禽畜水產品中磺胺劑等成分殘留量之調查

賈東明 王信斌 陳信志 周秀冠

中部檢驗站

摘要

為了解市售豬肉、豬內臟(豬肝、豬心)、雞肉、雞內臟(雞肝、雞心、雞肫)、烏骨雞及鰻魚中之磺胺劑及氯吡啶殘留情形,自95年2月至95年8月間,由各縣市衛生局於各轄區傳統市場、大賣場及生鮮超市等抽樣上述檢體共計59件。依據行政院衛生署90年3月28日衛署食字第0900018662號公告一「食品中動物用藥殘留檢驗方法---多重殘留分析」及本局相關文獻資料,以高效液相層析儀進行磺胺嘧啶(sulfadiazine)、磺胺噻唑(sulfathiazole)、磺胺甲基嘧啶(sulfamerazine)、磺胺二甲基嘧啶(sulfamethoxazole)、磺胺奎林(sulfaquinoxaline)、磺胺二甲氧嘧啶(sulfadimethoxine)共8種磺胺劑及氯吡啶(clopidol)藥物殘留之檢驗,結果均未檢出上述8種磺胺劑及氯吡啶之殘留,符合衛生署動物用藥殘留標準之規定。

關鍵詞:豬肉、豬內臟、雞肉、雞內臟、烏骨雞、鰻魚、高效液相層析、磺胺劑、氯吡啶

前言

一般而言動物用藥物是指於動物飼養過程中為了治療動物疾病或促進其生長及為了增加飼料利用率而使用之飼料添加物,因應環境因素而使用之藥物添加劑,一般是以原型態或代謝物質型態殘留於動物體內。依據經濟部標準檢驗局公布之內品檢驗程序中將藥物殘留分為七大類⁽¹⁾,分別為(1)有機氯化合物:地特靈(dieldrin)、艾士劑(aldrin)、滴滴涕(DDT)等。(2)有機磷化合物:馬拉松(malathion)、巴拉松(parathion)等。(3)重金屬:砷、鉛及汞等。(4)一般藥物:clopidol、carbadox等。(5)磺胺劑類:磺胺二甲氧嘧啶、磺胺嘧啶及磺胺甲基嘧啶等。(6)抗生素類:頭孢子菌素(cephalexin、cefadroxil)、四環素(tetracycline、chlortetracycline)等。(7)荷爾蒙類:雌性荷爾蒙激素已烷雌酚(hexestrol)等。

磺胺劑是一種對抗G(+)及G(-)菌的廣效性制菌劑,對腦膜炎、細菌性痢疾及急性泌尿道感染具有特效,其他如中耳炎、呼吸道感染亦有治療效果,若依其口服吸收程度之不同,可分為全身性和非全身性兩種,前者可隨血液循環以達到有效血中濃度而發揮藥效,後者口服不吸收,主要用於胃腸道感染。磺胺劑制菌作用機轉係與PABA(p-amino benzoic acid)競爭dihydropterate synthetase之receptor而抑制dihydropteroic acid之合成(干擾folic acid合成)。其副作用為腎毒性(結晶尿、血尿、腎結石等症狀)、溶血性貧血、顆粒性白血球減少、多型性紅斑及胃腸不適如噁心、嘔吐等⁽²⁾。氯吡啶(clopidol)於1968年由Dow公司所開發

的一種抗寄生蟲劑類,能阻止球蟲的發育用於治療球 蟲病(coccidiostat),並具抗住血原蟲作用。

自95年1月1日起,國內依『含藥物飼料添加物使 用規範』,共有37品項的藥物可作為飼料添加物(3),以 防止畜禽疾病之發生,其中包括磺胺二甲基嘧啶(sulfamethazine)、磺胺二甲氧嘧啶(sulfadimethoxine)、 磺胺奎林(sulfaquinoxaline)、氯吡啶(clopidol)等。 本次調查之磺胺劑一般使用於飼料中或與抗生素、歐 來金得(olaquindox)生長刺激劑合用以餵食禽畜類, 其作為飼料添加劑之目的乃為促進動物之生長而達增 產目的及供作治療或預防疾病,以改善畜牧生產之效 益性、預防飼料品質降低及減少幼畜時期因疾病造成 之損失。氯吡啶普遍用於豬消化道及產卵雞等的幼中 雛用飼料,若未依規範使用飼料添加藥物種類及添加 用量不當,或禽畜之飼養過程中飼料使用不遵守停藥 期之管制規定,常易導致其所飼養之屠體肉品藥物殘 留,因此世界先進國家均有針對飼養動物之飼料添加 藥物的種類及其容許量之規範,明訂飼養動物期間飼 料的使用方法,以及屠體內所含殘留藥物之最高容許 量,以確保消費者健康(4.5)。

由於經濟及資訊之進步發展快捷迅速,消費者對於日常所食用之食品的品質、安全衛生及營養要求益加重視。豬肉、豬內臟、雞肉、雞內臟、烏骨雞及鰻魚對於國人而言是最普遍的動物性蛋白質,亦為日常飲食中大部份蛋白質的供給來源,而這些禽畜水產品中動物用藥物殘留的情形,乃為一頗值得思索探討之問題。為防範業者未能確實遵守『含藥物飼料添加物使用規範』而造成使用過量或未遵守藥物之停藥期規定,導致禽畜水產品中殘留藥物,造成消費者因食用

此類產品而影響其吃的安全並危及身體健康,故執行本次調查計畫以提供相關單位參考。

材料與方法

一、檢體來源

本次調查於95年2月至8月由各縣市衛生局抽樣豬肉10件、豬內臟(豬肝、豬心)10件、雞肉10件、雞內臟(雞肝、雞心、雞肫)10件、烏骨雞10件及鰻魚9件,總計檢體共59件。

二、試藥及試劑之配製

- (一)對照標準品:磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺一甲氧嘧啶、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺噁唑及磺胺奎林均購自美國Sigma公司(St Louis, MO, U.S.A.);氯吡啶購自日本關東化學株式會社。
- (二)藥品與溶劑:乙腈、正己烷、甲醇均為HPLC級; 磷酸二氫鈉、磷酸氫二鈉、醋酸均為試藥特級。
- (三)0.05 M磷酸二氫鈉緩衝溶液:配製0.05 M磷酸二 氫鈉溶液,以0.05 M磷酸氫二鈉溶液調整pH至 5.10。
- 四移動相溶液:以乙腈與0.05 M 磷酸二氫鈉緩衝溶液以25:75(v/v)之比例混匀,經濾膜過濾後, 取濾液供作移動相溶液。

三、材料

- (一)RP-18過濾層析匣: C18含量約500 mg, 購自德國 Merck公司(Darmstadt)
- (二)濾膜: 孔徑0.45 μm, Nylon材質

四、儀器設備

- (一)均質攪拌機(homogenizer):日本SMT公司 (Tokyo)產品
- (二)pH計(pH meter):瑞士Metter-Toledo公司 (Wien)產品
- (三)減壓濃縮機(rotary evaporator):瑞士Buchi公司 (Flawil)產品
- 四高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph):Shimadzu LC-10AT溶液輸出系統配有SPD-6AV(UV-VIS spectrophotometric detector)紫外光/可見光檢測器,日本Shimadzu公司(Tokyo)產品
- 伍)離心機(centrifuge):德國Hettich Zentrifugen公司(Tuttingen)產品

五、標準溶液之調製

- (一)標準原液:取磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺一甲氧嘧啶、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺噻唑、磺胺奎林及氯吡啶各約100 mg,精確稱定,分別以乙腈溶解並定容至100 mL,供作標準原液。
- 仁、混合標準溶液:取上述磺胺嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺一甲氧嘧啶、磺胺二

甲氧嘧啶、磺胺噁唑、磺胺奎林及氯吡啶標準原 液以移動相溶液混合稀釋至0.2~2.0 μg/mL,供作 標準溶液。

六、檢驗方法

依據行政院衛生署公告-食品中動物用藥殘留檢 驗方法^(6,7)。

(一)檢品溶液之配製:

- 1. 萃取:將豬肉、豬內臟、雞肉、雞肉臟、烏骨雞及鰻魚檢體,分別細切,再攪拌均質器均質,取檢體約5g,精確稱定,置於均質機中,加入乙腈50mL均質3分鐘後,以布赫納漏斗進行抽氣過濾,殘渣再以乙腈50mL同樣操作一次,合併濾液於分液漏斗中,加入乙腈飽和之正已烷30mL,振盪5分鐘。乙腈層移入濃縮瓶中,於40℃水浴減壓濃縮至乾,殘留物以0.05M磷酸二氫鈉緩衝溶液20mL溶解,供作淨化用。
- 2. 淨化:取上述之淨化用溶液,注入預經甲醇10 mL活化,再以0.05 M磷酸二氫鈉緩衝溶液10 mL潤濕之C18過濾層析匣,原濃縮瓶以0.05 M磷酸二氫鈉緩衝溶液5 mL清洗二次,洗液注入層析匣沖提,收集於沖提液,於40℃水浴減壓濃縮至乾,殘留物以乙腈:水(3:7,v/v)溶液溶解並定容至1 mL,加入乙腈飽和之正己烷溶液0.5 mL,充分混合,以3000 rpm離心5分鐘,取下層,經濾膜過濾後,供作檢液。
- (二)鑑別試驗及含量測定:精確量取檢液及標準溶液 各20 μL,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 體中各磺胺劑及氯吡啶之含量(ppm):

檢體中各動物用藥含量(ppm) = $\frac{C \times V}{M}$

- C:由各標準曲線與檢液波峰面積求得檢液中各磺 胺劑及氯吡啶之濃度(μg/mL)
- V:檢體最後定容之體積(mL)

M:取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件:

分離管: Luna C18, 3 μm, 內徑4.6 mm, 長25 cm

移動相流速: 0.5 mL/min 紫外光檢出器: 波長270 nm

結果與討論

本次調查係95年2月至8月分別由台灣地區各縣市、金門縣及連江縣之衛生局於所屬轄區,就當地各傳統市場、大賣場及生鮮超市等進行豬肉、豬內臟、雞肉、雞內臟、烏骨雞及鰻魚檢體之抽樣,再分別送至本站進行檢驗,計抽得檢體分別為北部14件,中部15件、南部22件、東部4件、金門縣2件及連江縣2件,共計59件,其抽樣來源之縣市與件數分配情形詳見表

本次調查所依據之檢驗方法,乃依照行政院衛生

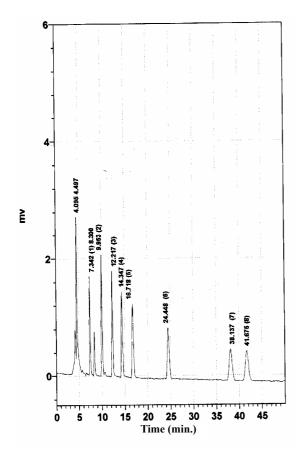
縣市名	檢體種類及件數						
	豬肉	豬内臟	雞肉	雞內臟	烏骨雞	鰻魚	總計
台北縣	2						2
桃園縣		2					2
新竹市	2		2	2			6
新竹縣			2		2		4
苗栗縣			2				2
台中縣			2				2
台中市					2		2
南投縣	2						2
彰化縣	2						2
雲林縣		2		2		1	5
嘉義市		2		2	2		6
嘉義縣						2	2
台南縣			2			2	4
台南市					2		2
高雄市		2					2
高雄縣				2		2	4
屏東縣						2	2
花蓮縣				2			2
台東縣					2		2
金門縣		2					2
連江縣	2						2
合計	10	10	10	10	10	9	59

表一、95年度禽畜水產品中磺胺劑等成分殘留調查之檢體種類、件數及抽樣縣市分布

署公告-食品中動物用藥殘留檢驗方法進行8種磺胺 劑及氯吡啶殘留之檢驗(6.7)。檢體分別用乙腈萃取,經 過濾,以乙腈飽和之正己烷去除雜質及減壓濃縮乾燥 後,再以C18過濾層析匣淨化,最後檢液經由高效液相 層析儀分析檢驗(8-10)。本次實驗以高效液相層析法所得 之高效液相層析圖譜(如圖一、二),顯示磺胺劑標 準品及氯吡啶之滯留時間大致分別為,氯吡啶:7.342 min、磺胺嘧啶: 9.953 min、磺胺甲基嘧啶: 12.217 min、磺胺二甲基嘧啶:14.347 min、磺胺一甲氧嘧 啶:16.718 min、磺胺噁唑:24.448 min、磺胺奎林: 38.137 min、磺胺二甲氧嘧啶: 41.675 min及磺胺噻 唑: 9.790 min。檢驗方法之最低檢出限量除磺胺噻唑 0.04 ppm 外,其餘均為0.02 ppm。送驗檢體經檢驗,結 果均未檢驗出有8種磺胺劑及氯吡啶殘留。依據行政院 衛生署96.1.25衛署食字第0960400187號令修正「動物 用藥殘留標準」,磺胺劑規定殘留容許量於牛、豬、 綿羊、山羊、家禽類之肌肉、肝、腎、蛋、脂皆為0.1 ppm,氯吡啶殘留容許量於豬之肌肉、肝、腎、脂為 $0.2 \ ppm$,雞之肌肉為 $5 \ ppm$ 、雞之肝、腎為 $15 \ ppm$ (11),

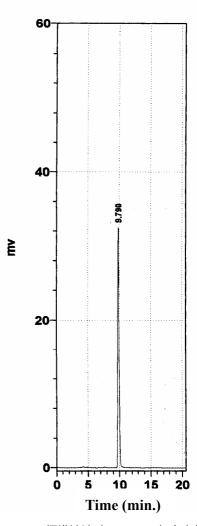
因此本次調查之檢體中磺胺劑及氯吡啶殘留均符合衛 生署之規定,檢驗結果已分別函送行政院衛生署及各 送驗縣市衛生局。

台灣動物社會研究會資料顯示(12),台灣每年屠宰 大約3億5千萬隻雞;屏東科技大學曾於90年度抽驗80 件屏東地區生鮮雞肉之磺胺劑殘留(13),結果發現共有 3件不合格,其中2件殘留sulfamonomethoxine 0.16及 0.95 ppm, 1件殘留sulfaquinoxaline 1.89 ppm, 不合格率 3.75%。日本2005年進口食品監測計畫持續對家畜製品 進行15種磺胺劑殘留檢測(14),可見磺胺劑殘留仍值得 衛生單位密切監控。檢視歷年本局針對市售禽畜類等 相關產品磺胺劑殘留調查之檢驗結果(詳見表二), 除77年度「市售豬肉及雞肉中磺胺劑殘留量之調查」 (檢體種類為豬肉、豬肝、豬腎、雞肉、雞肝)結果 磺胺劑殘留不符比率8.9%較高外(15),79年度「市售 禽肉及蛋類中磺胺劑之殘留調查」(檢體種類為雞 肉、雞肝、雞血、鴨肉、蛋類)不符比率0.5%(16)、 80年度「肉製品中磺胺劑殘留量調查」(檢體種類為 西式火腿、肉丸、香腸、肉干、肉鬆) 結果均符合規



圖一、混合標準溶液之高效液相層析圖譜

(1) clopidol (0.20 μ g/mL), (2) sulfadiazine (0.20 μ g/mL), (3) sulfamerazine (0.20 μ g/mL), (4) sulfamethazine (0.20 μ g/mL), (5) sulfamonomethoxine (0.21 μ g/mL), (6) sulfamethoxazole (0.20 μ g/mL), (7) sulfaquinoxaline (0.19 μ g/mL), (8) sulfadimethoxine (0.20 μ g/mL)



圖二、Sulfathiazole標準溶液(2.04 μg/mL)之高效液相層析圖譜

表二、本局歷年禽畜類產品磺胺劑及氯吡啶殘之留調查結果

年度	計畫名稱	與規定不符比率 (不符規定件數/總件數)
77	市售豬肉及雞肉中磺胺劑殘留量之調查	8.9% (25/280)
79	市售禽肉及蛋類中磺胺劑之殘留調查	0.5% (2/390)
80	肉製品中磺胺劑殘留量調查	0% (0/300)
83	市售生鮮豬肝及雞肝中磺胺劑殘留量之調查	0.14% (1/699)
83	台灣省東部地區雞蛋鴨蛋鮮乳中磺胺劑之調查	0% (0/121)
90	市售禽畜肉中磺胺劑殘留調查	0% (0/183)
94	「市售生鮮豬肉產品卡巴得(carbadox)及氯吡啶(clopidol)殘留量 之調查 」	0% (0/40)

定(17)、83年度「市售生鮮豬肝及雞肝中磺胺劑殘留量之調查」(檢體種類為生鮮豬肝、雞肝)不符比率0.14%(18)、83年度「台灣省東部地區雞蛋鴨蛋鮮乳中磺胺劑之調查」(檢體種類為雞蛋、鴨蛋、鮮乳)結果均符合規定(19)、90年度「市售禽畜肉中磺胺劑殘留量調查」(檢體種類為豬肉、牛肉、雞肉)結果均符合規定(20),顯示磺胺劑之殘留均有顯著逐漸下降趨勢;而94年度「市售生鮮豬肉產品卡巴得(carbadox)及氯吡啶(clopidol)殘留量之調查」(檢體種類為豬肉、豬肝、豬腎、豬心、豬肚、豬腸及羊肉)結果氯吡啶均未檢出。

結 論

畜產及水產養殖業者如何安全而正確使用動物用藥,使其飼養之禽畜、水產品類之磺胺劑及氯吡啶殘留量能落實在現行法規允許之規定範圍內,乃至完全沒有殘留情況之發生,實為一不容忽視之重要飲食安全問題。綜合上述市售禽畜、水產品類之磺胺劑及氯吡啶殘留調查顯示,不符規定之比率已有明顯降低之趨勢,因此於市面上販售之豬肉、豬內臟、雞肉、雞肉臟、烏骨雞及鰻魚中磺胺劑及氯吡啶殘留問題似乎並不嚴重,推測有二種可能的原因:

- (1)畜產界已有較正確飼養禽畜及養殖魚類的觀念,業者並能嚴格遵守飼料添加藥物用量準則與遵守屠宰前停藥管制之規定。
- (2)飼養業者因醫藥科技發展之迅速進步,可能因而改用其它抗菌藥效更廣、效力更佳之抗菌性動物用藥,例如抗生素或較新型之殺菌劑等,此則有待更進一步的調查探討與研究。

參考文獻

- 1. 蔡舒琪。1997。豬肉中殘留藥物—磺胺劑及其分析 方法之簡介。食品工業月刊29(3): 39-46。
- 李勇進、譚延輝、潘蕾明等。1988。醫用藥理學。 550-553頁。九州圖書文物有限公司。
- 行政院農業委員會。2006。動物用藥使用準則。
 94.11.11農授防字第0941473159號令。
- 4. 潘子明、陳坤雄、鄭幸祥、陳建源、蘇遠志。 1994。以直接酵素連結免疫吸附分析試劑測定豬體 中磺胺二甲嘧啶。藥物食品分析,2(2):141-147。
- 5. 吳安邦、陳玉敏、李功固、陳朝洋。1994。以高效 液相層析法同時分析飼料和肉品中磺胺劑與四環 素。藥物食品分析,2(4):297-309。

- 6. 行政院衛生署。1991。食品中動物用藥殘留檢驗方 法一磺胺劑之檢驗。80.1.31衛署食字第923750號公 告。
- 行政院衛生署。2001。食品中動物用藥殘留檢驗方 法一多重殘量分析。90.3.28衛署食字第0900018662 號公告。
- 8. 高雅敏、張美華、鄭秋真、周薰修。2001。以高效 液相層析法建立雞肉及豬肉中動物用藥之多重殘量 分析。藥物食品分析,9(2):84-95。
- 蔡佳芬、鄭秋真、周薰修。1991。豬肉、雞肉及其 內臟中磺胺劑殘留量分析方法之探討。藥物食品檢 驗局調查研究年報,9:312-320。
- 10. 蔡舒琪、饒瑩華、徐素茜、仇志強、傅偉光。 1998。蛋中殘留磺胺劑高效能液相層析法之建立。 藥物食品分析,6(2):505-510。
- 11. 行政院衛生署。2007。修正動物用藥殘留標準。 96.1.25衛署食字第0960400187號令。
- 12. 台灣動物社會研究會。[http://www.east.org.tw/01/link3-22.htm]。
- 13. 蘇福田。2002。雞肉中磺胺劑殘留之探討。屏東科技大學九十一學年度第一學期碩士學位論文。
- 14. Imported Foods Inspection Service [http://www.mhlw.go.jp/english/topics/importedfoods/4.html].
- 15. 市售豬肉及雞肉中磺胺劑之殘留調查。1988。 七十七年度行政院衛生署藥物食品檢驗局業務簡 報,81-82頁。
- 16. 陳婉淑、管麗珍、張洳楣、蔡玉雲、鄭守訓、洪達 朗。1991。市售禽肉及蛋類中磺胺劑之殘留調查。 藥物食品檢驗局調查研究年報,9:419-421。
- 17. 李拱熙、林阿洋。1992。 肉製品中磺胺劑殘留調查。藥物食品檢驗局調查研究年報,10: 133-135。
- 18. 高雅敏、程俊龍、張碧秋、劉兆宏。1995。市售生 鮮豬肝及雞肝中磺胺劑殘留之調查。八十三年度藥 物食品化粧品調查研究報告彙集,251-257頁。
- 19. 洪達朗、李阿獅、胡仲勳。1995。台灣省東部地區 雞蛋鴨蛋鮮乳中磺胺劑殘留之調查。八十三年度藥 物食品化粧品調查研究報告彙集,419-422頁。
- 20. 賈東明、蔡易達、陳泰華、李婉媜、李惠芳、李拱熙、吳克慧、田金平、胡仲勳、廖俊亨。2002。市 售禽畜肉中磺胺劑殘留量調查。藥物食品檢驗局調 查研究年報,20:272-278。

Residues of Sulfa Drugs and Clopidol in Marketed Pork, Poultry and Aquatic Products

DONG-MING JEA, HSIN-PIN WANG, HSIN-CHIH CHEN AND HSIU-KUAN CHOU

Central Regional Laboratory

ABSTRACT

In order to survey the residual sulfa drugs and clopidol of marketed pork, pig viscera (pig liver and pig heart), chicken, chicken viscera (chicken liver, heart and chicken gizzard), dark bone chicken and sea eel, a total of 59 samples were collected from February to August 2006 via local health authorities. High performance liquid chromatography (HPLC) was employed to assay to the residues of 8 types of sulfa drugs, including sulfadiazine, sulfathiazole, sulfamerazine, sulfamethazine, sulfamonomethoxine, sulfamethoxazole, sulfaquinoxaline and sulfadimethoxine, as well as clopidol. No sulfa drugs and clopidol were detected in any of 59 samples.

Key words: pork, pig viscera, chicken, chicken viscera, dark bone chicken, sea eel, HPLC, sulfa drugs, clopidol