

衛生福利部食品藥物管理署
「檢驗方法溝通平台第 6 次專家會議」
會議紀錄

時間：105 年 11 月 24 日(星期四) 14 時 30 分

地點：衛生福利部食品藥物管理署昆陽大樓 2 樓 A201 會議室

一、主席報告：(略)。

二、報告事項：

貞觀生醫科技股份有限公司進行「食品中殘留農藥檢驗方法-極性農藥及其代謝物多重殘留分析」簡報，資料如附件。

三、簡報內容討論：

(一)關於「食品中殘留農藥檢驗方法-極性農藥及其代謝物多重殘留分析」

1. 參試實驗室包括行政院農業委員會農業藥物毒物試驗所、宜蘭縣政府衛生局、新北市政府衛生局、臺中市政府衛生局、台灣檢驗科技股份有限公司、全國公證檢驗股份有限公司、財團法人中央畜產會技術服務中心及財團法人台北市瑠公農業產銷基金會共 8 間。
2. 比對試驗基質為玉米、黃豆、燕麥及白米共 4 種。
3. 多數實驗室檢量線最低濃度點的 ion ratio 不夠穩定，因此若要通過歐盟的現行規定是有困難的，各參試實驗室補充說明如下：

- (1) 實驗室 A-1：標準品 2.5 ng/mL 之感度及 ion ratio 結果無法呈現穩定狀態，而濃度升高至 5 ng/mL，則感度及 ion ratio 皆符合規範，且波形較佳。若將檢液稀釋倍數減少 10 倍，會因為稀釋倍數不足，基質效應干擾明顯，導致波峰無法顯現，特別是蛋白質含量高的基質。
- (2) 實驗室 B-1：黃豆殘留農藥檢測中，嘉磷塞代謝物 (AMPA) 及益收生長素代謝物 (HEPA) 的基質效應影響較大，AMPA 峰型尚佳但積分面積較小，已進行偵測離子對、電壓、gain factor 之調整，但訊號仍無法提高，推測是儀器感度之限制，當濃度提升訊號改善仍有限，但 ion ratio 相對較穩定。HEPA 峰型不好，甚至定性離子旁有較大的干擾物波峰，若直接將 HEPA 配製於溶劑中，再現性及重複性相對較佳，判斷可能係前處理中基質的干擾，若能移除基質中的油脂或蛋白質，可以排除儀器限制。
- (3) 實驗室 B-2：AMPA 定性離子對 (110>79) 及定量離子對 (110>63) 波峰皆受到基質干擾，HEPA 最低濃度點干擾更厲害。因黃豆之限量標準較高，建議提高稀釋倍數至 40 倍，以降低基質干擾效應。
- (4) 實驗室 C-1：2.5 ng/mL AMPA 之積分面積僅個位數，ion ratio 穩定度不佳，推測是基質干擾。由於此項試驗層析管柱若直接以溶劑進行平衡，造成嚴重波峰拖尾，所以無法提供溶於溶劑之標準品圖譜，需先以檢液進行平衡，才可改善此問題。曾使用菠菜檢液及茶葉檢液(約

- 進樣 30-40 針)效果皆不佳，改以黃豆檢液平衡管柱(約進樣 10 針)，發現可有效改善峰形不佳的問題。
- (5) 實驗室 C-2: AMPA 負離子感度差且峰型不佳，ion ratio 穩定性亦不佳，以茶葉檢液平衡管柱效果不理想，後改以燕麥檢液平衡管柱，效果有改善但穩定性仍稍嫌不佳，推測可能是平衡管柱之進樣次數不足。
 - (6) 實驗室 A-2: AMPA 及固殺草檢量線最低濃度點 ion ratio 不符合規範，固殺草代謝物(NAG)定性離子對(224>136)比較差，Ethephon 定性離子對與方法草案之定性離子對不同，均是造成實驗結果不佳的原因。
 - (7) 實驗室 D-1: 2.5 ng/mL AMPA、抑芽素及嘉磷塞代謝物圖譜皆呈現雜訊狀態。
 - (8) 實驗室 D-2: 2.5 ng/mL 抑芽素之 ion ratio 不佳，此次實驗進樣綠茶檢液 10 針平衡管柱，發現連續使用多日會導致滯留時間不穩定，重新平衡管柱後，效果才有改善。
4. 參試實驗室 2.5 ng/mL 之 AMPA 及 HEPA 之 ion ratio，普遍無法符合標準，判斷是儀器感度不夠，故方法草案 2.8 節「基質匹配檢量線製作」中刪除此最低濃度點，改以 5 ng/mL 替代。另，經討論後方法附註中新增「本檢驗方法之定量極限，嘉磷塞及 AMPA 均為 0.1 ppm，惟檢出 AMPA 0.1 ppm 時，須以標準品添加法計算其含量。」字樣。
5. 部分實驗室試驗發現以綠茶空白檢液平衡層析管柱之分析狀況不盡理想，進樣多次後基線會往上飄移，滯留時間也會受到影響，因此建議可改以黃豆檢液平衡層析管柱。

6. 承 6，擬於方法注意事項中將平衡管柱之「綠茶空白檢液」字樣修正為「均質後綠茶或黃豆檢液」，以改善層析不穩定之狀況。

四、提案討論：

台中市政府衛生局提出 2 項問題：

提案 1：若是以燕麥為基質，用 $4000 \times g$ 5 分鐘的離心條件，很難以濾膜過濾，解決方式是取離心後的檢液 500 μL 至 eppendof，再加去離子水：含 1% 甲酸之甲醇(1:1, v/v)溶液 500 μL 混合後，經 $10000 \times g$ 離心 10 分鐘，再以濾膜過濾。但使用白米當做基質時，則使用檢驗方法之離心條件即可順利過濾，因此建議檢驗方法之離心條件可能需提高至燕麥或其他檢體可順利過濾之離心條件。

提案 2：檢驗方法中，並無提及離心時的溫度，於試驗步驟中萃取液經離心機研磨振盪後之檢液，溫度略為升高，離心溫度是否應控制於 4°C ，避免影響分析，亦或是離心溫度不影響數據？

說明：方法 2.7 節中，檢液調製之離心步驟部分實驗室離心效果不佳，8 間實驗室及研檢組離心條件如下：

單位	離心溫度($^{\circ}\text{C}$)	離心轉速	離心時間(min)	備註
A-1	15	4000 rpm	5	上機前，eppendof 離心 12000 轉。

單位	離心溫度(°C)	離心轉速	離心時間(min)	備註
A-2	4	3500 rpm	10	取 2mL 的濾液以 0.22µm 濾膜過濾。 (同方法草案)
B-1	15	4000 g	-	先以 0.45 µm 濾膜過濾，再以 0.22 um 濾膜過濾。
B-2	15	4000 g	-	-
C-1	15	9000 rpm	-	-
C-2	4	10000 rpm	10	-
D-1	4	4000 rpm	5	-
D-2	4	4000 g	5	燕麥樣品離心轉速調整為 10000 g。
研檢組	15	4000 rpm	5	-

經討論後，方法中不做特別註明，各實驗室可依實際狀況調整。

五、散會：17 時 00 分

