

以液相層析串聯式質譜儀研究沼渣沼液中之動物用藥與激素

Research on veterinary drugs and hormones in biogas slurry by liquid chromatography tandem mass spectrometer

陳怡如(Y.J.Chen),王仁得(R.D. Wang),王姿惠(T.H. Wang)許元正(Y.C. Hsu)

行政院環境保護署環境檢驗所

摘要

本研究開發沼渣沼液之動物用藥檢測方法，檢測 9 類動物用藥包含喹諾酮類(Quinolones)、磺胺類(Sulfonamides)、頭孢子菌素/青黴素類 (Cephalosporins/Penicillins)、四環黴素類 (Tetracyclines)、巨環黴素(Macrolides)、抗寄生蟲藥、林可醯胺類抗生素(Lincomycins)、雙萜類、氯黴素等共 36 種化合物。檢測流程為樣品加入含 0.5% 甲酸之乙腈以增進蛋白質沉澱，以 C18 粉末淨化後，取澄清液進行吹氮濃縮，再以甲醇水溶液回溶，經濾膜過濾後，以液相層析串聯式質譜儀(Liquid chromatograph tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析，無同位素內標校正下，樣品添加測試回收率介於 60%~87% 之間。檢測之 11 種激素包含孕激素含炔諾酮 (Norethisterone)、雄激素含睪固酮 (Testosterone)與雄烯二酮 (Androstenedione, AED)、雌激素含 17 β -雌二醇 (17 β -Estradiol, 17 β -E2)、17 α -雌二醇 (17 α -Estradiol, 17 α -E2)、雌酮 (Estrone, E1)、雌三醇(Estriol, E3)、炔雌醇(Ethinyl estradiol, EE)、馬烯雌酮 (Equilin)、馬蔡雌酮 (Equilenin)、己烯雌酚 (Diethyl stilbestrol, DES)，檢測流程為取樣品 (採樣時加硫酸保存，pH 小於 2) 加入 28% 氨水溶液 (產生硫酸銨)，續加入乙腈，待蛋白質沈澱發生，取澄清液加入氯化鈉與乙腈震盪，收集乙腈層，重複萃取流程，經吹氮濃縮、調整萃液極性、離心後以 LC/MS/MS 分析，以同位素內標校正下，添加測試回收率介於 57.3%~129% 之間。

挑選北中南 30 場畜牧場沼渣沼液作為研究對象，4 家養牛場與 26 家養豬場的動物用藥結果：36 種動物用藥測出 6 類 16 種，每家畜牧場測出品項數目介於 0 至 7 種，平均測出 2 種，濃度由高至低依序為林可醯胺類抗生素類、磺胺類、喹諾酮類抗生素，四環黴素類，雙萜類，氯黴素類，其中 Lincomycin 與 Tiamulin 的檢出率為 50%，Doxycycline、Oxytetracycline 與 Flumequine 的檢出率分別為 23、20 與 13%，Chlortetracycline、Sulfamonomethoxine、Sulfathiazole 檢出率為 7%，其他化合物檢出率低於 7% 或未檢出。激素類部分：11 種激素共測出 5 種，每家畜牧場測出品項數目介於 0 至 4 種，平均測出 2 種。4 家養牛畜牧場分析結果，測得 17 α -E2、17 β -E2、E1，未測出 E3。26 家養豬畜牧場分析結果，測得 17 α -E2、17 β -E2、E1、E3、Norethisterone，養豬場沼液之平均 E1 測值高於養牛場沼液。30 場畜牧場沼渣沼液之 E1 的檢出率為 47%，17 α -E2、17 β -E2 與 E3 的檢出率為 17、10 與 10%，其他化合物檢出率低於 10% 或未檢出。

關鍵字：動物用抗生素、雌激素、動物糞便、沼渣沼液

Keywords: Veterinary antibiotic, Estrogen, Animal manure, Anaerobic digestion residues