

以 QuEChERS 建立食品中 48 項動物用藥多重殘留分析之 檢驗方法

盧昭吟 林燕萍 李盈霖 黃文正 林聖哲
臺南市政府衛生局

現行食品中動物用藥-48項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法係依據食品藥物管理署102年9月6日署授食字第1021950329號公告修定之「食品中動物用藥殘留量檢驗方法—多重殘留分析(二)」，該方法以液-液萃取，過程費時且溶劑使用量多。本研究在提昇檢驗效率及綠色環保考量下，以QuEChERS縮短樣品前處理時間及減少有機溶劑，建立食品中動物用藥—48項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法。本檢驗方法以QuEChERS前處理，再利用液相層析串聯質譜儀(LC/MS/MS)分析，採用MRM (Multiple reaction monitoring)模式定量。測試結果顯示，在肌肉基質中，方法定量極限(LOQ)為carazolol 0.002 ppm、sarafloxacin 0.005 ppm、sulfachlorpyridazine 0.02 ppm，clopidol、ormetoprim及fluazuron 0.05ppm，其餘42項均為0.01 ppm；在乳品基質中，方法定量極限(LOQ)為carazolol 0.002 ppm、ormetoprim及fluazuron 0.05ppm，其餘45項均為0.01 ppm。組織檢量線(Tissue calibration curve)相關係數 r 均大於0.99；回收率均在80至120%區間；重複分析之相對差異百分比均 $<10\%$ 。經由各項確效檢驗數據顯示，本方法具高回收率及高精度，縮短實驗時間及減少有機溶劑等多項之優點，可作為未來方法修正之參考。

前言

動物用藥係指於動物飼養過程中為了治療疾病或促進生長而添加於飼料中，以提高畜牧生產力。為提供民生大量的蛋白質飲食需求，蓬勃發展畜禽及水產養殖業，被飼育的動物採集中管理，受限於有限空間，常導致動物生病及相互傳染，因而使用藥品作為預防及治療的管理手段。然而，由於全球化與自由經濟貿易之潮流，國際間農畜禽水產品之流通日漸頻繁，因此，有關動物用藥殘留議題更加受重視^(1,2)。

正確的使用動物藥品及含藥物飼料，是可以幫助畜禽水產動物之生長及治療其疾病，並促進畜牧養殖事業之發展；若使用不當，食品中可能會殘留動物藥品，經由食物鏈傳遞至人體，直接或間接危害國民健康，引發食品安全問題。因此，執行動物用藥殘留之檢測工作著實扮演十分重要的角色^(1,2)。

現行對於食品中動物用藥-48 項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法係依據食品藥物管理署 102 年 9 月 6 日署授食字第 1021950329 號公告修定之「食品中動物用藥殘留量檢驗方法—多重殘留分析(二)」，該方法以液-液萃取，過程費時且溶劑使用量多；本研究在提昇檢驗效率及綠色環保考量下，檢體採用 QuEChERS 方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) 前處理，建立食品中動物用藥—48 項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法。

材料與方法

一、試藥

- (一) 對照標準品：azaperol、azaperone、carazolol、ciprofloxacin、clopidol、danofloxacin、dicyclanil、difloxacin、enrofloxacin、eprinomectin、fleroxacin、flumequine、lomefloxacin、marbofloxacin、morantel、nalidixic acid、norfloxacin、

ormetoprim、oxolinic acid、pefloxacin、pipemidic acid、piromidic acid、sarafloxacin、succinylsulfathiazole、sulfabenzamide、sulfacetamide、sulfachlorpyridazine、sulfadiazine、sulfadimethoxine、sulfadoxine、sulfaethoxypyridazine、sulfaquanidine、sulfamerazine、sulfameter、sulfamethazine、sulfamethizole、sulfamethoxazole、sulfamethoxypyridazine、sulfamonomethoxine、sulfapyridine、sulfaquinoxaline、sulfathiazole、sulfatroxazole、tetramisole、trichlorfon、trimethoprim、ethopabate、fluazuron，標準品級。。

(二) 藥品及溶劑

1. 氫氧化鈉：採用試藥特級。
2. 甲醇：採用液相層析級。
3. 乙腈：採用液相層析級。
4. 冰醋酸：採用試藥特級。
5. 甲酸 (Formic acid) 採試藥級。
6. 去離子水：比電阻係數可達18 MΩ·cm以上。

二、器具及材料

- (一) 攪拌均質器(Blender)。
- (二) 震盪機。
- (三) 離心機(Centrifuge)：轉速可達5000 rpm以上，控制溫度可達15℃以下者。
- (四) 氮氣濃縮裝置(Nitrogen evaporator)。
- (五) 定量瓶：5 mL、20 mL、50 mL。
- (六) 離心管：50 mL。
- (七) 玻璃試管：10 mL。
- (八) 濾膜：孔徑0.2μm，Nylon材質。
- (九) 萃取粉劑 I：適用於肌肉檢體，GET 1705-1001，巨研科技股份有限公司。
- (十) 萃取粉劑 II：適用於牛奶檢體，GET 1705-1003，巨研科技股份有限公司。
- (十一) 淨化離心管 I：適用於肌肉檢體，GET 1703-2001，巨研科技股份有限公司。
- (十二) 淨化離心管 II：適用於牛奶檢體，GET 1703-2003，巨研科技股份有限公司。
- (十三) 陶瓷均質石(Ceramic homogenizer)。

三、試劑之配製

- (一) 0.5N 氫氧化鈉溶液：秤取2g 氫氧化鈉加去離子水使成100 mL。
- (二) 1% 醋酸之乙腈溶液：取冰醋酸10 mL與乙腈990 mL混合均勻。
- (三) 50% 甲醇：取50mL 甲醇與50mL去離子水混合均勻。

四、移動相溶液之配製

- (一) 移動相溶液A：0.1% 甲酸/水，取1000 mL去離子水加1 mL甲酸，混合均勻。
- (二) 移動相溶液B：0.1% 甲酸/甲醇，取1000 mL 甲醇加1 mL甲酸，混合均勻。

五、標準溶液之配製

(一) 標準原液

1. 取動物用藥對照標準品ciprofloxacin、clopidol、fleroxacin、oxolinic acid、piromidic acid、sulfaquinoxaline、fluazuron各0.05g，先以少許0.5N 0.5N 氫氧化鈉溶液溶解後，再以甲醇定容至50 mL，作為標準原液 (1000μg/mL)。
2. 取動物用藥對照標準品azaperol、azaperone、carazolol、danofloxacin、dicyclanil、difloxacin、enrofloxacin、eprinomectin、flumequine、lomefloxacin、marbofloxacin、morantel、nalidixic acid、norfloxacin、ormetoprim、pefloxacin、pipemidic acid、sarafloxacin、succinylsulfathiazole、sulfabenzamide、

sulfacetamide、sulfachlorpyridazine、sulfadiazine、sulfadimethoxine、sulfadoxine、sulfaethoxypyridazine、sulfaquanidine、sulfamerazine、sulfameter、sulfamethazine、sulfamethizole、sulfamethoxazole、sulfamethoxypyridazine、sulfamonomethoxine、sulfapyridine、sulfathiazole、sulfatroxazole、tetramisole、trichlorfon、trimethoprim、ethopabate各0.05g，以甲醇定容至50 mL，作為標準原液（1000 μ g/mL）。

（二）混合標準原液：量取各標準原液各1 mL，共置於100mL容量瓶中，以甲醇定容，作為混合標準原液（10 μ g/mL）。

六、儀器設備

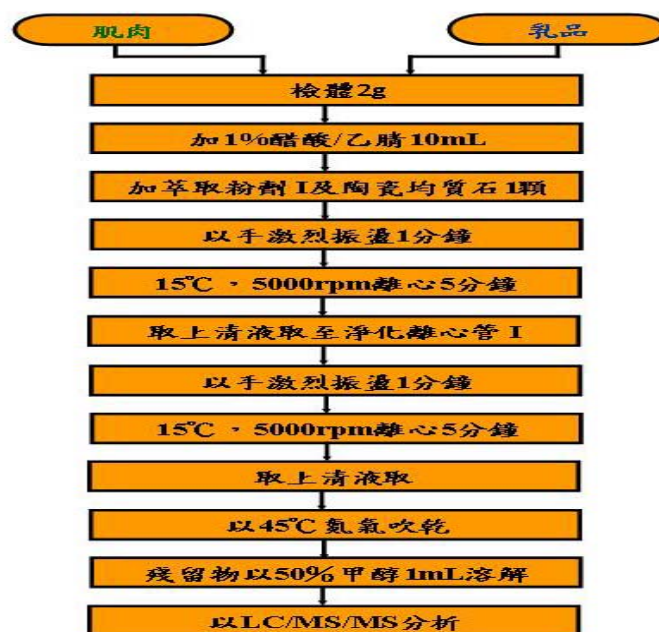
液相層析串聯質譜儀：AB SCIEX 5500 Q TRAP® LC/MS/MS System。

七、檢驗方法

檢體採用QuEChERS 方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) ⁽³⁾ 前處理後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。

（一）檢體之前處理

- 1.肌肉檢體：取均質檢體約2g，放入50mL離心管，加入冷藏預冷之1%醋酸之乙腈溶液10mL，再加入萃取粉劑 I 及陶瓷均質石1顆，以手激烈振盪1分鐘後，於15℃，5000rpm離心5分鐘。將上清液取至淨化離心管 I，以手激烈振盪1分鐘後，於15℃，5000rpm離心5分鐘，將上清液取至玻璃試管，以45℃氮氣吹乾，殘留物以50%甲醇1mL溶解，經濾膜過濾後，供作檢液，以液相層析串聯質譜（LC/MS/MS）分析(流程圖如圖一)。
- 2.乳品檢體：取均質檢體約2g，放入50mL離心管，加入冷藏預冷之1%醋酸之乙腈溶液10mL，再加入萃取粉劑 II 及陶瓷均質石1顆，以手激烈振盪1分鐘後，於15℃，5000rpm離心5分鐘。將上清液取至淨化離心管 II，以手激烈振盪1分鐘後，於15℃，5000rpm離心5分鐘，將上清液取至玻璃試管，以45℃氮氣吹乾，殘留物以50%甲醇1mL溶解，經濾膜過濾後，供作檢液，以液相層析串聯質譜（LC/MS/MS）分析(如圖一)。



圖一 QuEChERS 方法流程圖

(二) 組織檢量線 (Tissue calibration curve) 製作

取空白檢體2g，加入混合標準品溶液，濃度介於0.005~0.12µg/mL，至少包含5種濃度，依上述檢體前處理步驟操作，所得之檢液，以液相層析串聯質譜 (LC/MS/MS) 分析，就各動物用藥之定量離子波峰面積與對應之各動物用藥濃度，分別製作組織檢量線，線性回歸方程式之相關係數不應低於0.99^(4,5)。

(三) 液相層析儀串聯質譜儀 (LC/MS/MS) 條件

本實驗室使用之LC-MS/MS儀器之型號為AB SCIEX 5500 Q TRAP® LC/MS/MS System，並搭配DIONEX UPLC。

1.超高效能液相層析儀 (UPLC) 條件

1.1 分析管柱 (Column): Agilent Zorbox SB-C18, 5µm, 4.6 x150 mm。

1.2 分析管柱溫度 (Column Oven Temperature): 35°C

1.3 移動相流速 (Flow rate): 1.0mL/min

1.4樣品注射量 (Injection volume): 10µL

1.5移動相: 0.1% 甲酸/水 (A液)

0.1% 甲酸/甲醇 (B液)

1.6移動相梯度 (LC Pump Gradient):

時間 (min)	A 液 (%)	B 液%
0	96	4
2	96	4
3	80	20
6	75	25
8.6	73	27
14.5	63	37
18	20	80
22	0	100
24	0	100
24.5	96	4
30	96	4

2.串聯式質譜儀 (MS/MS) 條件

2.1離子源: 電灑法 (ESI)

2.1.1正離子

窗簾氣體 (CUR): 20

碰撞氣體 (CAD): High

電灑電壓 (IS): 5500

去溶劑溫度 (TEM): 600

離子源氣體 1 (GS1): 55

離子源氣體 2 (GS2): 55

2.1.2 負離子

窗簾氣體 (CUR): 20

碰撞氣體 (CAD): High

電灑電壓 (IS) : -5500

去溶劑溫度 (TEM) : 600

離子源氣體 1 (GS1) : 55

離子源氣體 2 (GS2) : 55

2.2偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring,MRM)

2.3離子對 (MRM)、真空介面板電壓 (DP)、碰撞能量電壓 (CE)、入口電壓 (EP)、碰撞室初端電壓 (CXP)：

項次	分析物	離子對	DP	CE	EP	CXP
1	azaperol	330/121	50	31	10	10
		330/149	50	35		
2	azaperone	328/165	50	28	10	10
		328/121	50	30		
3	carazolol	299/116	50	28	10	10
		299/222	50	25		
4	ciprofloxacin	332/314	80	27	10	10
		332/231	80	48		
5	clopidol	192/101	50	35	10	10
		192/87	50	37		
6	danofloxacin	358/340	80	33	10	10
		358/283	80	26		
7	dicyclanil	191/150	50	27	10	10
		191/175	50	36		
8	difloxacin	400/356	80	28	10	10
		400/299	80	40		
9	enrofloxacin	360/316	80	26	10	10
		360/245	80	35		
10	eprinomectin	914/330	50	20	10	10
		914/468	50	15		
11	fleroxacin	370/326	50	25	10	10
		370/269	50	36		
12	flumequine	262.02/244	50	25	10	10
		262.02/202	50	40		
13	lomefloxacin	352/265	80	29	10	10
		352/308	80	25		
14	marbofloxacin	363/345	50	30	10	10
		363/72	50	35		
15	morantel	221/164	50	33	10	10
		221/149	50	45		
16	nalidixic acid	233/215	50	17	10	10
		233/187	50	32		
17	norfloxacin	320/302	80	30	10	10
		320/276	80	23		
18	ormetoprim	275/259	50	35	10	10
		275/123	50	33		
19	oxolinic acid	262.01/244	50	22	10	10
		262.01/216	50	38		
20	pefloxacin	334/316	50	28	10	10
		334/233	50	33		
21	pipemidic acid	304/217	50	28	10	10
		304/189	50	40		
22	piromidic acid	289/243	50	39	10	10
		289/271	50	23		
23	sarafloxacin	386/368	50	28	10	10
		386/342	50	24		

24	succinylsulfathiazole	356/256 356/192	50 50	23 30	10	10
25	sulfabenzamide	277/156 277/92	50 50	16 33	10	10
26	sulfacetamide	215/156 215/92	50 50	16 30	10	10
27	sulfachlorpyridazine	285/156 285/92	50 50	20 35	10	10
項次	分析物	離子對	DP	CE	EP	CXP
28	sulfadiazine	251/156 251/92	30 30	20 35	10	10
29	sulfadimethoxine	311/156 311/92	80 80	26 35	10	10
30	sulfadoxine	311/156 311/92	50 50	26 35	10	10
31	sulfaethoxypyridazine	295/156 295/92	50 50	26 35	10	10
32	sulfaquanidine	215/156 215/92	51 51	16 31	10	10
33	sulfamerazine	265/156 265/92	76 76	21 33	10	10
34	sulfameter	281/156 281/92	80 80	22 30	10	10
35	sulfamethazine	279/156 279/186	80 80	25 21	10	10
36	sulfamethizole	271/156 271/92	50 50	22 30	10	10
37	sulfamethoxazole	254/156 254/92	51 51	29 31	10	10
38	sulfamethoxypyridazine	281/156 281/92	50 50	22 30	10	10
39	sulfamonomethoxine	281.001/156 281.001/92	50 50	23 40	10	10
40	sulfapyridine	250/156 250/92	50 50	22 33	10	10
41	sulfaquinoxaline	301/156 301/92	50 50	22 40	10	10
42	sulfathiazole	256/156 256/92	31 31	20 32	10	10
43	sulfatroxazole	268/156 268/92	50 50	23 35	10	10
44	tetramisole	205/178 205/123	50 50	29 37	10	10
45	trichlorfon	259/109 257/109	50 50	22 22	10	10
46	trimethoprim	291/230 291/123	50 50	30 32	10	10
47	ethopabate	236/192 236/132	-80 -80	-30 -35	10	10
48	fluazuron	504/305 506/307	-80 -80	-20 -20	10	10

(三) 鑑別試驗及含量測定

1. 定性

1.1 滯留時間 (Retention time ; RT) : $\pm 2.5\%$

1.2 判定點數 (Identification point ; IP) : 4 IP

1.3 相對離子強度 (Ion Ratio) : 由兩組離子對之波峰面積相除而得($\leq 100\%$) , 容許範圍如下 :

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 20
> 20~50	± 25
> 10~20	± 30
≤ 10	± 50

2. 定量

以 MRM (Multiple Reaction Monitoring) 模式做為定量，就檢液與對應標準溶液所得波峰之滯留時間及相對離子強度比 (Ion Ratio) 鑑別之，並依下列計算式求得檢體中各動物用藥含量(ppm)：

檢體中各動物用藥之含量(ppm) = $C \times V / M$

C：由基質匹配檢量線求得檢液中各動物用藥之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

八、定量極限 (limit of quantification, LOQ) 評估方法

以食品藥物管理署102年9月6日署授食字第1021950329號公告修定之「食品中動物用藥殘留量檢驗方法—多重殘留分析(二)」中訂定之定量極限 (LOQ) 執行。

分別取三個空白樣品各2g，加入適量標準溶液，作成現行公告方法訂定之定量極限之添加量，依本實驗方法分析步驟，三次分析之訊號雜訊比(S/N ratio)均大於10，則表示本實驗方法可達現行公告方法所訂定之定量極限 (LOQ) ^(4,5)。

九、準確度(accuracy)評估方法

將適量之待測物標準品分別添加於肌肉及乳品基質之空白樣品中，添加濃度為0.01ppb及0.02ppb，再依本實驗方法分析步驟，各進行5重複之檢測，計算其回收率(%) ^(4,5)。回收率計算公式如下：

$$\text{回收率}\% = (X/A) \times 100\%$$

X：實際測定濃度

A：添加濃度

十、精密度(precision)評估方法

將適量之待測物標準品分別添加於肌肉及乳品基質之空白樣品中，至少2種濃度，再依本實驗方法分析步驟，各進行5重複之檢測，計算相對差異百分比(RPD%) ^(4,5)。

相對差異百分比(RPD%)計算公式如下：

$$RPD\% = \frac{|X_1 - X_2|}{\frac{1}{2}(X_1 + X_2)} \times 100\%$$

X1、X2：二重複分析時，所得之二個各別測定值

結果

一、組織檢量線 (Tissue calibration curve)

以 0.005、0.02、0.05、0.08、0.12 μ g/mL 等 5 個濃度製作組織檢量線，其線性回歸方程式之相關係數(r) 均大於 0.99，顯示此方法檢量線經由 QuEChERS 方法前處理後，仍然可保持良好的線性關係。

二、定量極限 (limit of quantification, LOQ)

在肌肉及乳品中三次分析之訊號雜訊比(S/N ratio)均大於10，顯示本實驗方法可達現行公告方法所訂定之定量極限 (LOQ) (如表一)。

表一 48項動物用藥定量極限

項次	分析物	LOQ (ppm)	
		肌肉	牛奶
1	azaperol	0.01	0.01
2	azaperone	0.01	0.01
3	carazolol	0.002	0.02
4	ciprofloxacin	0.01	0.01
5	clopidol	0.05	0.01
6	danofloxacin	0.01	0.01
7	dicyclanil	0.01	0.01
8	difloxacin	0.01	0.01
9	enrofloxacin	0.01	0.01
10	eprinomectin	0.01	0.01
11	fleroxacin	0.01	0.01
12	flumequine	0.01	0.01
13	lomefloxacin	0.01	0.01
14	marbofloxacin	0.01	0.01
15	morantel	0.01	0.01
16	nalidixic acid	0.01	0.01
17	norfloxacin	0.01	0.01
18	ormetoprim	0.05	0.05
19	oxolinic acid	0.01	0.01
20	pefloxacin	0.01	0.01
21	pipemidic acid	0.01	0.01
22	piromidic acid	0.01	0.01
23	sarafloxacin	0.005	0.01
24	succinylsulfathiazole	0.01	0.01
25	sulfabenzamide	0.01	0.01
26	sulfacetamide	0.01	0.01
27	sulfachlorpyridazine	0.02	0.01
28	sulfadiazine	0.01	0.01
29	sulfadimethoxine	0.01	0.01
30	sulfadoxine	0.01	0.01
31	sulfaethoxypyridazine	0.01	0.01
32	sulfaquanidine	0.01	0.01
33	sulfamerazine	0.01	0.01
34	sulfameter	0.01	0.01
35	sulfamethazine	0.01	0.01
36	sulfamethizole	0.01	0.01
37	sulfamethoxazole	0.01	0.01
38	sulfamethoxypyridazine	0.01	0.01
39	sulfamonomethoxine	0.01	0.01
40	sulfapyridine	0.01	0.01
41	sulfaquinoxaline	0.01	0.01

42	sulfathiazole	0.01	0.01
43	sulfatroxazole	0.01	0.01
44	tetramisole	0.01	0.01
45	trichlorfon	0.01	0.01
46	trimethoprim	0.01	0.01
47	ethopabate	0.01	0.01
48	fluazuron	0.05	0.05

三、準確度(accuracy)

以回收率評估之，結果顯示，在肌肉及乳品基質中，添加濃度為0.01ppb及0.02ppb，做5重複之平均回收率均在80~120%（如表二）。

表二 平均回收率

項次	分析物	平均回收率（%）			
		0.01ppb		0.02ppb	
		肌肉	乳品	肌肉	乳品
1	azaperol	90-115	90-115	90-120	90-120
2	azaperone	90-115	91-110	90-115	90-115
3	carazolol	90-110	85-110	90-110	85-115
4	ciprofloxacin	95-120	90-115	100-120	90-120
5	clopidol	95-110	95-110	95-115	90-120
6	danofloxacin	95-115	95-110	95-120	95-120
7	dicyclanil	90-110	95-120	95-115	95-120
8	difloxacin	100-110	95-110	95-120	95-115
9	enrofloxacin	90-110	85-110	90-115	85-115
10	eprinomectin	90-110	95-110	85-110	90-120
11	fleroxacin	100-115	90-110	100-120	90-120
12	flumequine	95-115	100-120	95-110	100-120
13	lomefloxacin	95-115	95-115	95-110	90-120
14	marbofloxacin	95-115	95-115	100-120	95-120
15	morantel	90-115	85-115	100-120	85-120
16	nalidixic acid	100-120	100-110	100-120	100-120
17	norfloxacin	100-120	95-120	95-120	90-120
18	ormetoprim	95-120	95-120	95-115	95-120
19	oxolinic acid	95-115	95-120	95-115	95-120
20	pefloxacin	95-115	95-110	95-110	95-120
21	pipemidic acid	95-120	85-115	95-120	85-115
22	piromidic acid	90-115	90-120	85-115	90-120
23	sarafloxacin	100-120	100-120	100-115	100-120
24	succinylsulfathiazole	95-120	85-115	95-120	85-120
25	sulfabenzamide	90-120	100-120	90-120	95-120
26	sulfacetamide	95-115	90-120	95-115	90-120
27	sulfachlorpyridazine	95-120	90-115	95-120	95-120
28	sulfadiazine	98-115	95-115	95-120	90-120
29	sulfadimethoxine	95-110	95-115	90-115	90-120
30	sulfadoxine	95-115	90-115	100-120	90-120
31	sulfaethoxypyridazine	85-110	95-115	95-115	95-120
32	sulfaquanidine	100-120	90-120	95-120	90-120
33	sulfamerazine	90-115	95-120	95-120	90-120
34	sulfameter	90-120	95-115	95-120	95-120
35	sulfamethazine	90-115	100-120	95-120	100-120
36	sulfamethizole	95-110	85-115	90-115	85-120
37	sulfamethoxazole	95-120	95-120	90-120	90-120
38	sulfamethoxypyridazine	100-120	90-120	95-120	90-120
39	sulfamonomethoxine	90-120	85-115	95-120	85-120
40	sulfapyridine	100-120	90-120	100-120	90-120

41	sulfaquinoxaline	95-120	90-120	95-120	90-120
42	sulfathiazole	95-110	85-115	90-115	80-120
43	sulfatroxazole	95-120	90-120	100-120	90-120
44	tetramisole	100-120	90-120	100-120	90-120
45	trichlorfon	80-110	80-115	85-115	85-120
46	trimethoprim	90-110	85-120	95-110	85-120
47	ethopabate	90-120	85-115	95-120	85-120
48	fluazuron	85-110	85-120	85-110	85-120

四、精密度(precision)

以重複性評估之，結果顯示，在肌肉及乳品中，添加濃度為0.01ppb及0.02ppb，其相對差異百分比(RPD%)均小於10（如表三）。

表三 重複性差異百分比

項次	分析物	重複性差異百分比（%）			
		0.01ppb		0.02ppb	
		肌肉	乳品	肌肉	乳品
1	azaperol	3-8	2-5	2-7	0-7
2	azaperone	2-5	2-4	2-5	1-5
3	carazolol	1-7	2-6	2-6	1-6
4	ciprofloxacin	2-6	1-5	1-9	2-8
5	clopidol	2-8	1-4	1-6	2-7
6	danofloxacin	1-5	1-5	3-6	2-7
7	dicyclanil	2-10	2-5	1-8	2-7
8	difloxacin	2-6	3-6	3-7	3-9
9	enrofloxacin	1-5	1-7	4-8	1-9
10	eprinomectin	1-5	2-8	3-8	2-7
11	fleroxacin	1-6	1-8	3-6	2-8
12	flumequine	0-5	3-7	1-5	3-8
13	lomefloxacin	1-8	2-7	1-7	2-7
14	marbofloxacin	3-9	2-8	2-7	2-8
15	morantel	3-8	2-8	1-8	2-8
16	nalidixic acid	3-7	2-6	1-6	2-8
17	norfloxacin	2-7	2-5	3-8	2-7
18	ormetoprim	2-8	2-7	5-10	2-7
19	oxolinic acid	1-8	1-6	3-7	2-8
20	pefloxacin	2-7	1-6	6-8	2-7
21	pipemidic acid	3-10	1-8	5-9	2-7
22	piromidic acid	3-9	2-8	2-8	2-8
23	sarafloxacin	5-9	2-9	3-8	2-8
24	succinylsulfathiazole	2-8	2-6	1-7	2-8
25	sulfabenzamide	2-7	3-9	1-8	2-8
26	sulfacetamide	3-10	2-8	2-8	2-8
27	sulfachlorpyridazine	2-8	2-6	1-6	2-7
28	sulfadiazine	1-8	2-5	2-6	2-7
29	sulfadimethoxine	2-7	2-7	3-8	2-7
30	sulfadoxine	3-8	1-5	3-9	2-8
31	sulfaethoxypyridazine	2-7	1-6	4-9	2-8
32	sulfaquanidine	2-9	1-8	5-9	2-7
33	sulfamerazine	3-7	1-4	6-9	2-7
34	sulfameter	5-9	2-8	2-9	2-7
35	sulfamethazine	4-10	2-8	5-10	2-7
36	sulfamethizole	4-8	2-7	3-8	2-7
37	sulfamethoxazole	3-7	1-6	2-7	2-8

38	sulfamethoxypyridazine	2-8	1-5	2-7	3-7
39	sulfamonomethoxine	5-8	1-5	3-8	3-6
40	sulfapyridine	2-8	3-5	4-8	3-9
41	sulfaquinoxaline	3-6	3-7	1-9	2-8
42	sulfathiazole	2-6	2-5	1-10	2-9
43	sulfatroxazole	4-8	3-6	1-8	2-10
44	tetramisole	3-5	2-9	1-7	2-8
45	trichlorfon	5-10	3-9	4-9	2-8
46	trimethoprim	2-7	1-4	1-9	2-6
47	ethopabate	3-8	3-7	2-10	3-9
48	fluazuron	4-8	2-8	1-6	2-8

討論

目前食品中動物用藥-48項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法係依據食品藥物管理署102年9月6日署授食字第1021950329號公告修定之「食品中動物用藥殘留量檢驗方法—多重殘留分析(二)」，該方法以液-液萃取，過程費時且溶劑使用量多；就本實驗來看，本研究在提昇檢驗效率及綠色環保考量下，檢體採用QuEChERS方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)前處理，再利用液相層析串聯質譜儀(LC/MS/MS)分析，採用MRM (Multiple reaction monitoring)模式定量，建立食品中動物用藥—48項動物用藥多重殘留分析之檢驗方法。

本實驗結果顯示，在肌肉基質中，方法定量極限(LOQ)為carazolol 0.002 ppm、sarafloxacin 0.005 ppm、sulfachlorpyridazine 0.02 ppm，clopidol、ormetoprim及fluazuron 0.05ppm，其餘42項均為0.01 ppm；在乳品基質中，方法定量極限(LOQ)為carazolol 0.002 ppm、ormetoprim及fluazuron 0.05ppm，其餘45項均為0.01 ppm。組織檢量線(Tissue calibration curve)相關係數 r 均大於0.99；回收率均在80至120%區間；重複分析之相對差異百分比均<10%。

就整體而言，經由各項確效檢驗數據顯示，本方法具高回收率及高精密度，縮短實驗時間及減少有機溶劑等多項之優點，可作為未來方法修正之參考。

參考文獻

1. 傅曉萍、陳信志、周秀冠、邱志昇、周坤良、賴光明、古智誠、徐金德、許義虎、陳素娥、陳惠芳。2011。衛生福利部食品藥物管理署。市售畜禽水產品動物用藥殘留監測。食品藥物研究年報。2：145-153 2011。
2. 傅曉萍、郭曉文、施鈞傑、林晃群、林宜蓉、周秀冠、徐錦豐、潘志寬、許朝凱、劉麗文、江春桂、古智誠、徐金德、陳素娥、陳惠芳。2012。衛生福利部食品藥物管理署。100年度市售畜禽水產品動物用藥殘留監測。食品藥物研究年報。3：103-110 2012。
3. 巨研科技股份有限公司。QuEChERS動物用藥殘留檢測樣品製備。
4. 衛生福利部食品藥物管理署。2013。實驗室品質管理規範—化學領域測試結果之品質管制。
5. 衛生福利部食品藥物管理署。2012。食品化學檢驗方法之確效規範。