

## 中藥材中有機氯劑農藥殘留檢驗(V)

徐雅慧 陳儀驊 劉芳淑 羅吉方 林哲輝

### 第三組

### 摘 要

中藥材有機氯劑農藥限量標準係中藥品質管制重要規範之一，本計畫以氣相層析儀/電子捕捉偵測器法(GC/ECD)進行枳殼、酸棗仁、木香、金銀花、白朮、薄荷、桑枝、羌活、吳茱萸、砂仁、川棟子、雞血藤、地龍、地榆、大腹皮、廣藿香、前胡、何首烏、龍膽及射干等20種中藥材之aldrin、BHC、chlordane、DDT、dicofol、dieldrin、endosulfan、endrin、fenvalerate、heptachlor、hexachlorobenzene及quintozene等12種有機氯劑農藥殘留量調查。結果顯示，20種中藥材，每種各20件，共400件檢體中，金銀花10件檢出DDT，其殘留量範圍為0.010~0.167 ppm；薄荷3件檢出fenvalerate，其殘留量範圍為0.101~0.340 ppm；地榆1件檢出PCNB，其殘留量為0.006 ppm；其餘均未檢出有機氯劑農藥殘留。本計畫結果已提供行政管理單位，作為制定管制標準之參考依據。

**關鍵詞：**中藥材、有機氯劑農藥殘留、aldrin、BHC、chlordane、DDT、dicofol、dieldrin、endosulfan、endrin、fenvalerate、heptachlor、hexachlorobenzene、quintozene

### 前 言

中藥使用日趨頻繁，但因其來源複雜，且產地、基原、採收期、使用部位、野生種或栽培種、貯藏等因素皆易造成品質良莠不齊，且藥材誤用、重金屬、農藥及微生物污染、缺乏標準等安全問題亦備受矚目<sup>(1-3)</sup>。中藥材產量常供不應求，為防止病蟲害的發生並提高產量，使農藥之使用大為提高。行政院衛生署歷年來公布了一系列禁用之農藥，然有機氯劑農藥毒性大且半衰期長，易殘留於土壤之中，透過食物鏈之蓄積，對人體之健康有極大影響。因此，各國均陸續進行有關中藥材農藥殘留之調查評估<sup>(4-8)</sup>。

國內中藥材大都仰賴進口，因來源分歧，無法由產地掌控藥材之品質。為避免中藥材有機氯劑農藥殘留量過高而影響民眾健康，宜訂定中藥材之有機氯劑農藥殘留量來確保用藥安全。目前

我國已訂定番瀉葉、人參、甘草與黃耆之BHC總量、DDT總量與PCNB分別不得超出0.9 ppm、1.0 ppm及1.0 ppm<sup>(9)</sup>。而世界各國亦均各自訂有農藥殘留之限量標準，例如日本藥局方規定人參等14種中藥材之BHC總量及DDT總量分別不得超出0.2 ppm<sup>(10)</sup>；中國大陸規定甘草及黃耆之BHC總量、DDT總量及PCNB分別不得超出0.2 ppm、0.2 ppm及0.1 ppm<sup>(11)</sup>；香港與美國針對特定中藥材訂定農藥殘留限量標準<sup>(12,13)</sup>；歐盟雖尚無中藥材之限量標準，然其參考歐洲藥典記載有機氯劑農藥殘留一般規範<sup>(14)</sup>。有關各國之限量標準詳列於表一，顯示各國訂定標準之藥材品目不同，有機氯劑農藥之項目、限量亦有差異，故其適用性仍須進一步審慎評估。為訂定我國中藥材有機氯劑農藥殘留限量標準，進行中藥材有機氯劑農藥殘留量調查為首要工作。

本局自93至96年度共完成桂皮等64種中藥

材之有機氯劑農藥殘留檢驗<sup>(15-18)</sup>，97年度選擇枳殼、酸棗仁、木香、金銀花、白朮、薄荷、桑枝、羌活、吳茱萸、砂仁、川棟子、雞血藤、地龍、地榆、大腹皮、廣藿香、前胡、何首烏、龍膽及射干等20品目中藥材各20件共400件檢體，委託財團法人台北市瑠公農業產銷基金會農業檢驗中心利用氣相層析儀/電子捕捉偵測器法(GC/ECD)進行aldrin、BHC ( $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC及 $\delta$ -BHC之和)、chlordane (*cis*-、*trans*-及oxythlordane之和)、DDT (*p,p'*-DDT、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDE及*p,p'*-TDE之和)、dicofol、dieldrin、endosulfan ( $\alpha$ -endosulfan及 $\beta$ -endosulfan之和)、endrin、fenvalerate、heptachlor (heptachlor及heptachlor epoxide之和)、hexachlorobenzene、quintozene (quintozene、pentachloroaniline及methyl pentachlorophenyl sulphide之和)等12種有機氯劑農藥檢測，並以氣相層析質譜儀(GC/MS)再確認。執行期間進行盲樣試驗與實驗室實地查核，來確保檢驗數據之品質。本計畫所得之數據將提供行政管理單位作為制定限量標準之參考依據。

## 材料與方法

### 一、材料

#### (一)檢體

民國97年1月~97年4月間價購枳殼(*Citri Immaturus Fructus*)、酸棗仁(*Ziziphi Spinosa Semen*)、木香(*Aucklandiae Radix*)、金銀花(*Lonicerae Flos*)、白朮(*Atractylodis Macrocephalae Rhizoma*)、薄荷(*Menthae Herba*)、桑枝(*Mori Ramulus*)、羌活(*Notopterygii Rhizoma et Radix*)、吳茱萸(*Evodiae Fructus*)、砂仁(*Amomi Fructus*)、川棟子(*Toosendan Fructus*)、雞血藤(*Spatholobi Caulis*)、地龍(*Pheretma*)、地榆(*Sanguisorbae Radix*)、大腹皮(*Arecae Pericarpium*)、廣藿香(*Pogostemonis Herba*)、前胡(*Peucedani Radix*)、何首烏(*Polygoni Multiflori Radix*)、龍膽(*Gentianae Rhizoma et Radix*)及射干(*Belamcandae Rhizoma*)等20種中藥材，各20

件檢體共400件，逐一確定基原後，試驗前均經粉碎，並過20號篩備用。

#### (二)對照用標準品

aldrin、 $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -BHC、*p,p'*-DDT、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDE、*p,p'*-TDE、hexachlorobenzene、dieldrin、dicofol、endrin、fenvalerate、*cis*-chlordane、*trans*-chlordane、oxythlordane、quintozene、pentachloroaniline、methyl pentachlorophenyl sulphide、heptachlor、heptachlor epoxide、 $\alpha$ -endosulfan及 $\beta$ -endosulfan。

#### (三)試藥

丙酮、正己烷及二氯甲烷採用殘留量級，氯化鈉採試藥特級，無水硫酸鈉採試藥級。

#### (四)裝置與器具

1. 5A濾紙(直徑9 cm及11 cm)、布赫納漏斗、抽氣瓶(500 mL)、稱量瓶、分液漏斗(500 mL)、有蓋玻璃量筒(250 mL)、濾膜(0.45  $\mu$ m，Nylon材質)、圓底瓶(300 mL及500 mL)、矽酸鎂固相萃取匣(500 mg/ 6 mL)。
2. 減壓濃縮裝置。
3. 均質攪拌機。
4. 粉碎機。

#### (五)儀器設備

1. 氣相層析儀附電子捕捉偵測器(GC/ECD) (Varian 3600)。
2. 氣相層析質譜儀(GC/MS) (Agilent 5975)。

## 二、方法

#### (一)乾燥減重<sup>(10,19)</sup>

先將稱量瓶於烘箱內以105°C乾燥1小時，於乾燥器內放冷，精確稱量。取檢體約5 g，置於已知重量之稱量瓶中，精確稱定，於烘箱內以105°C乾燥5小時，於乾燥器內放冷，稱量。繼續以105°C乾燥，每隔1小時稱量一次，直到先後二次之減重相差不超過0.25%為止，由其減失之重量計算檢體乾燥減重百分率。

#### (二)標準品溶液配製

取各有機氯劑農藥標準品約50 mg，精確稱定，置於50 mL容量瓶中，以正己烷溶解並定容之，取此溶液適量，以正己烷稀釋至適當濃度，供作混合標準品溶液。混合標準品溶液濃度範圍，dicofol為0.01~0.2 µg/mL，o,p'-DDT、endosulfan及β-BHC為0.005~2 µg/mL，p,p'-DDT為0.004~0.08 µg/mL，其餘農藥則為0.002~0.04 µg/mL。

### (三) 檢液之配製與測定

#### 1. 萃取：

精確稱取檢體10 g，置入三角燒瓶，加水40 mL混勻，靜置10分鐘，加丙酮100 mL，以均質機均質1分鐘，倒入布赫納漏斗抽氣過濾，以丙酮洗滌濾餅，合併濾液，以丙酮定容至200 mL。取50 mL倒入分液漏斗，加飽和食鹽水10 mL及石油醚50 mL，混勻。再以二氯甲烷50 mL萃取兩次，收集二氯甲烷層，以適量無水硫酸鈉脫水。過濾後濾液於40°C減壓濃縮至無溶劑，殘留物以正己烷10 mL溶解，供淨化用。

#### 2. 淨化：

取供淨化用之溶液注入預先以正己烷10 mL潤濕過之矽酸鎂固相萃取匣，再以正己烷：二氯甲烷(9：1,v/v)溶液10 mL沖提萃取匣，沖提液全部收集至試管中，用氮氣吹乾後以正己烷溶解並定容至1 mL，以GC/ECD偵測之。若有農藥檢出時，再以GC/MS確認之。

### (四) 氣相層析分析條件

#### 1. 氣相層析儀電子捕獲偵測器(GC/ECD)

(1)層析管：DB-608毛細管柱，內徑0.53 mm × 30 m，內膜厚度1.5 µm。

(2)偵測器：ECD-Ni<sup>63</sup>。

(3)分析溫度：

a. 注射器：250°C。

b. 偵測器：300°C。

c. 層析管溫度：起始溫度160°C，持續6 min後，以10°C/min升溫速率至

280°C，持續7.5 min。

(4)注射體積：1 µL。

(5)載行體積：氮氣，15 mL/min。

#### 2. 氣相層析質譜儀(GC/MS)

(1)層析管：DB-5MS毛細管柱，內徑0.25 mm × 30 m，內膜厚度0.5 µm。

(2)分析溫度

a. 注射器：250°C。

b. 偵測器介面溫度：300°C。

c. 層析管溫度：起始溫度70°C，持續2 min後，以25°C/min升溫速率至130°C，再以2°C/min升溫速率至140°C，最後以25°C/min升溫速率至300°C，持續10.2 min。

(3)注射體積：3 µL。

(4)載行體積：氮氣，0.9 mL/min。

#### (五) 定性與定量

##### 1. 定性：

檢體以GC/ECD檢出疑似農藥時，再利用GC/MS進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間、質譜圖及相對離子強度<sup>(20)</sup>鑑別之。

相對離子強度 (% of base peak)	EI-GC-MS 之容許範圍
> 50%	± 10%
> 20% to 50%	± 15%
> 10% to 20%	± 20%
≤ 10%	± 50%

##### 2. 定量：

(1)當待測物定性確認後，以GC/ECD之標準曲線定量。

(2)所得之濃度若超過標準曲線之線性範圍，則以正己烷適當稀釋，使其濃度落於線性範圍內。

(3)依下式計算樣品之濃度：

$$\text{檢體之有機氯劑農藥殘留量}(\mu\text{g/g}) = C \times F \times V / W。$$

C：由標準曲線求得之濃度(µg/mL)

F：稀釋倍數

V：檢體最後定容體積(mL)

W：取樣分析檢體之重量(g)

(4)樣品之農藥殘留量再依檢體乾燥減重百分率換算成乾品之農藥含量。

#### (六)品質管制<sup>(21)</sup>

1. 每品目檢體分析時，均進行查核樣品、空白樣品、空白添加回收、檢體添加回收及重複分析等。
2. 查核樣品：dicofol之濃度為0.1 µg/mL，o, p'-DDT、endosulfan及β-BHC之濃度為0.05 µg/mL，p,p'-DDT之濃度為0.04 µg/mL，其餘農藥為0.02 µg/mL。查核樣品以標準曲線求得濃度，其相對誤差須在管制上下值內。o,p'-DDT之警告上下值分別為106%及75%，管制上下值分別為114%及67%；heptachlor之警告上下值分別為115%及70%，管制上下值分別為127%及59%；其餘農藥之警告上下值分別在118%以下及82%以上，管制上下值分別在125%以下及77%以上。
3. 空白樣品：以水當作樣品，以二、(三)節方法萃取。空白樣品不得檢出農藥，以確保分析流程無污染。
4. 空白添加回收：以水當樣品，添加p,p'-TDE標準品溶液(0.8 µg/mL) 1 mL，依二、(三)節方法萃取。分析後以標準曲線求得濃度，其相對誤差須在管制上下值內。p,p'-TDE空白添加回收之警告上下值分別為114%及91%，管制上下值分別為120%及86%。
5. 檢體添加回收：各品目藥材分別添加p,p'-TDE標準品溶液(0.8 µg/mL) 1 mL，依二、(三)節方法萃取。
6. 重複分析：每品目之20件檢體中，取其中1件檢體進行三重分析，其檢驗結果之變異係數(CV)<sup>(22)</sup>應落在下表之範圍內，否則不符合本局監管之規定，該品目所有檢體應重新檢驗。

檢出量(ppm)	CV容許值(%)
1	± 10
0.1	± 20
0.01	± 50

## 結果與討論

### 一、藥材品項選擇與價購

本計畫檢測中藥材之選擇係依據各國已訂限量標準者、中華中藥典(台灣傳統藥典)已收載、市場使用量、文獻調查含量較高及藥食同源等風險評估因子加權計分，取其最高分之藥材優先列入年度調查之品目。自93至96年已完成桂皮等64種中藥材之檢驗<sup>(15-18)</sup>，97年度檢測枳殼、酸棗仁、木香、金銀花、白朮、薄荷、桑枝、羌活、吳茱萸、砂仁、川棟子、雞血藤、地龍、地榆、大腹皮、廣藿香、前胡、何首烏、龍膽、射干等20種中藥材，各20件共400件檢體。由於中藥廠使用之中藥材直接影響中藥製劑之品質，且中藥材之使用量亦大，因此，本計畫91%之檢體購自中藥廠，而各品目不足20件者，於中藥房購買。

### 二、乾燥減重試驗結果

各國之中藥材有機氯劑殘留限量雖未明定需以乾品計，然由於藥材自身特性、儲存情況迥異，造成各藥材間含水量之差異，為避免因含水量多寡而影響結果含量，故本實驗檢測之結果均換算成藥材乾品之含量。因各檢體含少量或不含揮發性成分，故本實驗以乾燥減重百分率當作藥材之含水量。本次實驗之20種中藥材之乾燥減重結果，其平均百分率範圍為6.48~13.47%。

### 三、檢驗結果之品質管制

本實驗各有機氯農藥對照標準品以各個不同濃度分析，其各標準曲線之相關係數( $r^2$ )均大於0.995(表二)，顯示具良好之線性關係。各種農藥之偵測極限如表二，與各國有機氯劑農藥殘留限量(表一)比較，遠小於限量值。

為確保檢驗數據之準確性，每品目進行檢測時，均進行空白樣品、查核樣品、空白添加回

表一、各國中藥材中有機氯劑農藥殘留限量標準

國家	限量標準 (ppm)	BHC 總量	DDT 總量	PCNB	Aldrin + Dieldrin	BHC (α,β,δ)	γ-BHC	Hexachloro-benzene	Chlordane	Endrin	Heptachlor	Endosulfan	Fenvalerate
台灣 <sup>1</sup>		0.9	1.0	1.0									
大陸 <sup>2</sup>		0.2	0.2	0.1									
日本 <sup>3</sup>		0.2	0.2										
香港 <sup>4</sup>		1.0	1.0	1.0	0.05	0.3	0.6	0.1	0.05	0.05	0.05	0.05	
歐盟 <sup>5</sup> 、美國 <sup>6</sup>		1.0	1.0	1.0	0.05	0.3	0.6	0.1	0.05	0.05	0.05	3.0	1.5

備註：

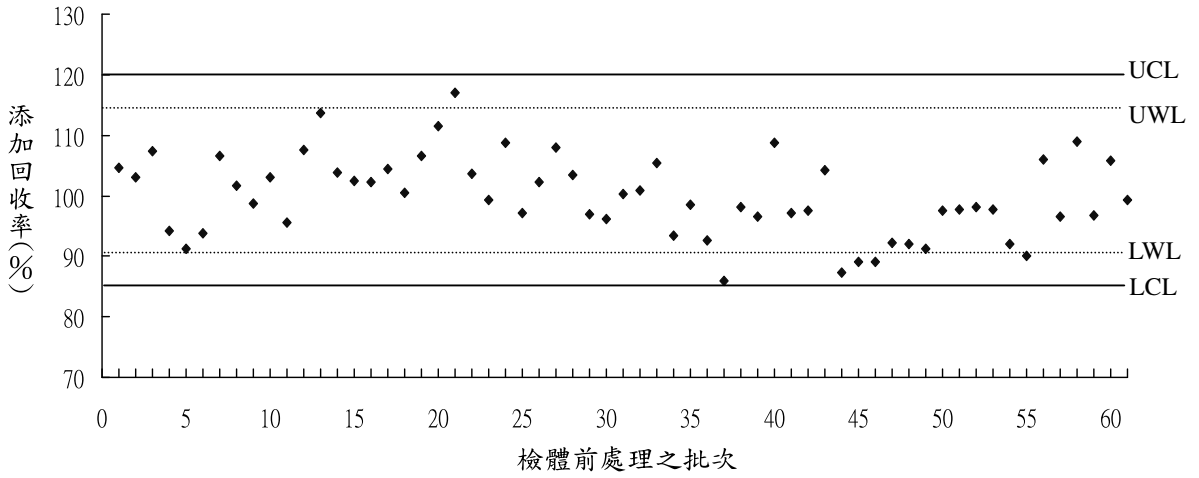
1. 台灣：95.11.10衛生署公告(人參、甘草、黃耆、番瀉葉)
2. 大陸：中華人民共和國藥典2005年版(甘草、黃耆)
3. 日本：日本藥局方15版(番瀉葉、遠志、黃耆、甘草、人參、山茱萸、大棗、牡丹皮、紅參、桂皮、陳皮、細辛、紫蘇葉、枇杷葉)。
4. 香港：香港中藥材標準第一冊(牡丹皮、關黃柏、川黃柏、當歸、黃耆、人參、三七、丹參、澤瀉)
5. 歐盟：歐洲藥典5.0版(蘆薈、枳實、丁香、刺五加、茴香、薑、銀杏葉、人參、甘草、亞麻子、沒藥、鴉片、薄荷葉、大黃、番瀉葉、八角茴香、桂皮、山楂、昆布、益母草)
6. 美國：USP (The United States Pharmacopeia)2004年版(刺五加、薑、銀杏、西洋參、人參、甘草)

表二、12種有機氯劑農藥對照標準品之標準曲線相關係數( $r^2$ )及偵測極限

農藥名稱		$r^2$	偵測極限 (ng/g)
Aldrin		0.9983~1.0000	2
BHC	α-BHC	0.9979~1.0000	2
	β-BHC	0.9970~0.9997	10
	γ-BHC	0.9982~1.0000	2
	δ-BHC	0.9987~1.0000	2
Chlordane	cis-chlordane	0.9984~1.0000	2
	trans-chlordane	0.9986~1.0000	2
	oxythlordane	0.9987~1.0000	4
DDT	p,p'-DDE	0.9990~1.0000	2
	p,p'-TDE	0.9979~1.0000	2
	o,p'-DDT	0.9981~0.9999	5
	p,p'-DDT	0.9958~0.9997	4
Dicofol		0.9954~1.0000	12
Dieldrin		0.9979~1.0000	2
Endosulfan	α-endosulfan	0.9986~0.9999	2
	β-endosulfan	0.9980~0.9999	3
Endrin		0.9978~1.0000	2
Fenvalerate		0.9998	10
Heptachlor	heptachlor	0.9983~0.9999	2
	heptachlor epoxide	0.9969~0.99991	2
Hexachlorobenzene		0.9973~0.9999	2
Quintozene (PCNB)	quintozene (PCNB)	0.9973~0.9998	2
	pentachloroaniline	0.9975~0.9998	2
	methyl pentachlorophenyl sulphide	0.9986~0.9999	2

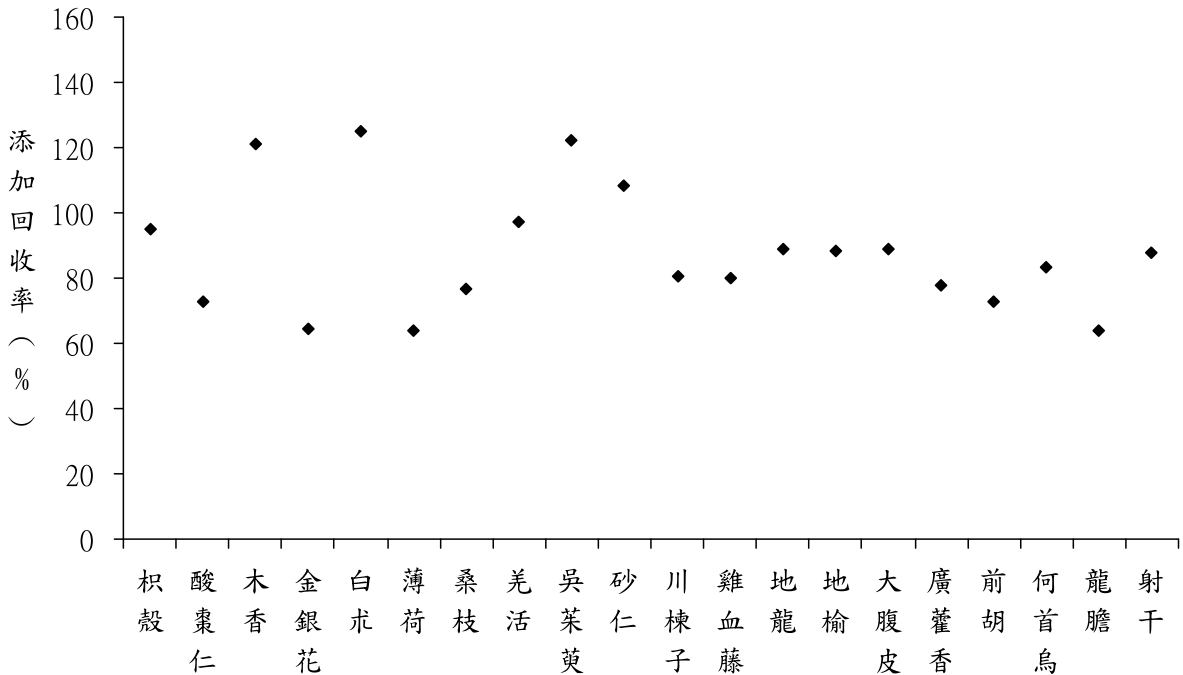
收、檢體添加回收及重複分析。本實驗之空白樣品皆未檢出農藥；各查核樣品之相對誤差值範圍為91~104%，均落於警告上值與警告下值間。20品目400件藥材共分61批次進行樣品前處理，每批次均執行空白添加回收，以了解並管制各批次、不同檢體前處理人員間之操作誤差，結果顯示空白添加回收率範圍為86~117%，均落於管制上值與管制下值間(圖一)。檢體添加回收率會因藥材基質與農藥種類而有不同，其回收率範圍為64~

中藥材中有機氯劑農藥殘留檢驗(V)



圖一、空白添加 p,p'-TDE 之回收率管制圖

- UCL：管制上值 (upper control limit)
- UWL：警告上值 (upper warning limit)
- LWL：警告下值 (low warning limit)
- LCL：管制下值 (low control limit)



圖二、20 種中藥材中添加 p,p'-TDE 之回收

125%(圖二)。重複分析之檢體為隨機取樣，故本計畫之20種藥材中，僅薄荷藥材之重複分析檢體檢出有機氯劑農藥殘留，該檢體檢出fenvalerate，

其殘留量範圍為0.10~0.34 ppm，CV值為4%(該濃度之CV容許值為20%)。上述結果顯示執行單位之實驗室品質管制符合品管要求。

表三、金銀花、地榆及薄荷之有機氯劑農藥殘留量及其檢出率

檢體	農藥		PCNB		Fenvalerate	
	檢出範圍 (ppm)	檢出率 (%)	檢出範圍 (ppm)	檢出率 (%)	檢出範圍 (ppm)	檢出率 (%)
金銀花	N.D.~0.167	50	N.D.	0	N.D.	0
薄荷	N.D.	0	N.D.	0	N.D.~0.340	15
地榆	N.D.	0	N.D.~0.006	5	N.D.	0

備註：

1. 未列於表中之農藥表示未檢出
2. 檢出量均以乾品計

除上述之品質管制外，本局於委託檢驗期間，除購買混合標準品溶液進行2次盲樣試驗外；亦配合實驗室之實地查核，以確保符合品保要求。盲樣試驗檢體乃購自NIST (national institute of standards and technology)之參考標準物質 (standard reference material, SRM)，內含溶於正己烷之 $\gamma$ -BHC、*o,p'*-DDE、*p,p'*-DDE、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、*p,p'*-DDD、mirex、dieldrin、*cis*-chlordane、hexachlorobenzene、heptachlor、heptachlor epoxide。執行單位之測試結果與SRM標示量相比，其檢出量為標示量之91~119%，顯示執行單位之分析具良好之準確度。另實驗室實地查核依數據品質、人員組織、樣品管制作業、儀器設備校正程序、檢測數據驗算、報告程序及品質管制程序等項目進行查核，結果顯示執行單位均符合本局品保品管要求。

#### 四、中藥材中有機氯劑農藥殘留量檢測結果

枳殼等20種中藥材各20件共計400件檢體中，金銀花10件檢出*p,p'*-DDE，薄荷3件檢出fenvalerate，地榆1件檢出pentachloroaniline(表三)，其餘藥材如枳殼、酸棗仁、木香、白朮、桑枝、羌活、吳茱萸、砂仁、川棟子、雞血藤、地龍、大腹皮、廣藿香、前胡、何首烏、龍膽及射干等均未檢出有機氯劑農藥殘留。

我國尚未訂定枳殼等20種中藥材之限量標準，在本次20件薄荷檢體中，3件檢出fenvalerate，其殘留量為0.101~0.340 ppm，依歐洲藥典規範薄荷之fenvalerate不得超過1.5 ppm，上

述3件薄荷被檢出fenvalerate之殘留量，均未超出該限量。

金銀花10件檢體檢出*p,p'*-DDE (屬DDT類)，其殘留量範圍為0.010~0.167 ppm。依照大陸藥典及日本藥局方規定之DDT總量限量為0.2 ppm；歐洲藥典、美國藥典及行政院衛生署公告規定DDT總量限量皆為1 ppm，本次檢出*p,p'*-DDE之10件金銀花檢體，均未超出上述限量。

地榆1件檢體檢出pentachloroaniline (屬PCNB類)，其殘留量為0.006 ppm，依照我國、歐盟、美國及香港之PCNB限量為1 ppm，另大陸之PCNB限量為0.1 ppm，本次檢出pentachloroaniline之地榆1件檢體，未超出各國限量。

以藥材之檢出率(表三)比較，金銀花檢出率50%最高，依次為薄荷15%，地榆5%，其餘中藥材均未檢出。另12種有機氯劑農藥中，DDT類檢出率最高，aldrin、BHC、chlordane、dicofol、dieldrin、endosulfan、endrin、heptachlor及hexachlorobenzene則均未檢出。

本計畫400件檢體來自25家中藥廠及7家中藥房，依據中藥廠及中藥房提供之產地資料進行分析，本次實驗所購藥材之來源，同種藥材間有2~3個產地，惟產地與藥材之有機氯劑農藥殘留似乎並無直接相關。

#### 結 論

本計畫之20種中藥材各20件共計400件檢體中，金銀花10件檢出DDT，其殘留量範圍為0.010~0.167 ppm；薄荷3件檢出fenvalerate，其殘留量範圍為0.101~0.340 ppm；地榆1件檢出

PCNB，其殘留量為0.006 ppm。其餘中藥材枳殼、酸棗仁、木香、白朮、桑枝、羌活、吳茱萸、砂仁、川棟子、雞血藤、地龍、大腹皮、廣藿香、前胡、何首烏、龍膽及射干等均未檢出有機氯劑農藥殘留。本計畫結果提供行政管理單位作為制定管制標準之參考依據。

### 參考文獻

- Huxtable, R. J. 1990. The harmful potential of herbal and other plant products. *Drug Saf.* 5 Suppl. 1: 126-136.
- Drew, A. K. and Myers, S. P. 1997. Safety issues in herbal medicine: implications for the health professions. *Med. J. Aust.* 166 (19): 538-541.
- Chan, Y. K. and Critchley, J. A. 1996. Usage and adverse effects of Chinese herbal medicines. *Hum. Exp. Toxicol.* 15: 5-12.
- Ling, Y. C., Teng, H. C. and Cartwright, C. 1999. Supercritical fluid extraction and clean-up of organochlorine pesticides in Chinese herbal medicine. *J. Chromatogr. A* 835(1-2): 145-157.
- Leung, K. S., Chan, K., Chan, C. L. and Lu, G. H. 2005. Systematic evaluation of organochlorine pesticide residues in Chinese materia medica. *Phytother. Res.* 19(6): 514-518.
- Huang, H. 2001. Determination of residues of organic chloride pesticide in Chinese medicinal materials with capillary gas chromatography. *Zhong Yao Cai* 24(4): 239-241.
- Chen, J. M., Zhang, S. M. and Liu, H. L. 2000. Study on the determination of organochlorine pesticide residue and its maximum residue limits in traditional Chinese medicines. *Chin. Pharm. J.* 35(2): 79-82.
- Han, G., Chen, T. and Dai, J. 1996. Quantitative analysis of organochlorine pesticide residues in Chinese drugs. *Zhongguo Zhong Yao Za Zhi* 21(10): 591-594.
- 行政院衛生署。2006。中藥材污穢物質限量 95.11.10 署授藥字第0950003346 號公告。
- The Society of Japanese Pharmacopoeia. 2006. *The Pharmacopoeia of Japan Fifteenth Edition*. 廣川書店，東京。
- 國家藥典委員會。2005。中華人民共和國藥典。化學工廠出版社，北京。
- Department of Health Hong Kong Special Administrative Region. 2005. *Hong Kong Chinese Materia Medica Standard* volume 1. Hong Kong.
- United States Pharmacopeia Convention, Inc. 2004. *The United States Pharmacopeia Twenty-seventh Revision, The National Formulary Twenty-second Edition*. Rockville, MD, U.S.A.
- The Council of Europe. 2005. *European Pharmacopoeia of Fifth Edition* volume 1, p.219. France.
- 賴齡、劉芳淑、徐雅慧、游佼玲、蕭碩宏、羅吉方、林哲輝。2006。中藥材中有機氯劑農藥殘留檢驗(I)。藥物食品檢驗局調查研究年報，24: 257-264。
- 賴齡、秦玲、陳儀驊、羅吉方、林哲輝。2006。中藥材及含人參製劑中有機氯劑農藥殘留檢驗(II)。藥物食品檢驗局調查研究年報，24: 265-273。
- 徐雅慧、陳儀驊、羅吉方、林哲輝。2007。中藥材中有機氯劑農藥殘留檢驗。藥物食品檢驗局調查研究年報，25: 119-126。
- 徐雅慧、陳儀驊、劉芳淑、羅吉方、林哲輝。2008。中藥材中有機氯劑農藥殘留檢驗(IV)。藥物食品檢驗局調查研究年報，26: 102-111。
- 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組。2004。中華中藥典第一版。行政院衛生署，台北。
- Quality control procedures for pesticide residues analysis (Document N<sup>o</sup> SANCO/10232/2006)
- 行政院環境保護署環境檢驗所。環境檢驗室品質管制圖建立指引(NIEA-PA105)。
- Gunther, F. A. 1980. Interpreting pesticide residue data at the analytical level. *Res. Rev.* 76: 155-170.

# Survey on Organochlorine Pesticide Residues in Raw Materials of Traditional Chinese Medicine (V)

YA-HUI HSU, YI-HUA CHEN, FANG-SU LIU, CHI-FANG LO AND  
JER-HUEI LIN

Pharmacognosy Division

## ABSTRACT

The evaluation of organochlorine pesticides in raw materials of traditional Chinese medicine (TCM) is essential to the quality control of TCM. In this study, the contents of organochlorine pesticides in 20 raw materials of TCM, including Citri Immaturus Fructus, Ziziphi Spinosae Semen, Aucklandiae Radix, Lonicerae Flos, Atractylodis Macrocephalae Rhizoma, Menthae Herba, Mori Ramulus, Notopterygii Rhizoma et Radix, Evodiae Fructus, Amomi Fructus, Toosendan Fructus, Spatholobi Caulis, Pheretma, Sanguisorbae Radix, Arecae Pericarpium, Pogostemonis Herba, Peucedani Radix, Polygoni Multiflori Radix, Gentianae Rhizoma et Radix, and Belamcandae Rhizoma, were investigated. For each raw material of TCM, the residues of 12 organochlorine pesticides, such as aldrin, BHC, chlordane, DDT, dicofol, dieldrin, endosulfan, endrin, fenvalerate, heptachlor, hexachlorobenzene, and quintozene, were analyzed by GC/ECD and confirmed by GC/MS. Twenty samples per each raw material of TCM were tested. The result showed that 10 samples of Lonicerae Flos were detected to contain DDT of concentration ranging 0.010~0.167 ppm, 3 samples of Menthae Herba contained fenvalerate of 0.101~0.340 ppm and one of Sanguisorbae Radix contained PCNB of 0.006 ppm. The results of this study could be used as the references for the regulatory authority.

**Key words:** traditional Chinese medicine, organochlorine pesticide, aldrin, BHC, chlordane, DDT, dicofol, dieldrin, endosulfan, endrin, fenvalerate, heptachlor, hexachlorobenzene, quintozene