

101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗

江爾蕓¹ 李婉嬪¹ 施鈞傑² 郭曉文² 林宜蓉² 周秀冠² 李明鑫¹ 陳惠芳¹

¹食品藥物管理署風險管理組 ²食品藥物管理署中區管理中心

摘要

101年舉辦實驗室對於食品中動物用藥多重殘留分析檢驗能力試驗，測試樣品係以牛奶為基質，參與測試之實驗室包括7縣市衛生局及13家民間實驗室。測試結果除以Robust-Z值進行判定， $|Z| \leq 2$ 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意，動物用藥添加值0.1-1 ppm時，測試結果介於添加值之70-110%範圍內者判定為「滿意」；介於60-70%或110-120%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。動物用藥添加值0.01-0.1 ppm時，測試結果測試值介於添加值之70-120%範圍內者判定為「滿意」；介於60-70%或120-130%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。各項動物用藥判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。評列為「滿意」有12家(60.0%)，「應注意」有2家(10.0%)，「不滿意」有6家實驗室(30.0%)。本次參加之實驗室為TFDA認證項目者共計4家，評列為「不滿意」有1家實驗室。評列為「不滿意」之實驗室，除提供矯正報告，並以盲樣檢體進行複測後已完成改善。透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對動物用藥多重殘留分析之檢驗能力表現，也提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，可作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

關鍵詞：能力試驗、牛奶、動物用藥(多重殘留)

前言

近年國人消費意識抬頭，對於食品之安全及衛生問題亦趨注重，而飲食中大部份蛋白質之攝取來自禽畜水產品，若業者未確實遵守主管機關所訂定之動物用藥使用規範，可能導致禽畜水產品中殘留藥物之情形，進而危害國人健康。

磺胺劑是一種常見之動物用藥，對抗革蘭氏陽性及陰性菌之廣效性制菌劑，添加於飼料中之目的為促進動物之生長及治療或預防疾病，其對腦膜炎、細菌性痢疾及急性泌尿道感染具有治療效果，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，其副作用為腎毒性、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⁽¹⁾。

為保障國人食用禽畜水產品安全，行政院衛生署訂定「動物用藥殘留標準」規定，動物用藥依其在禽、畜肉品及水產品各部位皆有不同之殘留容許量或是不不得檢出⁽²⁾；另行政院農業委員會亦訂定「含藥物飼料添加物使用規範」⁽³⁾，供業者遵循使用，其管理趨勢傾向逐漸刪減其品目，縮小使用範圍以減少使用量，以避免藥物殘留及防止抗藥菌產生，顯示動物用藥確實對國民健康有危害之虞，更顯其檢測之重要性。

為了解政府機關及民間實驗室等有關食品中動物用藥多重殘留檢驗能力，食品藥物管理署(以下簡稱TFDA)於101年舉辦動物用藥多重殘留檢驗能力試驗，藉以評估實驗室對該項的檢驗能力。針對測試結果不滿意之實驗室，請實驗室自行矯正，以提升實驗室之檢驗能力。

材料與方法

一、測試日期及參與之實驗室

本能力試驗係於101年9月5日將檢體分別送至參加實驗室，計有20家實驗室進行動物用藥多重殘留檢驗，測試時間為期2週，參與實驗室北區10家、中區1家、南區9家。

二、試驗特性及設計

- (一)本試驗以牛奶作為基質，每瓶測試樣品內含3種動物用藥(磺胺喹啉、氟滅菌及恩氟喹啉羧酸)，每種動物用藥含高、中及低濃度，將其分為3組，每間實驗室會隨機分配到2組(1瓶/組)測試樣品及1瓶空白樣品，樣品編號以隨機編碼分配，並隨測試樣品附上說明書⁽⁴⁻⁷⁾。
- (二)參與本能力試驗計畫實驗室之安排，以實驗室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，各實驗室均以代碼表示，對外一律保密，且實驗室會個別接到能力試驗總體表現報告。

三、樣品配製及運送

(一)標準溶液之配製

1. 精確稱取磺胺喹啉(Sulfaquinoxaline，廠牌Sigma，純度95%) 5.0 mg、氟滅菌(Flumequine，廠牌Sigma，純度98%) 5.0 mg及恩氟喹啉羧酸(Enrofloxacin，廠牌Wako，純度98%) 5.0 mg，分別以甲醇溶解並定容至50 mL，磺胺喹啉、氟滅菌及恩氟喹啉羧酸之濃度均為100 µg/mL，作為標準原液。
2. 再精確量取上述標準原液磺胺喹啉、氟滅菌及恩氟喹啉羧酸各2.5 mL，分別置於50 mL容量瓶中，以甲醇定容，磺胺喹啉、氟滅菌及恩氟喹啉羧酸濃度均為5 µg/mL，作為標準溶液，避光於-20°C貯存備用。

(二)樣品之配製

1. 測試樣品I：分別精確量取標準溶液磺胺喹啉20 mL、氟滅菌4 mL及恩氟喹啉羧酸10

mL加入牛奶檢體500 mL中，混合均勻，使其濃度為磺胺喹啉0.2 ppm、氟滅菌0.04 ppm及恩氟喹啉羧酸0.1 ppm，作為測試樣品I，各取15 mL，分裝於50 mL離心管，貯存於-20°C。

2. 測試樣品II：分別精確量取標準溶液磺胺喹啉4 mL、氟滅菌10 mL及恩氟喹啉羧酸20 mL加入牛奶檢體500 mL中，混合均勻，使其濃度為磺胺喹啉0.04 ppm、氟滅菌0.1 ppm及恩氟喹啉羧酸0.2 ppm，作為測試樣品II，各取15 mL，分裝於50 mL離心管，貯存於-20°C。
3. 測試樣品III：分別精確量取標準溶液磺胺喹啉10 mL、氟滅菌20 mL及恩氟喹啉羧酸5 mL加入牛奶檢體500 mL中，混合均勻，使其濃度為磺胺喹啉0.1 ppm、氟滅菌0.2 ppm及恩氟喹啉羧酸0.05 ppm，作為測試樣品III，各取15 mL，分裝於50 mL離心管，貯存於-20°C。

(三)樣品均一性及穩定性評估

樣品於舉辦本試驗前一日配製完畢，由配製日起貯存1天、1週、2週、3週及4週，評估其均一性與穩定性，以變異係數10%為合格標準。

(四)運送

由宅急便低溫冷藏運輸方式統一配送至各實驗室，實驗室收到樣品後儘速進行檢驗。開封後須立即進行測試。另本次能力試驗基質為牛奶，請各實驗室以空白檢體進行添加分析，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，每瓶測試樣品可供2次測試。

四、測試方法

樣品測試方法參照行政院據衛生署101.06.19署授食字第1011902190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)」⁽⁸⁾。

五、統計方法與結果

本次辦理食品中動物用藥多重殘留檢驗能力試驗，除以Robust-Z進行判定外，其結果為應注意或不滿意者再參考" Proposed Draft Revised Part I ,II,III of the Codex Guidelines for the Establishment of a Regulatory Program for the Control of Veterinary Drug Residues in Foods."⁽⁶⁾資料，以回收率進行判定。依該規範，動物用藥添加值0.1-1 ppm時，測試結果介於添加值之70-110%範圍內者判定為「滿意」；介於60-70%或110-120%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。動物用藥添加值0.01-0.1 ppm時，測試結果介於添加值之70-120%範圍內者判定為「滿意」；介於60-70%或120-130%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。各項動物用藥判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。

(一)以Robust-Z值進行統計，評估實驗室間之表現。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。
Robust-Z值 = (測試值 - 中位數) / 常態化四分位全距

名詞解釋及計算公式：

1. 中位數(Median)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/2處之值
2. 低四分位數(Q1)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/4處之值
3. 高四分位數(Q3)：參加實驗室之測試結果排序後，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 × 0.7413

(二)以回收率進行統計

回收率 = 測試結果 / 添加值 × 100%

1. 磺胺嘧啶

- (1)測試樣品I：添加值為0.2 ppm，回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」。
- (2)測試樣品II及測試樣品III：添加值分別為0.04 ppm及0.1 ppm，回收率介於

70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」。

2. 氟滅菌

- (1)測試樣品I及測試樣品II：添加值分別為0.04 ppm及0.1 ppm，回收率介於70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」。
- (2)測試樣品III：添加值為0.2 ppm，回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」。

3. 恩氟喹啉羧酸

- (1)測試樣品I及測試樣品III：添加值分別為0.1 ppm及0.05 ppm，回收率介於70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」。
- (2)測試樣品II：添加值為0.2 ppm，回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」。

(三)Youden圖

製作方式為同一實驗室之2組測試樣品結果，以其中一個樣品之測試結果為縱軸，另一個樣品之測試結果為橫軸，得到一個點，再將所有實驗室之測試結果標示於圖上，以95%信賴區間做出橢圓圖形即為Youden圖，位於橢圓圖形外之實驗室，其可能存在系統或隨機誤差。

結果與討論

本次食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗，共有20家實驗室參加，以牛奶為基質，添加三種不同濃度之動物用藥(磺胺嘧啶、氟滅菌及恩氟喹啉羧酸)，每個實驗室收到2瓶測試樣品及1瓶空白樣品。

一、樣品均一性及穩定性

101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗

樣品配製完畢，進行均一性及穩定性評估，由配製日至貯存1天及貯存4周後，3重複之測試結果，其變異係數分別小於11.85%及20.66% (表一)。

二、各實驗室測試結果

(一)磺胺喹啉

1. 測試樣品I：測試結果介於0.067-0.334 ppm，Robust-Z值介於-1.10-11.62，其中實驗室代碼06及13再以回收率進行判定後仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔84.6% (表二)。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.022-0.189 ppm，Robust-Z值介於-1.13-19.75，其中實驗室代碼05、06、09及13再以回收率進行判定後仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔71.4% (表二)。

3. 測試樣品III：測試結果介於0.032-0.314 ppm，Robust-Z值介於-5.00-35.29，其中實驗室代碼01、09、18及23再以回收率進行判定，除實驗室代碼01、09及18仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔76.9% (表二)。

(二)氟滅菌

1. 測試樣品I：測試結果介於0.019-0.110 ppm，Robust-Z值介於-2.33-12.83，其中實驗室代碼06、10、13、18及19再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔61.5% (表三)。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.078-0.458 ppm，Robust-Z值介於-0.22-7.53，其中實驗室代碼05、06及13再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆

表一、能力試驗添加樣品均一性及穩定性測試結果

儲存時間	方法 種類	I			II			III		
		磺胺喹啉	氟滅菌	恩氟喹啉 羧酸	磺胺喹啉	氟滅菌	恩氟喹啉 羧酸	磺胺喹啉	氟滅菌	恩氟喹啉 羧酸
貯存1天 均一性	Mean(ppm)	0.1860	0.0367	0.0938	0.0327	0.0976	0.1798	0.0983	0.1971	0.0438
	SD	0.0041	0.0043	0.0071	0.0021	0.0056	0.0165	0.0011	0.0099	0.0038
	CV%	2.20	11.85	7.53	6.31	5.70	9.16	1.10	5.03	8.78
貯存1週 穩定性	Mean(ppm)	0.1756	0.0346	0.0902	0.0343	0.0964	0.1788	0.0971	0.1999	0.0470
	SD	0.0070	0.0003	0.0019	0.0001	0.0005	0.0034	0.0024	0.0026	0.0008
	CV%	3.97	0.88	2.14	0.29	0.55	1.91	2.44	1.32	1.79
貯存2週 穩定性	Mean(ppm)	0.1812	0.0368	0.0891	0.0259	0.0904	0.1544	0.0908	0.1888	0.0395
	SD	0.0063	0.0010	0.0051	0.0014	0.0029	0.0022	0.0067	0.0081	0.0023
	CV%	3.48	2.59	5.68	5.22	3.22	1.43	7.40	4.27	5.73
貯存3週 穩定性	Mean(ppm)	0.1439	0.0320	0.0830	0.0245	0.0889	0.1625	0.0556	0.1743	0.0401
	SD	0.0025	0.0004	0.0032	0.0014	0.0008	0.0055	0.0038	0.0006	0.0002
	CV%	1.74	1.30	3.86	5.80	0.88	3.38	6.80	0.32	0.52
貯存4週 穩定性	Mean(ppm)	0.1422	0.0311	0.0755	0.0284	0.0890	0.1524	0.0838	0.1794	0.0386
	SD	0.0007	0.0008	0.0007	0.0004	0.0010	0.0027	0.0009	0.0027	0.0021
	CV%	0.46	2.55	0.93	1.53	1.13	1.76	1.11	1.51	5.45
貯存1週 至4週 穩定性	Mean(ppm)	0.1608	0.0336	0.0844	0.0283	0.0912	0.1620	0.0818	0.1856	0.0412
	SD	0.0190	0.0024	0.0067	0.0040	0.0035	0.0113	0.0169	0.0109	0.0037
	CV(%)	11.84	7.13	7.91	14.11	3.84	6.98	20.66	5.86	9.00

表二、動物用藥(磺胺喹啉)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II				測試樣品-III			
	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果
R-01*	0.083	-0.33	—	○	—	—	—	—	0.050	-2.43	50.00	△
R-02	—	—	—	—	0.028	-0.38	—	○	0.059	-1.14	—	○
R-03	0.084	-0.29	—	○	0.025	-0.75	—	○	—	—	—	—
R-04	0.090	0.00	—	○	—	—	—	—	0.073	0.86	—	○
R-05*	0.123	1.57	—	○	0.189	19.75	472.50	●	—	—	—	—
R-06	未檢出	—	—	●	未檢出	—	—	●	—	—	—	—
R-07	—	—	—	—	0.032	0.13	—	○	0.067	0.00	—	○
R-08	0.094	0.19	—	○	0.022	-1.13	—	○	—	—	—	—
R-09*	—	—	—	—	0.128	12.13	320.00	●	0.314	35.29	314.00	●
R-10	0.089	-0.05	—	○	0.028	-0.38	—	○	—	—	—	—
R-12	0.121	1.48	—	○	—	—	—	—	0.070	0.43	—	○
R-13*	0.334	11.62	167.00	●	0.067	4.50	167.50	●	—	—	—	—
R-16	0.106	0.76	—	○	—	—	—	—	0.060	-1.00	—	○
R-17	—	—	—	—	0.031	0.00	—	○	0.065	-0.29	—	○
R-18*	0.069	-1.00	—	○	—	—	—	—	0.032	-5.00	32.00	●
R-19	0.067	-1.10	—	○	0.037	0.75	—	○	—	—	—	—
R-20	0.077	-0.62	—	○	—	—	—	—	0.069	0.29	—	○
R-21	—	—	—	—	0.027	-0.50	—	○	0.067	0.00	—	○
R-23*	—	—	—	—	0.039	1.00	—	○	0.093	3.71	93.00	○
R-24	—	—	—	—	0.030	-0.13	—	○	0.070	0.43	—	○
Median		0.090				0.031				0.067		
Q3		0.110				0.039				0.070		
Q1		0.082				0.028				0.060		
IQR		0.028				0.011				0.010		
nIQR		0.021				0.008				0.007		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1. $|Z| \leq 2.0$ 為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$ 為應注意， $|Z| \geq 3.0$ 為不滿意

2. 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

(二)*表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值 $\times 100\%$

2. 測試樣品I添加值為0.2 ppm；測試樣品II添加值為0.04 ppm；測試樣品III添加值為0.1 ppm

3. 判定方式

(1) 測試樣品I回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」

(2) 測試樣品II及III回收率介於70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」

(3) 不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果 ○：滿意；△：應注意；●：不滿意

101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗

表三、動物用藥(氟滅菌)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II				測試樣品-III			
	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果
R-01	0.029	-0.67	—	○	—	—	—	—	0.150	-0.67	—	○
R-02	—	—	—	—	0.091	0.04	—	○	0.156	0.00	—	○
R-03	0.031	-0.33	—	○	0.082	-0.14	—	○	—	—	—	—
R-04	0.029	-0.67	—	○	—	—	—	—	0.163	0.78	—	○
R-05*	0.035	0.33	—	○	0.458	7.53	458.00	●	—	—	—	—
R-06	未檢出	—	—	●	未檢出	—	—	●	—	—	—	—
R-07	—	—	—	—	0.085	-0.08	—	○	0.160	0.44	—	○
R-08	0.043	1.67	—	○	0.094	0.10	—	○	—	—	—	—
R-09*	—	—	—	—	0.154	1.33	—	○	0.291	15.00	145.50	●
R-10*	0.019	-2.33	47.50	△	0.078	-0.22	—	○	—	—	—	—
R-12	0.032	-0.17	—	○	—	—	—	—	0.156	0.00	—	○
R-13*	0.110	12.83	275.00	●	0.199	2.24	199.00	△	—	—	—	—
R-16*	0.034	0.17	—	○	—	—	—	—	0.180	2.67	90.00	○
R-17	—	—	—	—	0.081	-0.16	—	○	0.151	-0.56	—	○
R-18*	0.020	-2.17	50.00	△	—	—	—	—	0.099	-6.33	49.50	●
R-19*	0.070	6.17	175.00	●	0.151	1.27	—	○	—	—	—	—
R-20	0.033	0.00	—	○	—	—	—	—	0.148	-0.89	—	○
R-21	—	—	—	—	0.089	0.00	—	○	0.169	1.44	—	○
R-23	—	—	—	—	0.085	-0.08	—	○	0.153	-0.33	—	○
R-24	—	—	—	—	0.086	-0.06	—	○	0.160	0.44	—	○
Median		0.033				0.089				0.156		
Q3		0.037				0.151				0.163		
Q1		0.029				0.085				0.151		
IQR		0.008				0.066				0.012		
nIQR		0.006				0.049				0.09		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1. $|Z| \leq 2.0$ 為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$ 為應注意， $|Z| \geq 3.0$ 為不滿意

2. 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

(二)*表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值 $\times 100\%$

2. 測試樣品I添加值為0.04 ppm；測試樣品II添加值為0.1 ppm；測試樣品III添加值為0.2 ppm

3. 判定方式

(1)測試樣品I及II回收率介於70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」

(2)測試樣品III回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」

(3)不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果 ○：滿意；△：應注意；●：不滿意

表四、動物用藥(恩氟喹啉羧酸)樣品測試結果

實驗室代碼	測試樣品-I				測試樣品-II				測試樣品-III			
	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	回收率 (%)	評定結果
R-01	0.090	0.00	—	○	—	—	—	—	0.051	1.00	—	○
R-02	—	—	—	—	0.172	-0.04	—	○	0.051	1.00	—	○
R-03	0.091	0.07	—	○	0.171	-0.06	—	○	—	—	—	—
R-04	0.082	-0.57	—	○	—	—	—	—	0.041	-1.50	—	○
R-05*	0.182	6.57	182.00	●	0.435	5.44	217.50	●	—	—	—	—
R-06	0.112	1.59	—	○	0.187	0.26	—	○	—	—	—	—
R-07	—	—	—	—	0.168	-0.13	—	○	0.044	-0.75	—	○
R-08	0.101	0.79	—	○	0.193	0.40	—	○	—	—	—	—
R-09*	—	—	—	—	0.870	14.50	435.00	●	未檢出	—	—	●
R-10	0.079	-0.79	—	○	0.176	0.04	—	○	—	—	—	—
R-12	0.087	-0.21	—	○	—	—	—	—	0.046	-0.25	—	○
R-13*	0.206	8.29	206.00	●	0.329	3.23	164.50	●	—	—	—	—
R-16	0.092	0.14	—	○	—	—	—	—	0.054	1.75	—	○
R-17	—	—	—	—	0.170	-0.08	—	○	0.047	0.00	—	○
R-18*	0.059	-2.21	59.00	△	—	—	—	—	0.031	-4.00	62.00	△
R-19	0.082	-0.57	—	○	0.167	-0.15	—	○	—	—	—	—
R-20	0.089	-0.07	—	○	—	—	—	—	0.051	1.00	—	○
R-21	—	—	—	—	0.161	-0.27	—	○	0.046	-0.25	—	○
R-23	—	—	—	—	0.248	1.54	—	○	0.054	1.75	—	○
R-24	—	—	—	—	0.158	-0.33	—	○	0.045	-0.50	—	○
Median		0.090				0.174				0.047		
Q3		0.101				0.234				0.051		
Q1		0.082				0.169				0.045		
IQR		0.019				0.065				0.006		
nIQR		0.014				0.048				0.040		

註：

(一)Robust-Z值判定方式

1. $|Z| \leq 2.0$ 為滿意， $2.0 < |Z| < 3.0$ 為應注意， $|Z| \geq 3.0$ 為不滿意
2. 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

(二)* 表以回收率(%)再進行判定，其判定方式

1. 測試結果/添加值 $\times 100\%$
2. 測試樣品I添加值為0.1 ppm；測試樣品II添加值為0.2 ppm；測試樣品III添加值為0.05 ppm
3. 判定方式

- (1) 測試樣品I及III回收率介於70-120%為「滿意」；介於60-70%或120-130%為「應注意」；低於60%或高於130%為「不滿意」
- (2) 測試樣品II回收率介於70-110%為「滿意」；介於60-70%或110-120%為「應注意」；低於60%或高於120%為「不滿意」
- (3) 不須再以回收率進行判定者，以「—」表示

(三)判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果 ○：滿意；△：應注意；●：不滿意

101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗

為滿意結果，滿意之實驗室佔78.6% (表三)。

3. 測試樣品III：測試結果介於0.099-0.291 ppm，Robust-Z值介於-6.33-15.00，其中實驗室代碼09、16及18再以回收率進行判定，除實驗室代碼09及18仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔84.6% (表三)。

(三)恩氟喹啉羧酸

1. 測試樣品I：測試結果介於0.059-0.206 ppm，Robust-Z值介於-2.21-8.29，其中實驗室代碼05、13及18再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔76.9% (表四)。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.158-0.870 ppm，Robust-Z值介於-0.33-14.50，其中實驗室代碼05、09及13再以回收率進行判定後仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔78.6% (表四)。
3. 測試樣品III：測試結果介於0.031-0.054 ppm，Robust-Z值介於-4.00-1.75，其中實驗室代碼09及18再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿

意結果，滿意之實驗室佔84.6% (表四)。

本次測試樣品中各動物用藥測試結果之摘要統計表、重複性及回收率之摘要表及評定統計表如表五及表六。本次評列為「滿意」之實驗室：磺胺喹啉佔70.0%、氟滅菌佔65.0%及恩氟喹啉羧酸佔80.0%。

以Youden圖分析如圖一及圖二，各實驗室之3種動物用藥成對測試結果，位於橢圓圖形外之實驗室，包括實驗室代碼05、09、13、16、18及23，顯示其可能存在系統或隨機誤差，應予以注意。

綜合以上，實驗室代碼02、03、04、07、08、12、16、17、20、21、23及24在各項動物用藥之測試結果皆表現良好，其中實驗室代碼16及23以Youden圖分析，應注意仍可能存在系統或隨機誤差。實驗室代碼01及10分別在磺胺喹啉及氟滅菌之測試結果表現應注意；實驗室代碼19在氟滅菌之測試結果表現不滿意；實驗室代碼06及18在磺胺喹啉及氟滅菌之測試結果表現不滿意，實驗室應提升個別動物用藥之檢測能力；實驗室代碼05、09及13全數動物用藥之測試結果表現皆不

表五、測試樣品中各動物用藥測試結果、重複性及回收率之摘要統計表

測試樣品	參加數	動物用藥測試結果	
		最小值 (ppm)	最大值 (ppm)
I	13	磺胺喹啉	未檢出
		氟滅菌	0.110
		恩氟喹啉羧酸	0.059
II	14	磺胺喹啉	0.189
		氟滅菌	0.458
		恩氟喹啉羧酸	0.870
III	13	磺胺喹啉	0.032
		氟滅菌	0.099
		恩氟喹啉羧酸	0.054

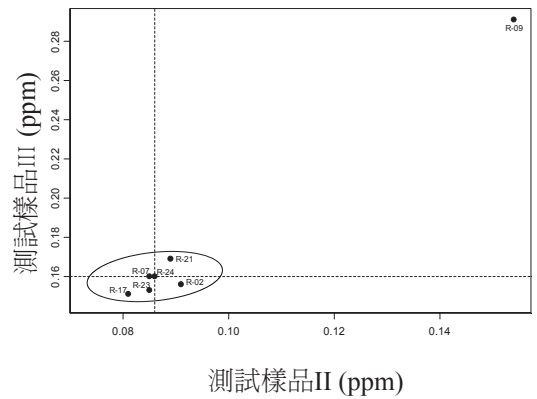
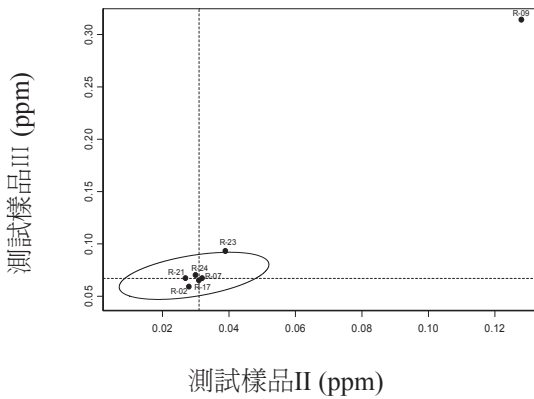
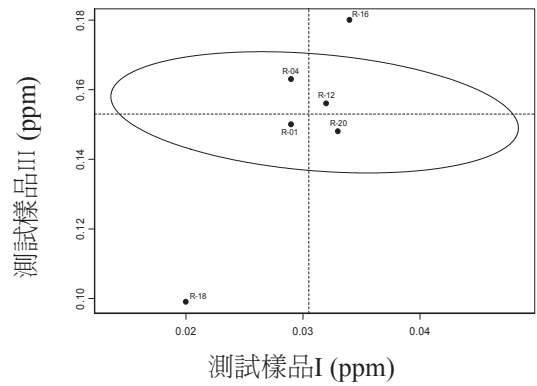
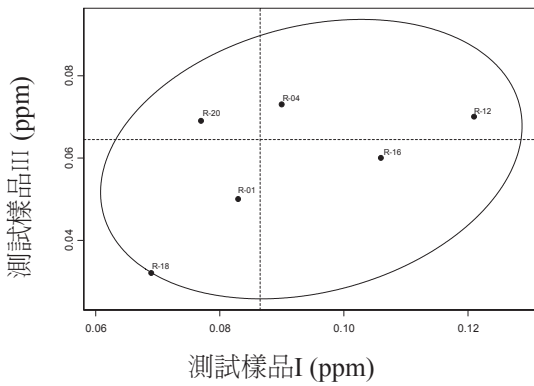
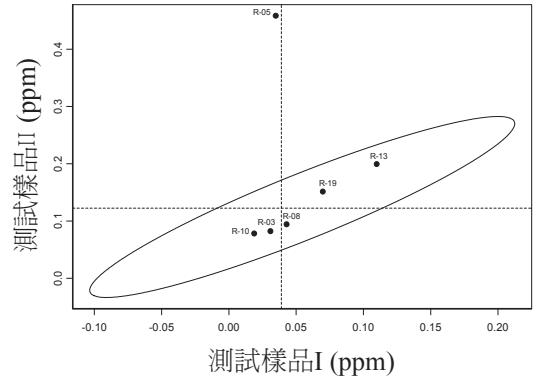
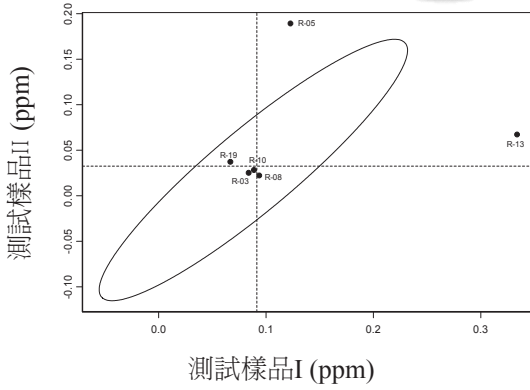
表六、各實驗室之測試結果評定統計表

測試樣品	評定結果	添加值 (ppm)	滿意家數 (%)	應注意家數 (%)	不滿意家數 (%)
I	磺胺喹啉	0.2	11(84.6)	0(0)	2(15.4)
	氟滅菌	0.04	8(61.5)	2(15.4)	3(23.1)
	恩氟喹啉羧酸	0.1	10(76.9)	1(7.7)	2(15.4)
II	磺胺喹啉	0.04	10(71.4)	0(0)	4(28.6)
	氟滅菌	0.1	11(78.6)	1(7.1)	2(14.3)
	恩氟喹啉羧酸	0.2	11(78.6)	0(0)	3(21.4)
III	磺胺喹啉	0.1	10(76.9)	1(7.7)	2(15.4)
	氟滅菌	0.2	11(84.6)	0(0)	2(15.4)
	恩氟喹啉羧酸	0.05	11(84.6)	1(7.7)	1(7.7)
各項動物用藥總結果	磺胺喹啉		14(70.0)	1(5.0)	5(25.0)
	氟滅菌		13(65.0)	1(5.0)	6(30.0)
	恩氟喹啉羧酸		16(80.0)	1(5.0)	3(15.0)
總結果			12(60.0)	2(10.0)	6(30.0)



(A) 磺胺喹啉

(B) 氟滅菌



圖一、Youden圖

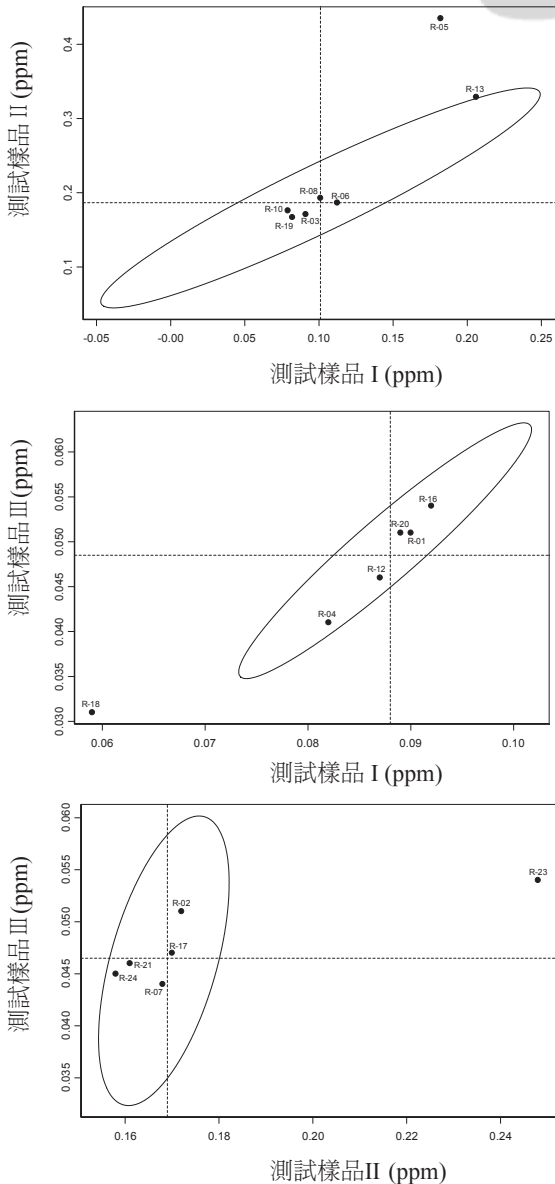
滿意，顯示該等實驗室之食品中動物用藥多重殘留檢驗能力應待加強。

結 論

101年度TFDA廣邀各界實驗室參加動物用藥

101年度食品中動物用藥多重殘留檢驗之能力試驗

(C)恩氟喹啉羧酸



圖二、Youden圖

多重殘留能力試驗，以牛奶為基質，添加不同種類之動物用藥作為測試樣品，本次能力試驗參加實驗室20家之測試結果，評列為滿意者佔6成以上，其中為本署認證項目者共計4家，其中有1家不滿意。依本署「食品藥物化粧品實驗室認證作

業程序」規定針對評列為「不滿意」之認證實驗室，如經複測亦不滿意，將廢止該品項認證。本次除請不滿意之實驗室提供矯正報告，並以盲樣檢體進行複測後均已完成改善。

動物用藥為飼料添加劑，一般是以原型態或代謝物質型態殘留於動物體內，以預防或治療禽畜類及水產品之細菌性或原蟲等疾病，若業者不當使用，殘留之動物藥品或抗藥性菌株可能經由食物鏈傳遞至人體，恐影響國民健康^(9,10)，因此其檢測項目更顯重要，未來本署將持續辦理，以維護國人食用安全。

TFDA將持續藉由舉辦不同品項之能力試驗，以掌握實驗室之檢驗品質，期透過能力試驗提供實驗室間在檢驗技術能力相互比較之機會，作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考，並兼具輔助本局監督管理實驗室之雙重功能。

參考文獻

1. 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，台北。
2. 行政院衛生署。2013。動物用藥殘留標準。102.03.13署授食字第1021300534號令。
3. 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. ISO. 2010. Conformity assessment-General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043. [http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=29366].
5. NATA. 2012. Guide to Proficiency Testing. Australia. [<http://www.pta.asn.au/documents/PTPM-01-1-04-Guide-to-Proficiency-Testing-Australia.pdf>].
6. FAO/WHO Food Standards Programme. 2006. Proposed Draft Revised Part I ,II,III of the Codex Guidelines for the Establishment of a Regulatory Program for the Control of Veterinary Drug Residues in Foods.
7. 行政院衛生署食品藥物管理局。2010。能力試驗標準作業程序。

8. 行政院衛生署。2012。食品中動物用藥殘留量檢驗方法—多重殘留分析(二)。101.06.19署授食字第1011902190號公告。
9. 宋華聰。2000。台灣動物養殖業使用抗生素之情況與其管理。台灣內科醫學會八十九年會員大會學術演講論文。[<http://www.tsim.org.tw/article/A89/P039.pdf>]
10. 黃文徹。2002。動物用藥品管理及使用應注意事項。家禽世界月刊，30 (02) : 21-26。

Results of Proficiency Testing in 2012: Veterinary Drug Residues (Multiresidue Analysis) in Food

ERH-YUN CHIANG¹, WAN-CHEN LEE¹, CHUN-CHIEH SHIH²,
HSIAO-WEN KUO², YI-RONG LIN², HSIU-KUAN CHOU²,
MING-SHIN LEE¹ AND HWEI-FANG CHENG¹

¹Division of Risk Management, FDA

²Central Center for Regional Administration, FDA

ABSTRACT

A proficiency testing was held in 2012 on veterinary drug residues (multiresidue analysis) in food. Milk were used as the testing material. A total of 20 laboratories participated in the test. The analytical results were analyzed using Robust-Z into three grading categories as follows: $|Z|$ score ≤ 2 as “satisfactory”, $2 < |Z| < 3$ as “acceptable” and $|Z| \geq 3$ as “unsatisfactory”. Results of spiked experiments should demonstrate between 70-110% recovery for analyte concentrations between 0.1-1 ppm as “satisfactory”, 60-70% or 110-120% recovery as “acceptable”, $< 60\%$ or $> 120\%$ recovery as “unsatisfactory”; and between 70-120% recovery for concentrations between 0.01-0.1 ppm as “satisfactory”, 60-70% or 120-130% as “acceptable”, $< 60\%$ or $> 130\%$ as “unsatisfactory”. Choice of better grade were made based on Robust-Z or recovery. Among the laboratories evaluated, 12, 2 and 6 were graded as satisfactory, acceptable and unsatisfactory, respectively. Laboratories graded in the category of “unsatisfactory” were mandated to provide a report of correction, as well as were requested to take a second test. Laboratories are expected to consistently improve their quality control system through this proficiency testing routine.

Key words: proficiency testing, milk, veterinary drug residues(multiresidue analysis)