

中藥農藥殘留檢驗之標準作業程序



瑠公

財團法人台北市瑠公農業產銷基金會

農業檢驗中心主任 孔繁慧

殘留農藥檢驗方法

生物篩檢法



生化分析法



化學分析法(ppm)



GC or LC



化學分析法(ppb)



GC-MS/MS or LC-MS/MS



Acetylcholinesterase
乙酰膽鹼酯酶

Bacillus thuringiensis
蘇力菌

※「美國食品安全保護法案」(FOPA) 優先查驗之農藥類別
識別標誌僅供通過快速檢驗標品區別之用，亦僅對所抽標品及可
檢驗農藥對象負責，凡未採用快速檢驗之農業產銷單位或個人，
不得模仿或冒用「綠盾」標誌。



化學分析法

- CNS 13570-1 : 84種
- CNS 13570-2 : 103種
- 衛生署公告方法(三) : 135種
- 衛生署公告方法(四) : 100種
- 衛生署公告方法(五) : 300種以上(草擬中)



標準作業程序書(化學分析法)

1. 目的
2. 範圍
3. 參考資料
4. 名詞解釋
5. 內容
6. 附件

財團法人台北市瑠公農業產銷基金會 農業檢驗中心	
操作程序	食品中殘留農藥檢驗方法 — 多重殘留分析法(三)
版次	03



標準作業之制訂、審查與核准

制訂：		審查：		核准：
總頁數 共 頁		版次 第 版		發行生效日 101年00月00 日
修訂記錄	序號	日期	修訂原因	修訂內容
	1			
	2			
	3			



目的與範圍

1. 目的

制訂標準操作程序，提供檢驗作業遵循，以達標準化。

2. 範圍

本檢驗方法適用於蔬果類、穀類、乾豆類、茶類、香辛植物及其他草本植物等作物中114種農藥多重殘留分析。



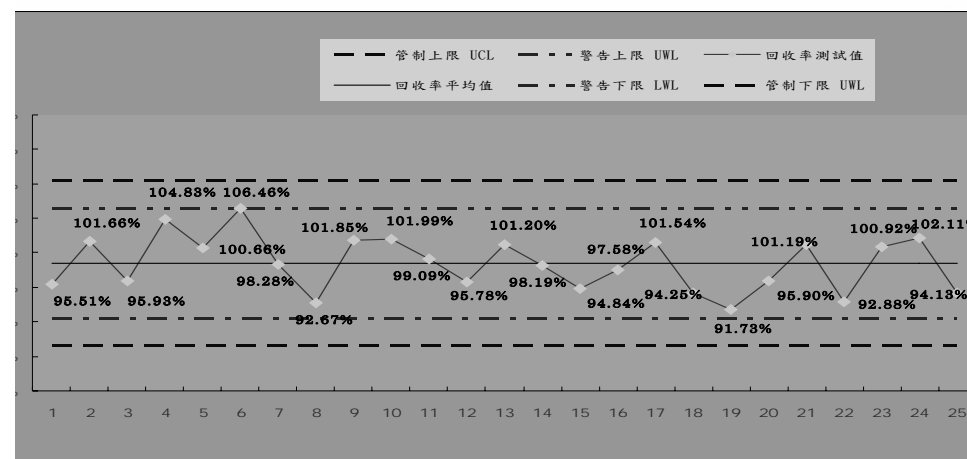
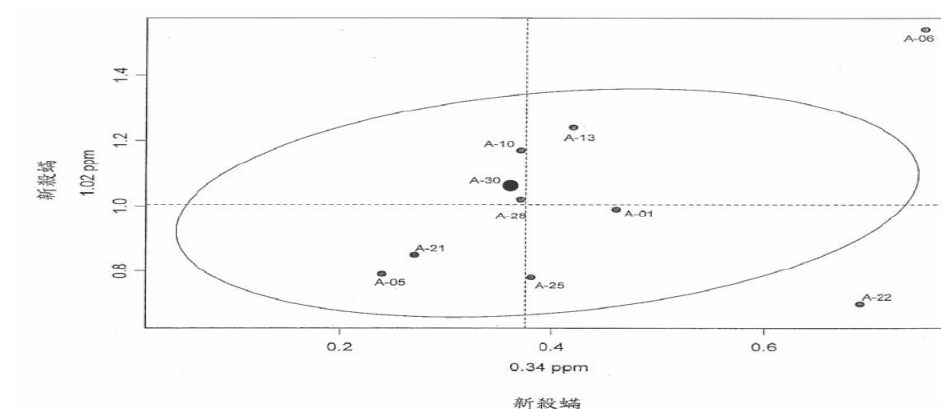
3. 參考資料

- 行政院衛生署藥物食品檢驗局 食品中殘留農藥檢驗方法－
多重殘留分析法(三) 100年12月19日署授食字第1001904771號公告修正
- 檢驗方法與不確定度評估管制程序(LKAF-QP14)
- 量測品保管制程序(LKAF-QP19)
- 氣相層析儀(GC)操作程序(LKAF-WI21)
- 氣相層析串聯質譜儀(GC/MS/MS)操作程序(LKAF-WI33)
- Agriculture and Agri-Food Canada , Laboratory Services Division ,
Food Production and Inspection Branch , Ottawa , Ontario K1A0C6 , Canada
- Method Validation and Quality Control Procedures For Pesticide Residues
Analysis in Food and Feed (Document No. SANCO/10684/2009)



5. 內容

- 原理
- 干擾誤差
- 設備及試藥
- 標準溶液配製
- 檢驗程序
- 操作流程
- 氣相層析測定參考條件
- 定性與定量
- 量測品保



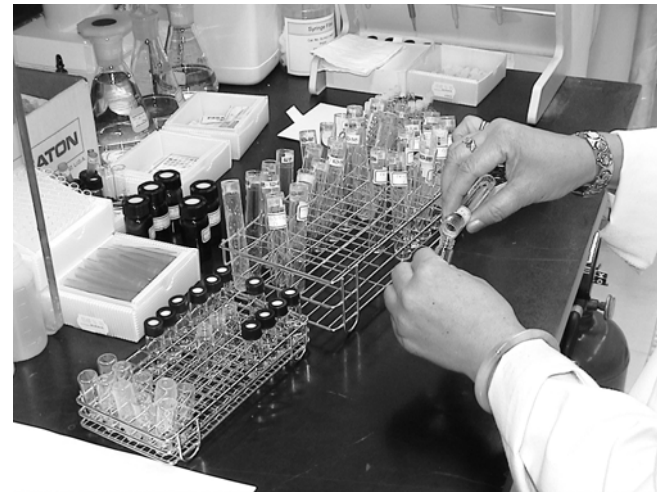
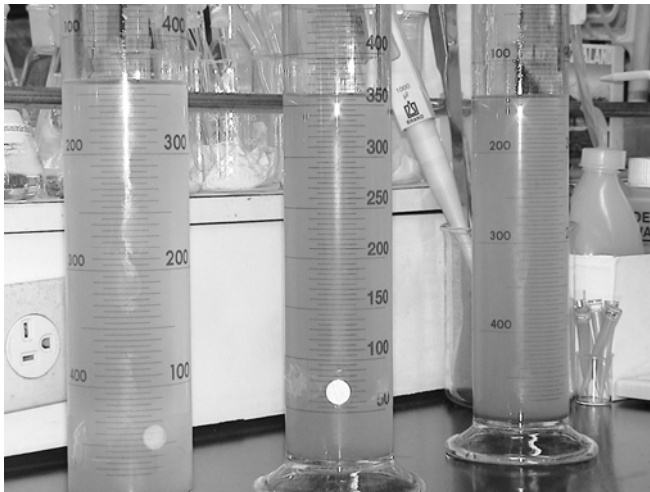
5.1 原理

本檢驗方法係採氣相層析法(gas chromatography, GC) 檢驗產品中之殘留農藥量。



5.2 干擾誤差

- 樣品之萃取淨化是否完整
- GC檢驗過程中所受微粒子的干擾
- 儀器本身的誤差



5.3 設備及試藥(1)

(1) 氣相層分析法(GC)

a. 檢出器

火燄光度檢出器 (簡稱FPD)

電子捕獲檢出器 (簡稱ECD)

b. 層析管

DB-1毛細管柱，內徑0.53mm×30m，內膜厚度1.5 μ m

DB-608毛細管柱，0.53mm×30m，內膜厚度0.83 μ m

(2) 氣相層析串聯質譜儀(GC/MS/MS)：確認分析用

(3) 攪拌均質機

(4) 氮氣濃縮裝置

(5) 振盪器

(6) 減壓濃縮裝置



5.3 設備及試藥(2)

- (1) 丙酮：殘留量級
- (2) 正己烷(n-Hexane)：化學試藥特級
- (3) 乙酸乙酯：化學試藥特級
- (4) 20%氯化鈉溶液：氯化鈉為化學試藥特級
- (5) 乙腈：液相層析級
- (6) 114種農藥標準品



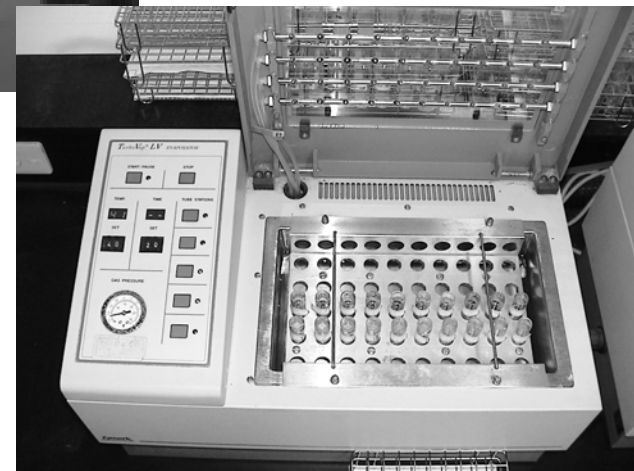
5.4 標準溶液配置

稱取各農藥標準品100mg，以丙酮溶解定容至100mL，再以丙酮稀釋至適當濃度供作標準溶液。



5.5 檢驗程序

- 秤重
 品管樣品
- 萃取
- 淨化



5.6 操作流程

取樣



均質



抽氣過濾



定容



萃取



靜置



淨化



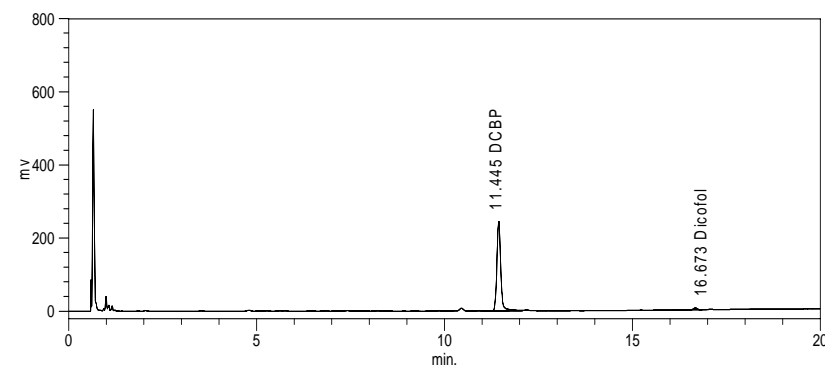
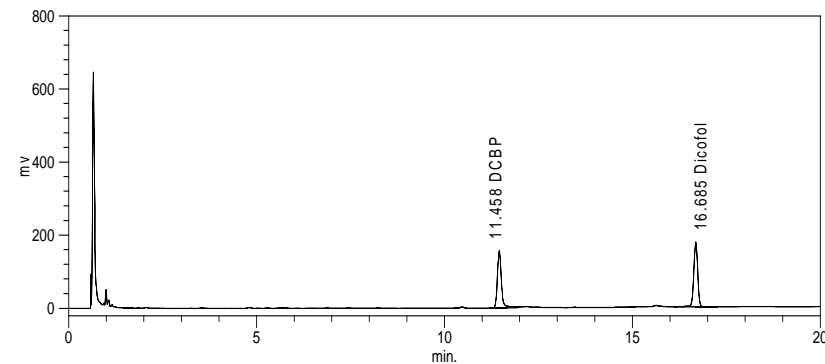
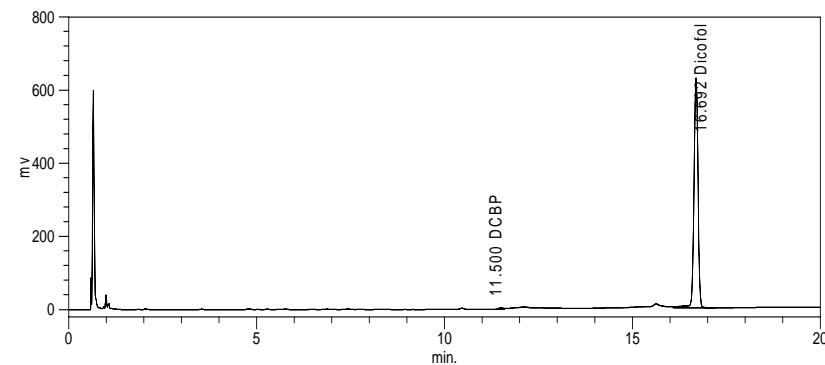
氮氣吹乾



濃縮定量



儀器測試及確認



5.7 GC及GC/MS/MS分析條件一覽表

項 目	ECD	PFPD	GC/MS/MS
樣品前處理	B部分	A部分	
分析管柱種類	DB-608	DB-608	DB-5 MS
升溫程式			
注射器溫度	250°C	250°C	280°C
偵測器溫度	300°C	280°C	250°C (MS Source)
軟體設定方法			
氫氣流速	-	140 mL/min	



5.8 定量與定性(1)

● 農藥殘留量

$$C \times \frac{V1}{D} \times \frac{V2}{M}$$

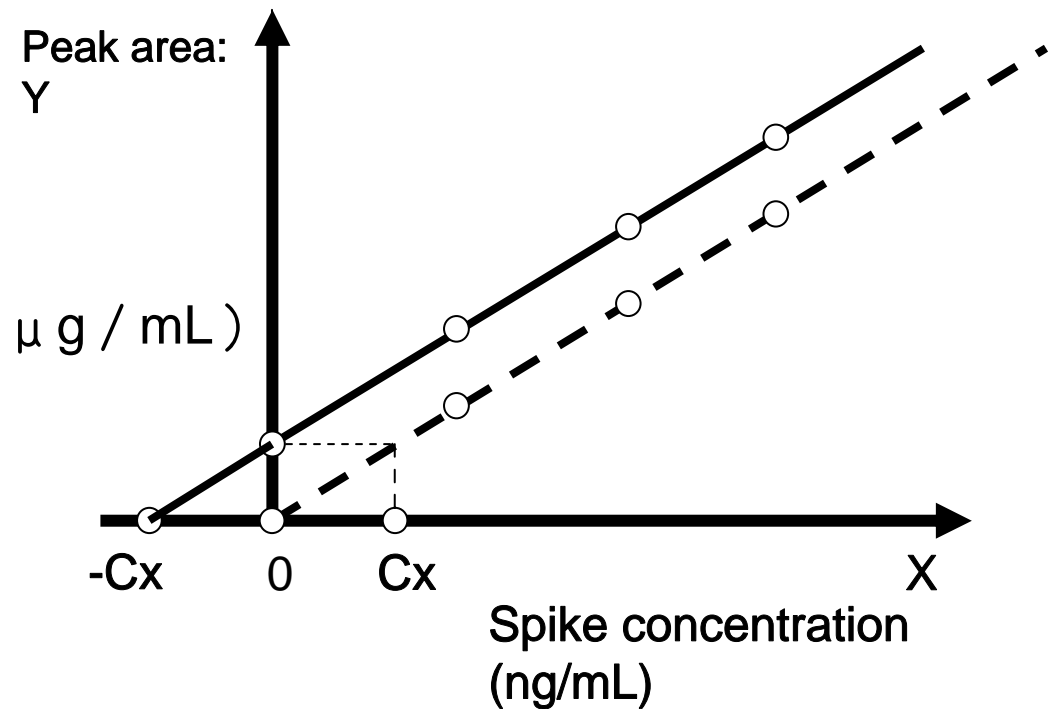
C : 依檢量線比對出來的濃度 (μ g / mL)

V1 : 定容體積 (10 mL)

V2 : 最後定量體積 (mL)

M : 取樣重量 (g)

D : 取V1體積 (2 mL)



5.8 定量與定性(2)

當發現有疑似農藥化合物時，必須使用不同的偵檢器或 Columns 或質譜儀作為農藥化合物的定性依據

質譜強度誤差表

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



5.9 量測品保

- 品管樣品
 - 空白樣品
 - 樣品添加
 - 重複樣品添加
 - 待測樣品
 - 方法偵測極限
 - 定容器皿及儀器設備定期委外或自行校驗
 - 準備兩套農藥標準溶液
- 儀器設備
 - 檢量線校正
 - 標準品添加法



6 附件

- 作業流程圖
- 檢測農藥種類之方法偵測極限表
- GC及GC/MS/MS分析條件一覽表
- GC/MS /MS確認方法表

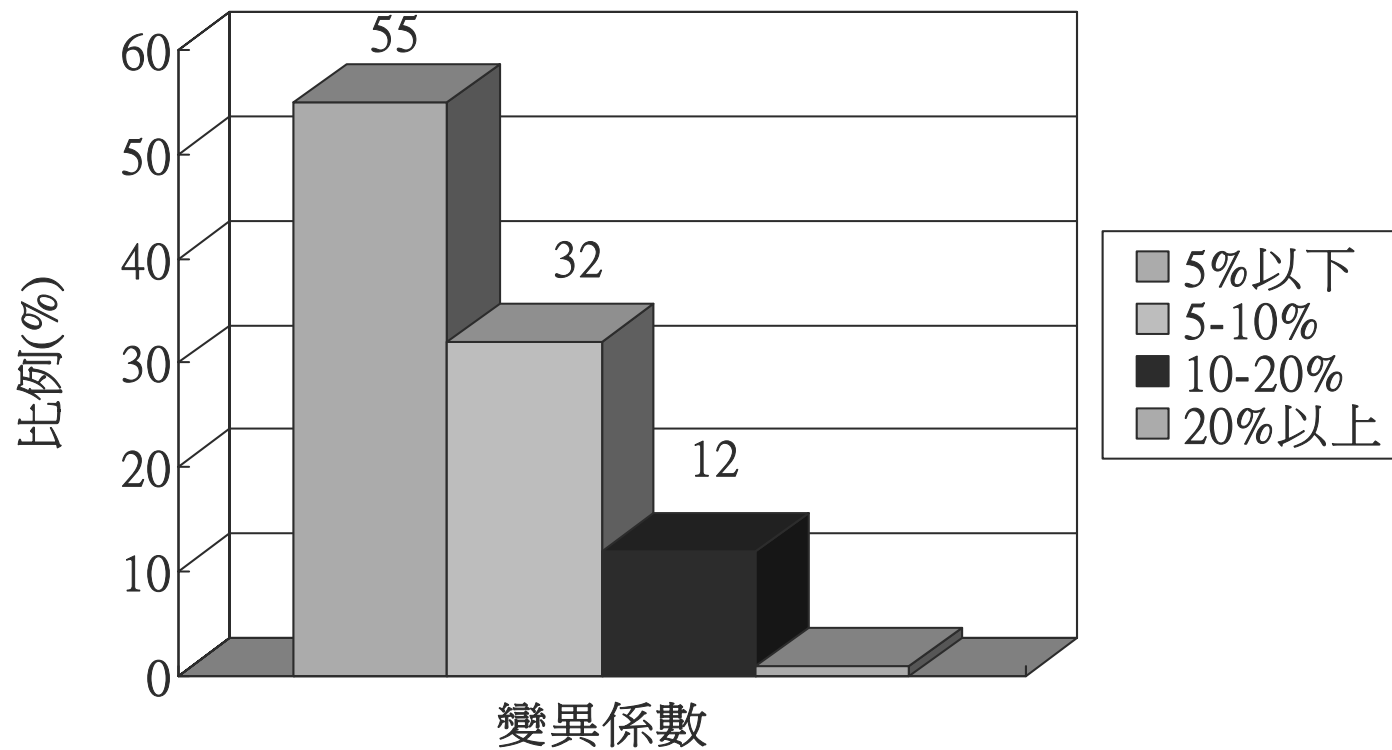


中藥檢驗方法確效

- 食品中殘留農藥檢驗方法－多重殘留分析法(三) (四)
檢出藥劑種類228種。
- 訊噪比(S/N)：10以上
- 最低偵測極限：20-50ppb。
- 回收率：70~130%回收率(88%)，70%以下回收率(4%)，130%以上回收率(8%)。



中藥檢驗重複分析



香港政府實驗室「中藥材有機氯劑農藥殘留」

農藥名稱	檢出濃度 (mg/kg)			相對不確定度 (%)
	A	B	C	
α -BHC	0.537	0.572	0.533	6.12
β -BHC	0.261	0.272	0.271	4.50
γ -BHC	0.473	0.493	0.487	3.63
δ -BHC	1.924	2.079	2.149	3.81
六氯苯	0.238	0.256	0.249	10.37



攜手共築農業希望工程

創造新農業文化



基金會網址 www.liukung.org.tw 敬請指教

