

100 年度食品中防腐劑之能力試驗

蔣青蓉 李盈霖 周玉鳳 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 年食品中防腐劑之檢測能力試驗。本實驗以未添加防腐劑之市售醬油為基質，並將配製之檢體送至全國參與本能力試驗計畫之 45 家實驗室執行實驗室間比對，包括 18 縣市衛生局及 27 家民間實驗室。測試結果以 Robust-Z 值進行統計，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 36 家，佔 80.0%，「不滿意」有 9 家實驗室，佔 20.0%。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食品中防腐劑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

本試驗由行政院衛生署食品藥物管理局委託本局辦理 100 年食品中防腐劑之檢測能力試驗，藉以評估參與實驗室之食品中防腐劑之檢驗能力。

材料與方法

一、試驗特性及設計

(一) 本試驗以醬油為基質，每瓶測試樣品內含 2 種防腐劑(苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯)，每種防腐劑含高、中及低濃度，並將其分為 3 組，且每間實驗室會隨機分配到 2 組測試樣品。參與實驗室會收到 2 瓶測試樣品及 1 瓶空白樣品，樣品編號以隨機編碼分配，並隨測試樣品附上說明書及紀錄表。

(二) 參與本能力試驗計畫實驗室之安排，以實驗室位處地點為區隔方式，以北、中、南區域交錯方式隨機分配次序，各實驗室均以代碼表示，對外一律保密，且實驗室會個別接到能力試驗總體表現報告。

二、樣品配製及運送

(一) 樣品之配製

1. 以醬油為基質，分別配製成下列 3 種不同濃度之測試樣品：

(1) 測試樣品 I：分別稱取苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯 0.6 g 及 1.2 g，以 0.1N 氫氧化鈉及甲醇溶解後，加入定容瓶中，再以純水：醬油(1：3)混合定容至 6000 mL，作為測試樣品 I。

(2) 測試樣品 II：分別稱取苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯 1.2 g 及 1.8 g，以 0.1N 氫氧化鈉及甲醇溶解後，加入定容瓶中，再以純水：醬油(1：3)混合定容至 6000 mL，作為測試樣品 II。

(3) 測試樣品 III：分別稱取苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯 1.8 g 及 0.6 g，以 0.1N 氫氧化鈉及甲醇溶解後，加入定容瓶中，再以純水：醬油(1：3)混合定容至 6000 mL，作為測試樣品 III。

2. 樣品均一性及穩定性評估

樣品配製完畢，由配製日起貯存 1 天、1 週、2 週及 4 週，評估其均一性及穩定性，以變異係數 10% 為合格標準。

(二) 運送

隨機取樣 2 個不同編號之樣品，並附能力試驗說明書、能力試驗紀錄表及樣品領收回函表，由宅急便低溫冷藏運送方式統一配送至各實驗室。實驗室收到樣品時，應立即置於冰箱冷藏，開封後須立即進行測試。

三、測試方法

樣品測試方法依據 98.08.13 衛署食字第 0981800288 號公告指定「CNS 10949N6190 食品中防腐劑之檢驗方法」。

四、統計方法與結果呈現

有關本次辦理食品中防腐劑檢驗分析能力試驗，本次除以 Robust-Z 進行判定外，其結果為應注意或不滿意者再參考美國 FDA "RECOMMENDATIONS FOR SUBMISSION OF CHEMICAL AND TECHNOLOGICAL DATA FOR DIRECT FOOD ADDITIVE PETITIONS" 資料，以回收率進行判定，測試結果介於添加值之 80~110% 範圍內者判定為「滿意」；介於 70~80% 或 110~120% 範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。各項防腐劑判定標準係以 Robust-Z 或回收率擇優者為評定結果。

(一) 以 Robust-Z 值進行統計，評估實驗室間之表現。其判定基準為： $|Z| \leq 2$ 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。註：名詞解釋及計算公式

1. 中位數(Median)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於 1/2 處之值。
2. 低四分位數(Q1)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於 1/4 處之值。
3. 高四分位數(Q3)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於 3/4 處之值。
4. 四分位全距(IQR)：Q3-Q1。
5. 常態化四分位全距(nIQR)：IQR×0.7413。
6. 變異係數(CV, %)：(標準差/平均值)×100。

(二) 以回收率進行統計

回收率 = 測試結果 / 添加值 × 100%。

1. 介於 80~110% 為「滿意」。
2. 介於 70~80% 或 110~120% 為「應注意」。
3. 低於 70% 或高於 120% 為「不滿意」。

(三) Youden 圖

製作方式為同一實驗室之 2 組測試樣品結果，以其中一個樣品之測試結果為縱軸，另一個樣品之測試結果為橫軸，得到一個點，再將所有實驗室之測試結果標示於圖上，以 95% 信賴區間做出橢圓圖形即為 Youden 圖，位於橢圓圖形外之實驗室，其可能存在系統或隨機誤差。

結果與討論

本次辦理食品中防腐劑檢驗分析能力試驗，共有 45 個實驗室參加，本試驗以醬油為基質，添加三種不同濃度之防腐劑-苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯，每個實驗室收到 2 瓶測試樣品及 1 瓶空白樣品。樣品配製完畢，進行均一性與穩定性評估，如表一及表二。由配製日至貯存 1 天後，3 重複之測試結果，其變異係數皆小於 0.44%，顯示添加之防腐劑-苯甲酸及對羥苯甲酸乙酯於醬油基質中均一性良好，而貯存 3 週後變異係數皆小於 1.35%，顯示添加之防腐劑在醬油基質中穩定性良好。

各實驗室之測試結果如下：

(一) 苯甲酸

(1) 測試樣品 I：測試結果介於 0.091~0.114 g/kg，Robust-Z 值介於 -1.75~4.00，其中實驗室代碼 24、30 及 32 再以回收率進行判定後仍為應注意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔 89.7%。

(2) 測試樣品 II：測試結果介於 0.147~0.229 g/kg，Robust-Z 值介於 -9.40~7.00，其中實驗室代碼 02 及 32 再以回收率進行判定後仍為應注意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔 93.3%。

(3) 測試樣品 III：測試結果介於 0.216~0.386 g/kg，Robust-Z 值介於 -8.56~10.33，其中實驗室代碼 02、24 及 30 再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔 90.3%。

(二) 對羥苯甲酸乙酯

(1) 測試樣品 I：測試結果介於未檢出~0.211 g/kg，Robust-Z 值介於未檢出~4.00，其中實驗室代碼 08 再以回收率進行判定後仍為不滿意，以及實驗室代碼 16、24、29、30 及 32 未檢出本項測試為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔 79.3%。

(2) 測試樣品 II：測試結果介於未檢出~0.306 g/kg，Robust-Z 值介於未檢出~2.14，其中實驗室代碼 02 再以回收率進行判定後仍為不滿意，以及實驗室代碼 29、32、38 及 42 未檢出本項測試為不滿意外，滿意之實驗室佔 83.3%。

(3) 測試樣品 III：測試結果介於未檢出~0.108 g/kg，Robust-Z 值介於未檢出~3.00，其中實驗室代碼 02 及 08 再以回收率進行判定後仍為不滿意，以及實驗室代碼 16、24、30、38 及 42 未參與本項測試為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔 77.4%。

綜合以上，本次測試樣品中各防腐劑測試結果之摘要統計表及評定統計表如表三及表四，其中評列為「滿意」之實驗室佔 80.0%。

以 Youden 圖分析如圖一及圖二，各實驗室之 2 種防腐劑成對測試結果，位於橢圓圖形外之實驗室，顯示其可能存在系統或隨機誤差，應予以注意。

表一、測試樣品之均一性測試結果

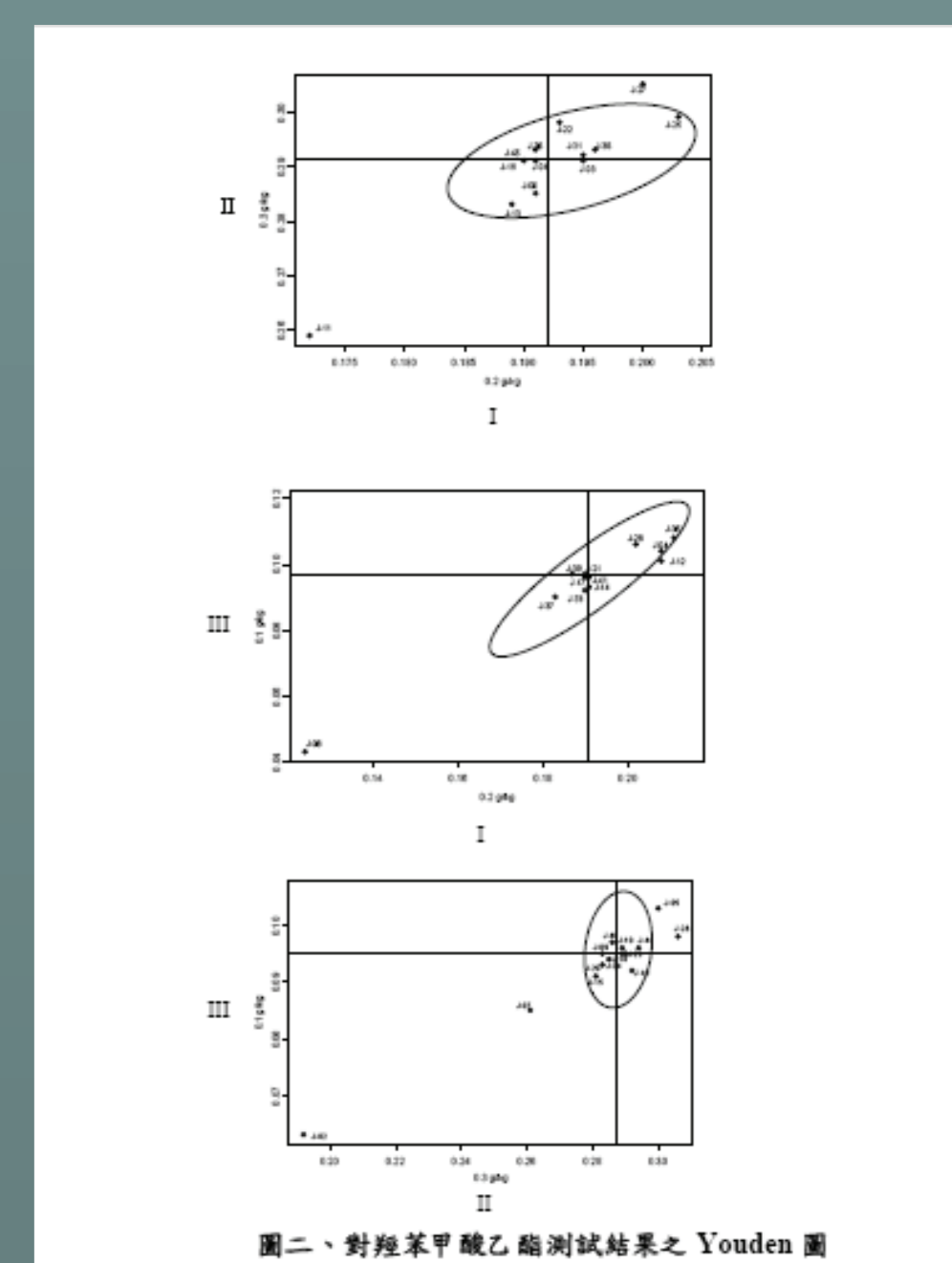
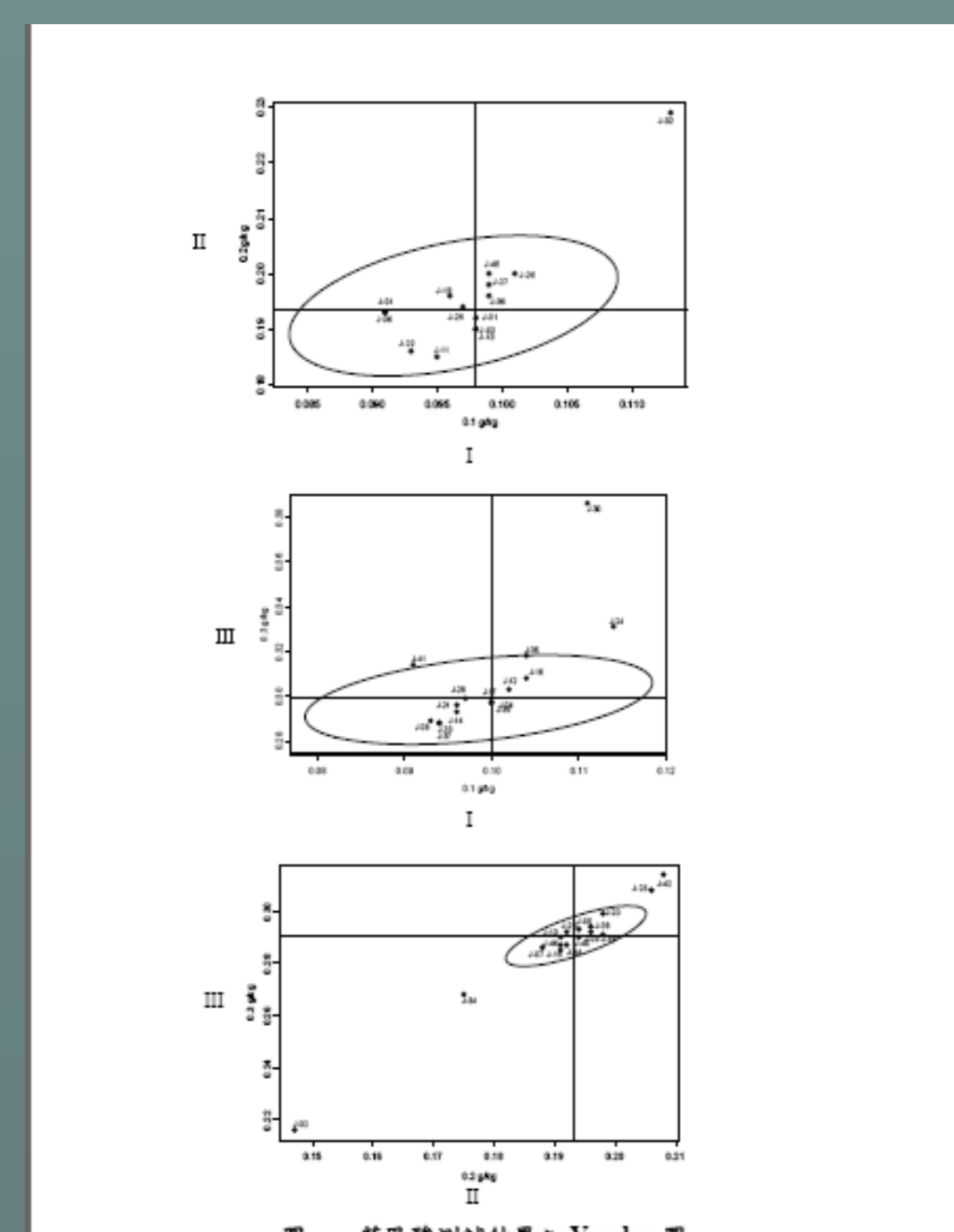
樣品	防腐劑 (單位: g/kg)					
	樣品	回收率	標準差	變異係數	Robust-Z	判定
I	0.094	0.103	0.130	0.267	0.254	0.992
	0.093	0.100	0.109	0.263	0.254	0.992
	0.093	0.106	0.150	0.254	0.257	0.992
Mean	0.093	0.107	0.150	0.254	0.254	0.992
SD	0.004	0.008	0.004	0.011	0.004	0.000
CV%	0.44	0.44	0.21	0.38	0.14	0.00

表二、測試樣品之穩定性測試結果

樣品	防腐劑					
	樣品	回收率	標準差	變異係數	Robust-Z	判定
I	0.093	0.100	0.130	0.267	0.254	0.992
	0.092	0.104	0.109	0.263	0.254	0.992
	0.093	0.100	0.107	0.262	0.253	0.992
II	0.150	0.158	0.156	0.254	0.253	0.992
	0.150	0.157	0.152	0.273	0.276	0.992
	0.150	0.157	0.150	0.262	0.254	0.992
III	0.092	0.106	0.109	0.254	0.254	0.992
	0.093	0.107	0.109	0.253	0.258	0.992
	0.093	0.107	0.109	0.252	0.253	0.992
Mean	0.092	0.107	0.109	0.257	0.257	0.992
	0.092	0.107	0.109	0.256	0.253	0.992
	0.092	0.107	0.109	0.256	0.253	0.992
CV%	0.17	0.17	0.17	0.18	0.19	0.17

防腐劑	單位	最小值	最大值
苯甲酸	g/kg	0.091	0.114
對羥苯甲酸乙酯	g/kg	0.047	0.230
空白	g/kg	0.000	0.000

防腐劑	單位	回收率	CV%
苯甲酸	g/kg	100.0	0.44
對羥苯甲酸乙酯	g/kg	100.0	0.44
空白	g/kg	100.0	0.00



結論

本次防腐劑測試結果評列為「滿意」之實驗室佔 80.0%。透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對食品中防腐劑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

1. ISO/IEC. 2010. Conformity assessment-General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043.
2. NATA. 2002. Guide to Proficiency Testing Australia.