

2017年深圳市家禽类食品兽药残留监测结果分析

杨冬燕*, 王舟, 杨淋清, 陈裕华, 康莉, 雷伶刚, 周颖隽, 张锦周

(深圳市疾病预防控制中心, 深圳 518055)

摘要: 目的 对深圳市家禽类食品中兽药残留水平进行测定和分析。**方法** 在深圳市10个行政区的商场超市、农贸市场及餐厅随机抽取鸡肉、鸭肉及鸡胃样品共计240份, 采用液相色谱-质谱/质谱法(liquid chromatography tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)测定家禽类食品中11种喹诺酮类抗生素、4种四环素族抗生素、氯霉素及五氯酚酸钠的含量。**结果** 240份家禽类食品兽药残留的总体检出率为3.75%(9/240), 检出项目及其检出率分别为恩诺沙星 2.08%(5/240)、环丙沙星 0.83%(2/240)、沙拉沙星 0.42%(1/240)、氧氟沙星 0.42%(1/240)。其他7种喹诺酮类抗生素、四环素族抗生素、氯霉素及五氯酚酸钠均未检出。240份家禽类食品总体超标率为0.42%(1/240), 仅有1份鸡肉样品恩诺沙星超标。**结论** 2017年深圳市家禽类食品中兽药残留水平较低, 氯霉素和五氯酚酸钠达到我国《动物性食品中兽药最高残留限量》中规定的在所有食品动物、所有可食组织中不得检出的要求。

关键词: 家禽; 兽药残留; 监测; 分析

Analysis of monitoring results of veterinary drug residues in poultry food in Shenzhen in 2017

YANG Dong-Yan*, WANG Zhou, YANG Lin-Qing, CHEN Yu-Hua, KANG Li, LEI Ling-Gang, ZHOU Hao-Jun, ZHANG Jin-Zhou

(Shenzhen Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518055, China)

ABSTRACT: Objective To measure and analyze the level of veterinary drug residues in poultry foods in Shenzhen. **Methods** A total of 240 samples of chicken, duck and chicken stomach were randomly selected from supermarkets, farmers' markets and restaurants in 10 administrative districts of Shenzhen. The 11 quinolone antibiotics, 4 tetracycline antibiotics, chloramphenicol and sodium pentachlorophenolate in poultry foods were detected by liquid chromatography tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Results** The overall detection rate of veterinary drug residues in 240 poultry was 3.75% (9/240), the detected items and their detection rates were as follow: enrofloxacin 2.08% (5/240), ciprofloxacin 0.83% (2/240), sarafloxacin 0.42% (1/240), ofloxacin 0.42% (1/240). The other 7 quinolone antibiotics, tetracycline antibiotics, chloramphenicol and sodium pentachlorophenolate were not detected. The overall over-standard rate of 240 poultry foods was 0.42% (1/240), and enoxacin only in one chicken sample exceeded the standard. **Conclusion** In 2017, the level of veterinary drug residues in poultry foods in

基金项目: 深圳市食品安全风险监测专项

Fund: Supported by the Project of Food Safety Risk Monitoring in Shenzhen

*通讯作者: 杨冬燕, 硕士, 主任技师, 主要研究方向食品安全风险监测与评估。E-mail: szyang6699@126.com

*Corresponding author: YANG Dong-Yan, Master, Chief Technician, Shenzhen Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518055, China. E-mail: szyang6699@126.com

Shenzhen was low. Chloramphenicol and sodium pentachlorophenolate met the requirements of China's Maximum Residue Limits for Veterinary Drugs in Animal Foods that not to be detected in all food animals and all edible tissues.

KEY WORDS: poultry; veterinary drug residue; monitoring; analysis

1 引言

我国是家禽类食品消费和进出口贸易大国, 据商务部统计, 2015 年上半年我国出口鸡肉及其制品数量为 18.3 万多吨。2015 年我国禽肉产量达 1826 万吨, 比 2014 年增长 4.3%^[1]。由于兽药在畜牧业生产中的普遍应用, 越来越多的公众担心养殖业滥用兽药的危害日渐向人类传导, 并对环境造成污染^[2]。动物性食品的食用安全已成为人们密切关注的健康问题, 近年来, 国内外高度重视禽类食品兽药残留并进行监测^[3-6]。近些年深圳市疾病预防控制中心持续开展相关监测工作, 本研究对 2017 年深圳市禽肉及禽内脏兽药残留监测结果进行了报告和分析, 以期了解深圳市家禽类食品兽药残留状况, 消除消费者对动物性食品安全的恐慌和不信任感。

2 材料与方法

2.1 样品来源

按照 2017 年深圳市卫生计生委食品安全风险监测方案要求, 在深圳市 10 个区共采集禽肉及其内脏样品 240 份, 包括鸡肉 93 份, 鸭肉 72 份, 鸡胃 75 份。除 1 份定型包装外, 其余样品均为散装。样品有 94 份采自超市商店, 140 份采自农贸市场, 有 6 份采自酒楼餐厅等餐饮环节。

2.2 监测项目

2017 年禽肉及其内脏兽药残留监测项目包括喹诺酮类(氧氟沙星、培氟沙星、诺氟沙星、洛美沙星、环丙沙星、达氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、氟甲喹、噁喹酸)、四环素族抗生素(金霉素、四环素、土霉素、强力霉素)以及氯霉素和五氯酚酸钠共 17 个项目。

2.3 检测方法

样品前处理及检测步骤按照各监测项目的检测标准方法操作。喹诺酮药物残留的检测方法为 GB/T21312-2007《食品安全国家标准 动物源性食品中 14 种喹诺酮药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》^[7]; 四环素类兽药残留检测方法为 GB/T 21317-2007《食品安全国家标准 动物源性食品中四环素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法与高效液相色谱法》^[8]; 氯霉素检测方法为 GB/T22338-2008《食品安全国家标准 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》中的液相色谱-质谱/质谱法^[9]; 五氯酚酸钠检测方法为 GB 23200.92-2016《食品安全国家标

准 动物源性食品中五氯酚残留量的测定 液相色谱-质谱法》^[10]。

2.4 结果判定

2.4.1 检出限

依据 GB/T21312-2007, 喹诺酮药物残留检测方法的检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 依据 GB/T 21317-2007, 四环素类兽药残留量检测方法的检出限为 0.05 mg/kg ; 依据 GB/T22338-2008 氯霉素检测方法的检出限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 依据 GB 23200.92-2016 五氯酚酸钠检测方法的检出限为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$;

2.4.2 国家限量值

喹诺酮类药物和四环素类残留限量判定标准为农业部公告第 235 号《动物性食品中兽药最高残留限量》附录 2, 其中氧氟沙星、培氟沙星、诺氟沙星、洛美沙星、环丙沙星无判定标准; 氯霉素和五氯酚酸钠残留限量判定标准为农业部公告第 235 号《动物性食品中兽药最高残留限量》附录 4。

2.5 数据分析

对监测结果通过超标率、检出率、检出值范围、最大检测值、中位数(P_{50})等进行数据分析, 两样本率之间的比较采用四格表卡方检验进行差异性分析, 以 $P < 0.05$ 为差异具有统计学意义。

超标率、检出率: 对于已有国家标准的指标, 分析超标情况, 监测样品检测结果与国家标准限量值进行对比, 超出限量值的判为超标。总体超标率 = 超标样品数/该类样品总数 $\times 100$ 。对于尚无国家标准限量值的, 分析检出情况, 当检测值高于检出限(limit of detection, LOD)时判为检出, 总体检出率 = 检出样品数/该类样品总数 $\times 100$ 。对于禁用物质和非食用物质, 分析检出情况, 当检测值高于 LOD 时判为超标。

3 结果与分析

3.1 总体情况

2017 年深圳市家禽类食品兽药残留监测项目总体超标率为 0.42%(1/240), 超标项目为恩诺沙星, 超标样品为采自农贸市场的 1 份鸡肉, 检测值为 157.46 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 超出农业部公告第 235 号《动物性食品中兽药最高残留限量》附录 2 所规定的禽肉恩诺沙星 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的限量标准。4 个监测项目有检出, 样品总体检出率为 3.75%(9/240)。检出的项目分别为恩诺沙星 2.08%(5/240)、环丙沙星 0.83%(2/240)、

沙拉沙星 0.42%(1/240)、氧氟沙星 0.42%(1/240)。其他监测项目均未检出。监测总体情况见表 1。

对鸡肉、鸭肉和鸡胃 3 个类别的食品检出情况比较发现, 鸡肉恩诺沙星和环丙沙星有检出, 鸭肉恩诺沙星、环丙沙星和氧氟沙星有检出, 鸡胃恩诺沙星和沙拉沙星有检出, 但检出率都不高(<5%)。只有恩诺沙星在 3 个类别的家禽类食品中都有检出。对 4 个检出项目分别在不同食品类别间的检出情况差异, 经卡方检验统计分析表明, 沙拉沙星、恩诺沙星、环丙沙星和氧氟沙星 4 种兽药残留在 3 类食品之间的检出率差异不具有统计学意义($P>0.05$)。家禽类不同品种检出情况比较见表 2。

3.2 禽肉监测结果

2017 年监测的 165 份禽肉样品包括鸡肉 93 份, 鸭肉 72 份。禽肉类样品总体超标率为 0.61%(1/165), 超标项目为恩诺沙星, 超标样品为采自福田农贸市场的 1 份鸡肉。氧氟沙星、环丙沙星有检出但无国标限量。其他喹诺酮类、四环素族抗生素以及氯霉素和五氯酚酸钠均未检出。从采样地区看, 超标鸡肉采自福田, 福田禽肉样品超标率 5.56%(1/18), 其他各区均无超标情况。从采样场所看, 包括超市商店(68 份)、农贸市场(92 份)和餐饮(5 份), 农贸市场的超标率为 1.08%(1/92), 餐饮、超市商店未超标。禽肉检出情况见表 3。

表 1 2017 年深圳市家禽类食品监测总体情况
Table 1 Overall situation of poultry food monitoring in Shenzhen in 2017

监测项目	标准限量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	样本数/份	检出数/份	检出率/%	P_{50}	检测值范围 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	超标/份	超标率/%
达氟沙星	禽肉 200	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
氧氟沙星	-	240	1	0.42	ND	ND-11.170	-	-
培氟沙星	-	240	0	0.00	ND	ND	-	-
诺氟沙星	-	240	0	0.00	ND	ND	-	-
洛美沙星	-	240	0	0.00	ND	ND	-	-
环丙沙星	-	240	2	0.83	ND	ND-8.350	-	-
二氟沙星	肌肉 300	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
恩诺沙星	禽肉 100	240	5	2.08	ND	ND-157.460	1	0.42
氟甲喹	肌肉 500	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
噁唑酸	肌肉 100	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
沙拉沙星	肌肉 100	240	1	0.42	ND	ND-6.020	0	0.00
五氯酚酸钠	不得检出	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
氯霉素	不得检出	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
金霉素	肌肉 100	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
四环素	肌肉 100	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
土霉素	肌肉 100	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
强力霉素	肌肉 100	240	0	0.00	ND	ND	0	0.00
合计		240	/	/	-	-	1	0.42

表 2 家禽类食品不同品种的兽药残留检出情况比较
Table 2 Comparison of detection of veterinary drug residues in different poultry foods

监测项目	鸡肉			鸭肉			鸡胃			统计量	
	样品数 /份	检出数 /份	检出率 /%	样品数 /份	检出数 /份	检出率 /%	样品数 份	检出数 /份	检出率 /%	χ^2	P
沙拉沙星	90	0	0	75	0	0	75	1	1.33	2.2092	0.3313
恩诺沙星	90	3	3.33	75	1	1.33	75	1	1.33	1.1030	0.5761
环丙沙星	90	1	1.11	75	1	1.33	75	0	0	0.9412	0.6246
氧氟沙星	90	0	0	75	1	1.33	75	0	0	-	-

表 3 禽肉中兽药残留检出情况
Table 3 Detection of veterinary drug residues in poultry meat

监测项目	标准限量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	样本数/份	检出数/份	检出率/%	最大值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	超标数/份	超标率/%
恩诺沙星	禽肉 100	165	4	2.42	157.46	1	0.61
氧氟沙星	-	165	1	0.61	11.17	-	-
环丙沙星	-	165	2	1.21	8.35	-	-

3.3 禽内脏监测结果

2017 年监测的 75 份禽内脏样品均为鸡胃, 2 种喹诺酮类抗生素有检出, 分别为恩诺沙星(1/75)、沙拉沙星(1/75), 检测值分别为 $7.35 \mu\text{g}/\text{kg}$ 及 $6.02 \mu\text{g}/\text{kg}$, 检出率均为 1.33%。其他监测项目均未检出, 所有禽内脏样品均未超标, 总超标率为 0.00%(0/75)。从采样地区看, 宝安、福田、龙岗、罗湖、南山每区 9 份禽内脏样品, 大鹏、光明、龙华、坪山和盐田每区 6 份禽内脏样品。各区禽内脏样品均无超标情况。从采样场所和包装形式看, 包括超市(29 份)、市场(45 份)和餐饮(1 份); 1 份样品为定型包装, 74 份散装, 所有样品均未超标。禽内脏检出情况见表 4。

表 4 禽内脏兽药残留检出情况
Table 4 Detection of visceral veterinary drug residues in poultry

监测项目	标准限量	样本数/份	检出数/份	检出率/%	最大值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	超标数/份	超标率/%
恩诺沙星	-	75	1	1.33	7.350	-	-
沙拉沙星	-	75	1	1.33	6.020	-	-

4 结论与讨论

兽药残留是指给动物注射或口服用药后, 未达到足够的休药期, 药物蓄积和贮存于动物体细胞、组织、器官内, 此时生产出的动物源性食品(肉、蛋、奶等)中就含有代谢不全的兽药原药残留物质, 被人食用后可间接性造成人体伤害。兽药在保障动物健康、提高畜禽生产力、改善畜禽产品品质中起到了重要的作用, 但随之也产生诸多负面影响, 如畜禽产品中兽药残留问题。虽然我国目前相继出台了食品中兽药残留的最高限量和兽药管理规范, 但我国兽药的滥用现象仍然存在。

2017 年深圳市家禽类食品兽药残留监测结果显示, 包括 11 种喹诺酮类抗生素、4 种四环素族抗生素以及氯霉素和五氯酚酸钠的 17 个兽药残留监测项目中, 4 种喹诺酮类抗生素有检出, 四环素族抗生素、氯霉素和五氯酚酸钠均未检出, 240 份样品的总体检出率为 3.75%。有检出的 4 种喹诺酮类抗生素分别为恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星

和氧氟沙星, 每个项目的检出率均低于 3%。只有 1 份鸡肉样品恩诺沙星超标, 样品总超标率仅为 0.42%。张英等^[11]分析的 2007 年深圳市畜、禽肉类样品兽药残留检出率为 15.17%, 超标率为 7.22%。与 2007 年监测数据相比, 2017 年深圳市家禽类食品兽药残留检出率及超标率都显著降低。此外, 该文报道 2007 年深圳市畜、禽肉类样品氯霉素的检出率为 5.00%(残留量 $0.0013\sim 0.0388 \text{ mg}/\text{kg}$)。2002 年我国农业部发布《动物性食品中兽药最高残留限量》^[12]中规定所有食品动物、所有可食组织中氯霉素不得检出。而 2017 年深圳市家禽类食品氯霉素的检出率为 0, 尽管只有 240 份家禽类样品, 但由于样品来自全市 10 个区, 并在不同时间分批采集, 因此该结果可初步反映目前深圳市售的鸡肉、鸭肉及鸡胃食品中氯霉素残留较低, 进而说明目前氯霉素在畜牧业养殖环节的滥用已经在很大程度得到控制。

2017 年深圳市家禽类食品农药残留监测发现鸡肉存在恩诺沙星超标。恩诺沙星是动物专用的氟喹诺酮类抗菌药, 具有抗菌谱广、杀菌力强、作用迅速、体内分布广、副作用小等特点, 广泛应用于畜禽养殖^[13]。由于恩诺沙星在动物体内可不同程度代谢成环丙沙星, 因此可食性组织中的药物残留标示物为恩诺沙星和代谢物环丙沙星。这类药物对动物骨骼生长发育有不良影响, 禁用于幼龄动物和孕畜, 同时对胃肠道、中枢神经、肝细胞均有一定的危害^[14]。我国农业部发布的《动物性食品中兽药最高残留限量》中规定恩诺沙星在家禽类组织中的最高残留限量(maximum residue limit, MRL): 禽肉 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$; 家禽类肝脏 $200 \mu\text{g}/\text{kg}$; 家禽类肾脏 $300 \mu\text{g}/\text{kg}$ ^[12]。2003 年农业部 278 号公告中规定了使用恩诺沙星注射液后在家禽类的休药期为 8 d^[15]。

2017 年深圳市疾控系统对 240 份家禽类食品的 17 个兽药残留项目的监测结果表明, 样品总体超标率为 0.42%(1/240), 总体检出率为 3.75%(9/240), 包括恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星、氧氟沙星的 4 种喹诺酮类抗生素有检出, 且检出率均低于 3.0%。其他 7 种喹诺酮类抗生素、四环素族抗生素均未检出。受检样品氯霉素和五氯酚酸钠均达到我国《动物性食品中兽药最高残留限量》中规定的在所有食品动物、所有可食组织中不得检出的要求。

参考文献

- [1] National Bureau of Statistics of the People's Republic of China. Statistical communique of the 2015 national economic and social development of the People's Republic of China [J]. *China Pop Today*, 2016, (2): 20–39.
- [2] 李迎月, 马林, 林晓华, 等. 广州市畜禽肉中兽药残留研究及膳食摄入量评估[J]. *中国预防医学杂志*, 2009, 10(4): 268–271.
Li YY, Ma L, Lin XH, *et al.* Residues of veterinary drugs in live stock and poultry meat and their meal intakes in Guangzhou [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2009, 10(4): 268–271.
- [3] Weiss C, Conte A, Milandri C. Veterinary drugs residue monitoring in Italian poultry: Current strategies and possible developments [J]. *Food Control*, 2007, (18): 1068–1076.
- [4] Shareef AM, Jamel ZT, Yonis KM. Detection of antibiotic residues in stored poultry products [J]. *Iraq J Vet Sci*, 2009, 23(1): 45–48.
- [5] Jallaludeen RL, Saleh MJ, Yaqub AG, *et al.* Antibiotic residues in edible poultry tissues and products in Nigeria: a potential public health hazard [J]. *Int J Anim Veter Adv*, 2015, 7(3): 55–61.
- [6] 殷巧玲, 王慧珍. 青州市畜禽产品兽药残留监控情况调查报告[J]. *中国畜牧兽医文摘*, 2016, 32(10): 37.
Yin QL, Wang HZ. Investigation report on veterinary drug residue monitoring of livestock and poultry products in Qingzhou [J]. *Abstr Chin Anim Husb Veter*, 2016, 32(10): 37.
- [7] GB/T 21312-2007 动物源性食品中14种喹诺酮类药物残留检测方法液相色谱-质谱/质谱法[S].
GB/T 21312-2007 Analysis of fourteen quinolones in food of animal origin by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [S].
- [8] GB/T 21317-2007 动物源性食品中四环素类兽药残留量检测方法液相色谱-质谱/质谱法与高效液相色谱法[S].
GB/T 21317-2007 Determination of tetracyclines residues in food of animal origin LC-MS/MS method and HPLC method [S].
- [9] GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定[S].
GB/T 22338-2008 Determination of multi-residues of chloramphenicols in animal-original food [S].
- [10] GB 23200.92-2016 动物源性食品中五氯酚残留量的测定液相色谱-质谱法[S].
GB 23200.92-2016 Determination of pentachlorophenol residue in animal-derived food liquid chromatography-mass spectrometry [S].
- [11] 张英, 蔡志斌, 刘丽, 等. 深圳市畜、禽肉中部分兽药残留水平的调查[J]. *中国卫生检验杂志*, 2008, 18(10): 2109–2111.
Zhang Y, Cai ZB, Liu L, *et al.* Investigation and analysis on residual level of part of veterinary drugs in animal derived foods on sale in Shenzhen [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2008, 18(10): 2109–2111.
- [12] 农牧发(2002)第235号. 关于发布《动物性食品中兽药最高残留限量》的通知[EB/OL]. [2002-12-24]. <http://www.chinalawedu.com/falvfagui/fg22016/51040.shtml>
Agriculture and Animal Husbandry (2002) No. 235. The notice about the highest limit of veterinary drug residues in animal foods [EB/OL]. [2002-12-24]. <http://www.chinalawedu.com/falvfagui/fg22016/51040.shtml>
- [13] 黄耀凌, 刘智宏, 白玉惠, 等. 恩诺沙星注射液在猪体内的残留消除研究. *中国兽药杂志*[J]. 2017, 51(3): 48–54.
Huang YL, Liu ZH, Bai YH, *et al.* Residue depletion study of enrofloxacin injection in swine [J]. *J Chin Veter Med*, 2017, 51(3): 48–54.
- [14] 郭建华, 李天真, 苗刚, 等. 乳酸环丙沙星等对金黄色葡萄球菌的体外抑菌试验[J]. *畜禽业*, 2011, (6): 59–60.
Guo JH, Li TZ, Miao G, *et al.* Bacteriostasis experiment in vitro of ciprofloxacin lactate and so on for *Staphylococcus aureus* [J]. *Live Stock Ind*, 2011, (6): 59–60
- [15] 农业部公告第278号. 兽药国家标准和部分品种的停药期规定[EB/OL]. [2003-05-22]. http://www.110.com/fagui/law_109113.html
Agriculture Announcement No. 278. National standards for veterinary drugs and provisions for some varieties of drug withdrawal period. [EB/OL]. [2003-05-22]. http://www.110.com/fagui/law_109113.html

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介



杨冬燕, 主任技师, 主要研究方向食品安全风险监测与评估。

E-mail: szyang6699@126.com