

100 年蔬果中多重殘留農藥之能力試驗

蘇致豪、林燕萍、李盈霖、黃文正、林聖哲

臺南市政府衛生局

摘要

行政院衛生署食品藥物管理局委託本局辦理 100 年食品衛生檢驗能力試驗計畫—食品中多重殘留農藥檢驗分析之測試，藉以評估參與實驗室之蔬果中多重殘留農藥檢驗能力。參與實驗室有 26 家，27 個實驗室，包括 6 縣市衛生局及 20 家民間實驗室。測試結果以 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。評列為「滿意」有 11 家，佔 40.8%，「應注意」有 3 家實驗室，佔 11.1%，「不滿意」有 13 家實驗室，佔 48.1%。對於少數評列為「不滿意」之實驗室，除了請實驗室提供矯正報告外，並以盲樣檢體進行複測。透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對蔬果中殘留農藥之檢驗能力表現良好，也提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

前言

一、目的：行政院衛生署食品藥物管理局委託本府局辦理 100 年食品衛生檢驗能力試驗計畫—食品中多重殘留農藥檢驗分析之測試，藉以評估參與實驗室之蔬果中多重殘留農藥檢驗能力。

二、實施辦法：依據 ISO/IEC 17043:2010 規定，執行「食品中多重殘留農藥之績效測試配製」計畫。本研究計畫係以蔬菜水果為基質，添加不同濃度及多項農藥，成份包含衛生署公告之 202 項殘留農藥，其檢驗方法包含氣相層析法及液相層析串聯質譜法，配製供實驗室績效測試之樣品計 6 項為四氯異苯晴代號 A、佈飛松代號 B、大福松代號 C、大利松代號 D、亞滅培代號 E、及貝芬替代號 F 之低、中、高 3 種濃度之測試樣品(詳述於後)，並分別於配製的第 1 日測試樣品之均勻性及儲存於 1、2、3、4 週後分別進行樣品穩定性測試，以確保測試檢體均勻性及穩定性。分析方法係依據行政院衛生署 99 年 12 月 31 日，署授食字第 0991904819 號食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(三)、政院衛生署 99 年 4 月 6 日署授食字第 0991900925 號食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(四)及本局實驗室品管規定程序進行。

背景分析

依衛署食字第 0991904819 號公告修正「食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(三)」及署授食字第 0991900925 號公告修正「食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(四)」進行檢測。

依據中華民國國家標準 CNS 17025「測試與校正實驗室能力一般要求」實驗室應具備品質管制程序，如參加實驗室間比對或參加績效測試計畫，以監控所進行的試驗與校正作業之正確性，另依據 ISO/IEC GUIDE 43-1(1997)能力試驗規範及中華民國國家標準 CNS 15009「實驗室間比對之能力測試」，對於會影響能力試驗完整性的任何條件，如均勻性、抽樣、穩定性及運送時可能損壞的因素，均需予以考量。本局接受食品藥物管理局之委託，以蔬菜水果為基質，添加配製多重農藥測試樣品，並執行認證實驗室績效測試，藉以監控認證實驗室檢驗品質。

實施方法及進行步驟

研究將先行以蔬菜水果，測試各種蔬菜水果對多重農藥的影響及變化，選擇最適樣品瓶材質，配製績效測試樣品。

一. 測試樣品配製：

(一)樣品配製：取市售冬瓜瓜質後，分別量取 18g 裝入樣品瓶中，添加 6 種不同的農藥，密封，置入冷藏櫃保存。

(二)流程：採購檢體→均質→分裝入瓶→添加→密封→冷凍貯存→待測，包裝使用密閉式 PE 塑膠瓶。

(三)預計穩定性測試時間為 4 個週期。

(四)每一受測試單位之測試樣品分低、中、高 3 種濃度，同一濃度至少二重複檢驗。發放之測試樣品其重量均為 18 g。以冷凍低溫配送不同濃度之測試樣品各兩瓶及空白樣品 1 瓶。

二、於配製後之配製當日進行，其取樣量為每一濃度隨機抽樣 3 件。

三、提報配製計畫書：測試樣品發放(能力試驗執行日)之前一個月，應提報初步配製計畫書(包括濃度、基質、說明書及檢體分配表等)於食品藥物管理局審查。

四、測試樣品發放：受測試單位預估至少 30±5 家。

五、穩定性測試：於配製後貯存 1、2、3、4 週之穩定性等 4 次，其取樣量為每次隨機抽 3 件。

六、盲樣測試：配合食品藥物管理局作業，預估辦理 5 家盲樣測試。

七、依據食品藥物管理局「食品藥物化粧品實驗室認證作業程序」第肆章認證實驗室之管理，必要時，須再配製「複測」、「再複測」樣品。

試驗特性及設計

一、參與本能力試驗計畫者，會個別接到該實驗室能力試驗總體表現報告，各實驗室均以代碼表示，對外一律保密。

二、本試驗之說明書及紀錄表如附錄 C。

三、本試驗以冬瓜為基質，分為 6 種不同濃度之多重殘留農藥測試樣品(濃度 I 有 18 個樣品、濃度 II 有 18 個樣品，濃度 III 有 18 個樣品，合計 54 個樣品)。

四、參與測試之實驗室共 27 家，9 家實驗室測試樣品為組別 1 (I、II)、9 家實驗室測試樣品為組別 2 (I、III)及 9 家實驗室測試樣品為組別 3 (II、III)。

樣品配製

一、精確秤取 2mg 農藥標準品四氯異苯晴(Chlorothalonil)及佈飛松(Profenophos)溶解於正己烷中、大福松(Fonofos)及大利松(Diazinon)溶解於丙酮中，亞滅培(Acetamidrid)溶解於甲醇中及精確秤取 1mg 農藥標準品貝芬替(Carbendazim)溶解於甲醇和丙酮(1:1)中，並將以上溶液定容至 20mL 配製成標準原液，再取適量標準原液稀釋後，添加至 18 g 冬瓜基質中，分別配製成下列 3 組不同濃度之測試樣品：

二、第 I 組：四氯異苯晴 0.100 ppm、佈飛松 0.100ppm、大福松 1.000 ppm、大利松 1.000 ppm、亞滅培 0.500 ppm 及貝芬替 0.500 ppm。

三、第 II 組：四氯異苯晴 0.500ppm、佈飛松 0.500ppm、大福松 0.100 ppm、大利松 0.100 ppm、亞滅培 1.000 ppm 及貝芬替 1.000ppm。

四、第 III 組：四氯異苯晴 1.000 ppm、佈飛松 1.000ppm、大福松 0.500ppm、大利松 0.500ppm、亞滅培 0.100 ppm 及貝芬替 0.100 ppm。

分析方法

樣品測試方法參照衛署食字第 0991904819 號公告修正「食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(三)」及署授食字第 0991900925 號公告修正「食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(四)」進行檢測。

統計方法與結果

一. 以 Robust-Z 值進行統計，評估實驗室間之表現。其判定基準為： $|Z|$ 值 ≤ 2 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意。計算公式為 Robust-Z 值=(測試值-中位數)/常態化四分位全距。

一. 直方圖：以測試實驗室之代碼為橫軸、Z 值為縱軸，依 Z 值大小次序作圖，藉以比較參加測試實驗室間的表現。

二. Youden 圖製作方式為將成對之測試樣品結果，以其中一個樣品之檢測結果為縱軸，同一實驗室之另一個樣品之檢測結果為橫軸得到一個點，再將所有實驗室之結果標示於圖上，以 95%信賴區間下做出橢圓形圖形即為 Youden 圖。

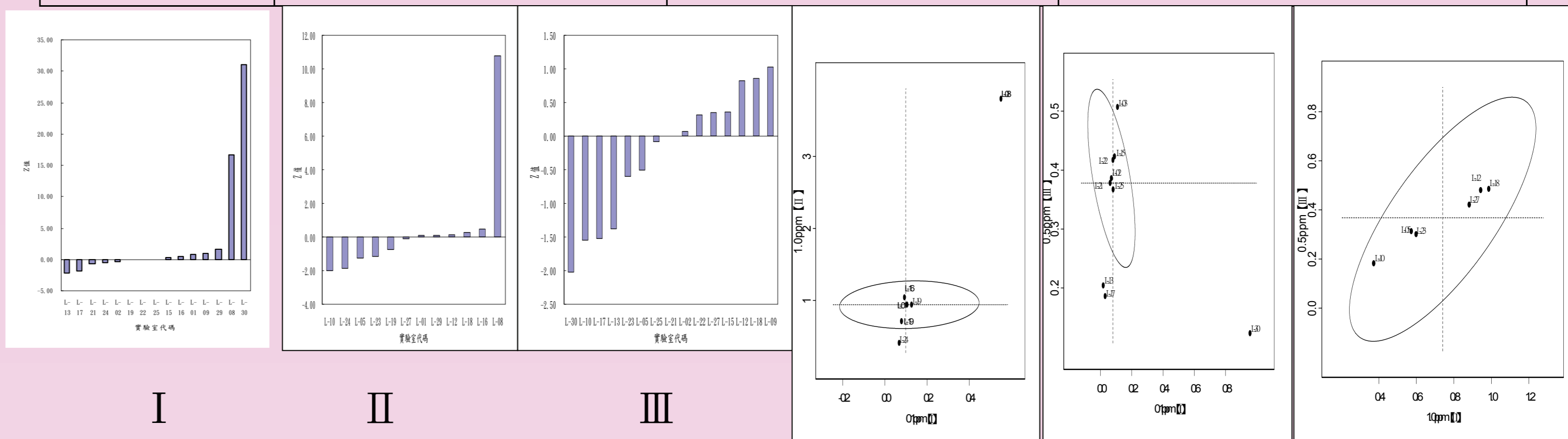
結語

本次辦理蔬果中多重殘留農藥檢驗能力試驗之配製樣品，進行均勻性與穩定性評估。由配製日至貯存 1 天後所得知結果，變異係數皆小於 7.82%，顯示添加之農藥於冬瓜基質中均一性良好；貯存 4 週後變異係數皆小於 6.16%，顯示添加之農藥於冬瓜基質中穩定性良好。

各測試實驗室回覆之分析結果(Robust-Z 值、直方圖、Youden 圖)如下：

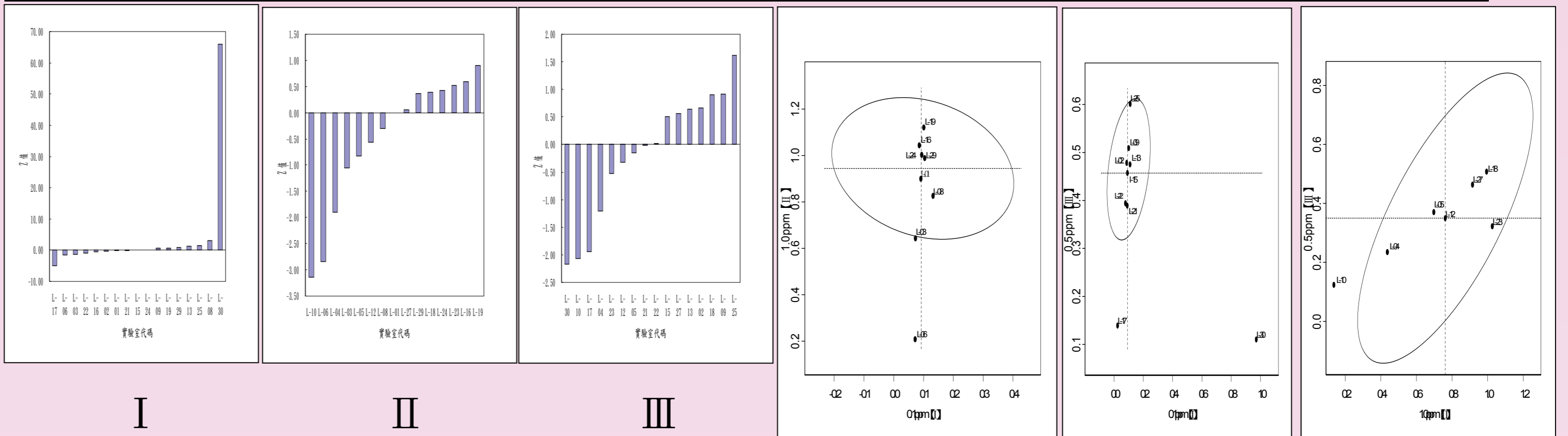
1. 四氯異苯晴：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	未檢出~0.957 ppm	2.24~31.10	66.7%
II	未檢出~3.799ppm	2.01~10.78	81.3%
III	未檢出~0.507 ppm	-2.03~1.03	77.8%



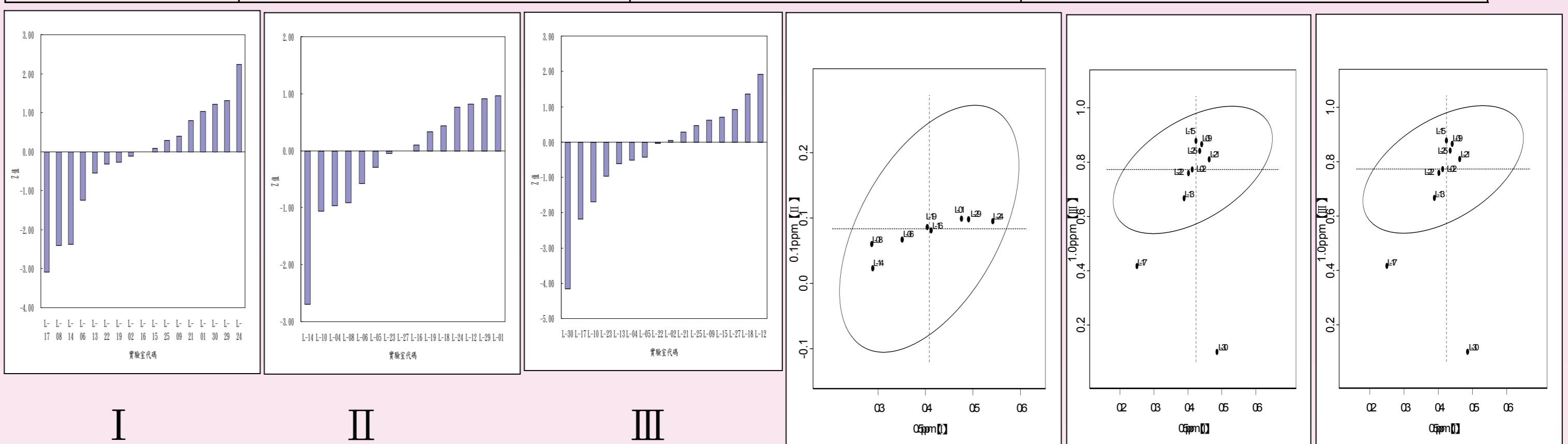
2. 佈飛松：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	未檢出~0.971ppm	5.02~65.88	77.8%
II	未檢出~1.121 ppm	-3.14~0.91	72.2%
III	未檢出~0.601 ppm	-2.17~1.62	77.8%



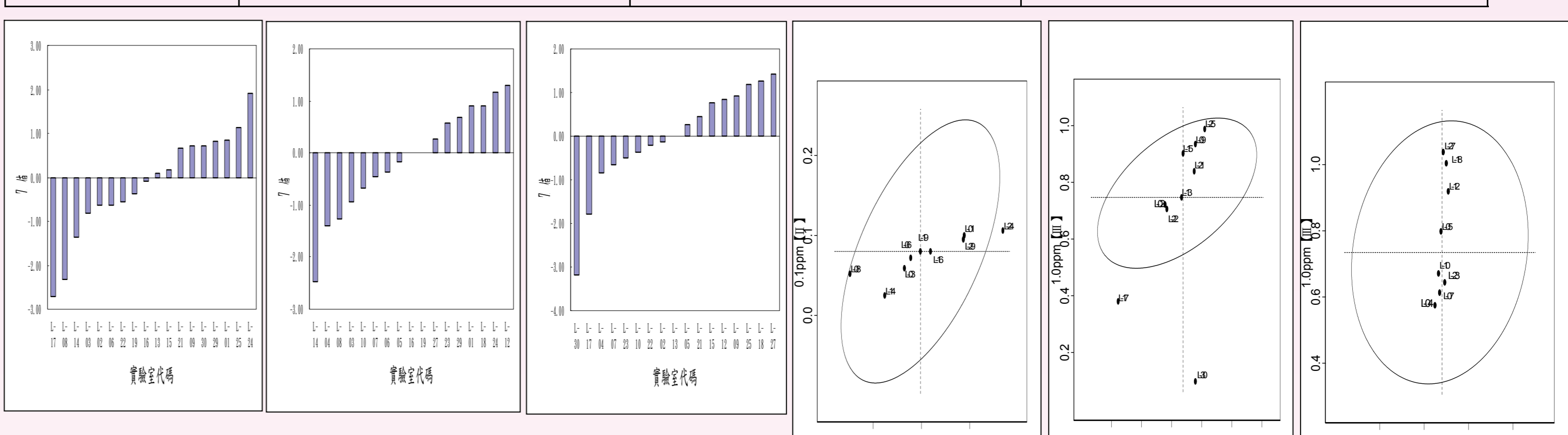
3. 大福松：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	未檢出~0.542 ppm	-3.08~2.24	72.2%
II	未檢出~0.099 ppm	-2.70~0.96	77.8%
III	未檢出~1.074 ppm	-4.16~1.93	77.8%



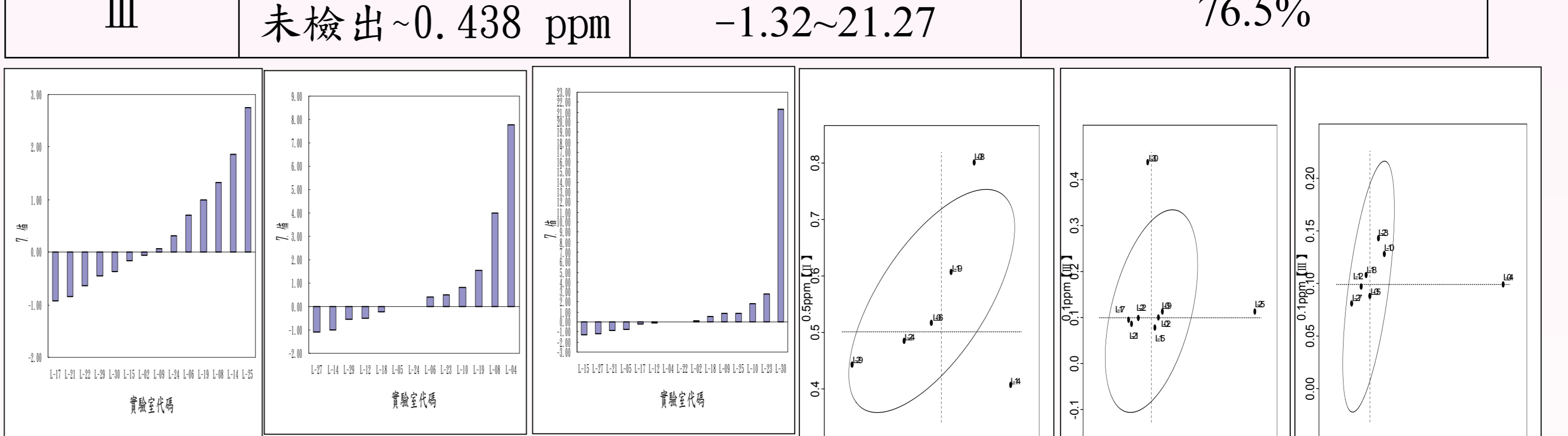
4. 大利松：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	0.222~0.569 ppm	-2.72~1.91	88.9%
II	未檢出~0.109ppm	-2.70~1.3	88.9%
III	未檢出~1.038 ppm	-3.18~1.43	75.0%



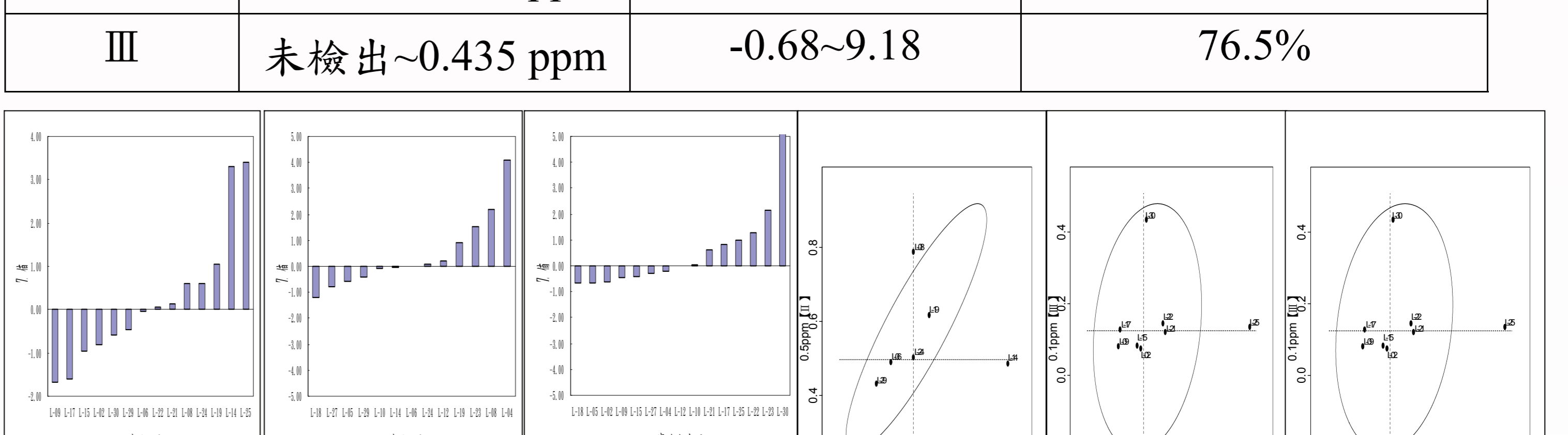
5. 亞滅培：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	未檢出~1.346 ppm	-0.92~2.75	76.5%
II	未檢出~1.101ppm	-1.07~7.77	61.1%
III	未檢出~0.438 ppm	-1.32~21.27	76.5%



6 貝芬替：

組別	結果	Robust-Z 值	滿意之實驗室%
I	未檢出~1.490 ppm	-1.67~3.41	70.6%
II	未檢出~1.050 ppm	-1.21~4.08	61.1%
III	未檢出~0.435 ppm	-0.68~9.18	76.5%



結論

透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對蔬果中殘留農藥之檢驗能力表現良好，也提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

參考文獻

- ISO/IEC Guide 43-1. 1997. Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons- Part 1: Development and Operation of Proficiency Testing Schemes. Switzerland.
- NATA. 2002. Guide to Proficiency Testing. Australia.
- 行政院衛生署食品藥物管理局。2010。能力試驗標準作業程序。