除檢驗機構代碼17仍為不滿意外，其餘

表一、動物用藥(孔雀綠及其代謝物)測試結果

檢驗機構代碼 <sup>a</sup>	測試結果(ppb)	孔雀綠總量		還原型孔雀綠		
		Robust-Z <sup>b</sup>	評定結果 <sup>c</sup>	測試結果(ppb)	Robust-Z <sup>b</sup>	評定結果 <sup>c</sup>
01	2.45	-0.03	○	1.09	0.73	○
02 <sup>a</sup>	3.20	1.95	○	1.47	3.27	○
03	1.77	-1.82	○	1.09	0.73	○
04	2.14	-0.84	○	0.98	0.00	○
05	1.92	-1.42	○	0.89	-0.60	○
06	2.69	0.61	○	0.97	-0.07	○
07	2.29	-0.45	○	0.86	-0.80	○
08	2.30	-0.42	○	0.89	-0.60	○
09	2.85	1.03	○	1.08	0.67	○
10	2.47	0.03	○	1.02	0.27	○
11 <sup>a</sup>	1.45	-2.66	○	未檢出	— <sup>d</sup>	●
12	2.66	0.53	○	0.93	-0.33	○
13	2.36	-0.26	○	1.04	0.40	○
14	2.68	0.58	○	1.14	1.07	○
15 <sup>a</sup>	3.46	2.63	○	1.12	0.93	○
16	1.89	-1.50	○	0.77	-1.40	○
17 <sup>a</sup>	5.68	8.47	●	0.50	-3.20	●
18	2.59	0.34	○	0.89	-0.60	○
Median	2.46			0.98		
Q3	2.69			1.09		
Q1	2.18			0.89		
IQR	0.51			0.20		
nIQR	0.38			0.15		

a. 以合格範圍再進行判定，其評定方式

- 孔雀綠總量評定標準介於1.40-3.59 ppb範圍者評定為「滿意」；超出此範圍者評定為「不滿意」
- 還原型孔雀綠評定標準介於0.75-1.92 ppb範圍者評定為「滿意」；超出此範圍者評定為「不滿意」

b. Robust-Z值評定方式

- $|Z| \leq 2.0$ 為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$ 為應注意， $|Z| \geq 3.0$ 為不滿意
- Median為中位數；Q3為高四分位數；Q1為低四分位數；IQR為四分位全距；nIQR為常態化四分位全距

c. 評定結果係以Robust-Z或合格範圍擇優為之，○：滿意；●：不滿意

d. “—”檢驗機構未參加本項目之測試或無測試結果

表二、測試樣品中動物用藥(孔雀綠及其代謝物)測試結果統計表

測試項目	參加數	測試結果			
		最小值(ppb)	最大值(ppb)	重複性(RPD%)	回收率(%)
孔雀綠總量	18	1.45	5.68	0.60-10.33	80.00-113.00
還原型孔雀綠	18	未檢出	1.47	0.00-11.50	0.00-111.50

表三、各檢驗機構之測試結果評定統計表

測試項目	評定結果	參加家數	滿意家數(%)	不滿意家數(%)
孔雀綠總量		18	17 (94.4)	1 (5.6) (17) <sup>a</sup>
還原型孔雀綠		18	16 (88.9)	2 (11.1) (11, 17) <sup>a</sup>
總結果		18	16 (88.9)	2 (11.1) (11, 17) <sup>a</sup>

a. 為檢驗機構代碼

檢驗機構皆為滿意結果，滿意之檢驗機構佔88.9%(表一)。

本次動物用藥(孔雀綠及其代謝物)檢驗能力試驗測試結果，統計表及評定統計表詳如表二及表三。本次評列為「滿意」之檢驗機構佔88.9%。

魚肉中動物用藥(孔雀綠及其代謝物)之直方圖顯示， $|Z| \leq 2$ 及 $|Z| \geq 3$ 分別以虛線及實線表示，低於虛線以下者評列為滿意，介於虛線及實線間評列為應注意，高於實線以上者評列為不滿意，藉以比較參加測試檢驗機構間之差異(圖一)。

綜合以上，檢驗機構代碼01、02、03、04、05、06、07、08、09、10、12、13、14、15、16及18之測試結果皆表現良好。檢驗機構代碼11在還原型孔雀綠之測試結果表現為不滿意，檢驗機構代碼17在孔雀綠及還原型孔雀綠之測試結果表現為不滿意，顯示該等檢驗機構應加強孔雀綠及其代謝物之檢測能力。

## 結 論

103年度食藥署廣邀各界檢驗機構參加以魚肉作為測試樣品之孔雀綠及其代謝物之能力試驗。本次能力試驗參加之檢驗機構18家之測試結果，評列為滿意者佔八成以上，為食藥署

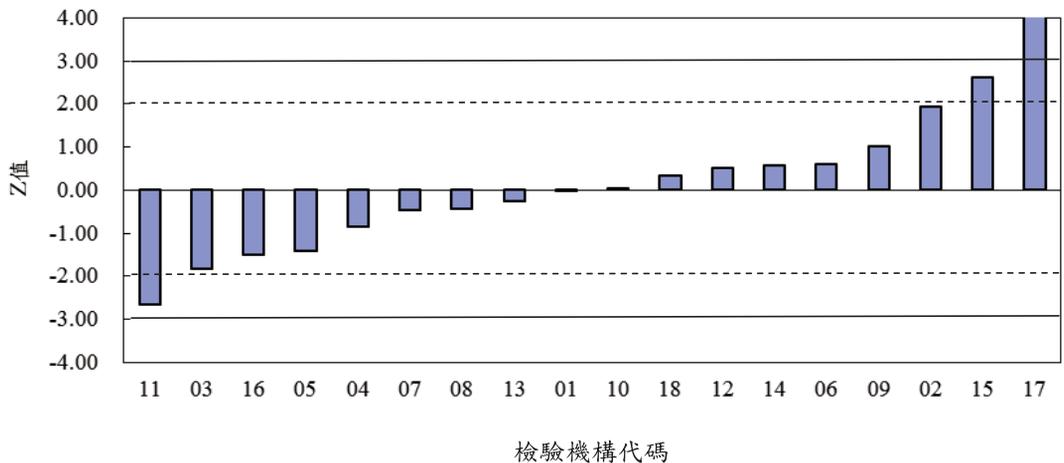
認證項目者計11家檢驗機構，皆呈現滿意之結果，滿意率達100%，顯示透過認證機制之把關，其檢驗能力均達一定之品質及公信力。

未來將持續辦理能力試驗，以提升檢驗機構之檢驗技術能力，另亦期透過能力試驗提供檢驗機構間在檢驗技術能力相互比較之機會，作為改進其品質管理系統之參考，並兼具輔助監督管理檢驗機構之多重功能。

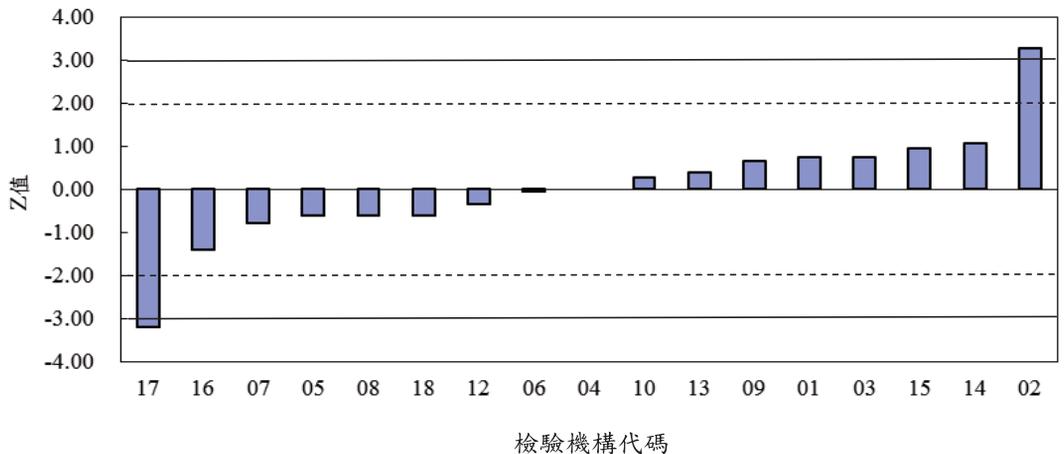
## 參考文獻

- Allen, J.L., Gofus, J.E. and Meinertz, J.R. 1994. Determination of malachite green residues in the eggs, fry, and adult muscle tissue of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*). J. AOAC Int. 77(3): 553-557.
- Andersen, W.C., Turnipseed, S.B. and Roybal, J.E. 2006. Quantitative and confirmatory analyses of malachite green and leucomalachite green residues in fish and shrimp. J. Agric. Food Chem. 54(13): 4517-4523.
- Codex Alimentarius Commission. 2013. Distribution of the Report of the Twenty-First Session of the Codex Committee on Residues of Veterinary Drugs in Foods. (REP14/RVDF) [<http://www.codexalimentarius.org/input/>]

(A)



(B)



圖一、食品中動物用藥(A)孔雀綠總量及(B)還原型孔雀綠 檢驗能力試驗之直方圖

- download/report/802/REP14\_RVe.pdf].
- 蘇淑珠。2006。石斑魚使用禁藥孔雀綠。藥物食品簡訊，303: 1-2。
  - 衛生福利部。2014。動物用藥殘留標準。103.4.1部授食字第1031300872號令修正。
  - 江爾蕓、李婉嬪、吳正寧、李明鑫等。2014。102年度食品中乙型受體素類之能力試驗。103年度食品衛生檢驗科技研討會學術壁報論文。
  - 江爾蕓、李婉嬪、吳正寧、施鈞傑等。2014。102年度食品中硝基呋喃代謝物之能力試驗。103年度食品衛生檢驗科技研討會學術壁報論文。
  - 江爾蕓、李婉嬪、施鈞傑、郭曉文等。2013。101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗。食品藥物研究年報，4: 388-398。
  - 江爾蕓、施鈞傑、林宜蓉、李婉嬪等。

- 2012。100年度食品中硝基呋喃代謝物檢驗之能力試驗。101年度食品衛生檢驗科技研討會學術壁報論文。
10. ISO. 2010. Conformity assessment-General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043. [[http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=29366](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=29366)].
11. NATA. 2012. Guide to Proficiency Testing. Australia. [<http://www.pta.asn.au/documents/PTPM-01-1-04-Guide-to-Proficiency-Testing-Australia.pdf>].
12. 衛生福利部。2013。食品中動物用藥殘留量檢驗方法-孔雀綠及其代謝物之檢驗。102.09.06部授食字第1021950329號公告修正。

# Results of Proficiency Testing in 2014: Veterinary Drug Residues of Malachite Green and its Metabolite in Foods

CAI-RU LIAO<sup>1</sup>, ERH-YUN CHIANG<sup>2</sup>, WAN-CHEN LEE<sup>3</sup>,  
ZHENG-NING WU<sup>4</sup>, YU-XUAN CHEN<sup>1</sup>,  
MING-SHIN LEE<sup>1</sup> AND SHU-JEAN TSAI<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Division of Risk Management, TFDA <sup>2</sup>Division of Northern, NHI <sup>3</sup>Division of Food Safety, TFDA  
<sup>4</sup>Division of Medical Devices and Cosmetics, TFDA <sup>5</sup>Office of Food Safety, EY

## ABSTRACT

A proficiency testing was held in 2014 in order to understand the analytical competency of laboratories in testing for the veterinary drug residues of malachite green and its metabolite in foods. Fish muscle was used as the testing material and was shown to be consistent and effective in terms of homogeneity and stability. A total of 18 laboratories participated in the test, including 4 local health bureaus and 14 private laboratories. The analytical results were analyzed using Robust-Z and categorized as follows:  $|Z|$  score  $\leq 2$  was “satisfactory”,  $2 < |Z| < 3$  was “acceptable” and  $|Z| \geq 3$  was “unsatisfactory”. The amounts of malachite green and its metabolite in the test samples should be in the range of 1.40-3.59 ppb and 0.75-1.92 ppb, respectively. The better of the two results was used. Among the 18 laboratories, 16 and 2 laboratories were graded as satisfactory and unsatisfactory, respectively. Laboratories graded in the category of “unsatisfactory” were all unaccredited laboratories. Laboratories with accredited items were all found to be satisfactory in this proficiency test. This test provided the opportunity for laboratories to assess their performance in relation to other laboratories and make necessary improvements to their quality system.

**Key words:** veterinary drug residues, proficiency testing, malachite green and its metabolite