

行政院衛生署食品藥物管理局 食品化學檢驗方法之確效規範

一、引言

實驗室使用修飾之衛生署公告方法、衛生署公布之參考方法或其他國際認可方法，以執行食品衛生相關檢驗，為證實檢驗方法之適用性及分析結果之正確性，該檢驗方法需經確效（validation）後使用。本確效規範係作為實驗室執行方法確效之評估依據。

二、對象

採用儀器分析之定量方法。

三、名詞定義

- (一) 適用範圍（scope）：使用該檢驗方法分析樣品中之待測物，於濃度（或量）上限與下限之間距，其檢驗結果具有適當的準確度、精密度及線性關係。
- (二) 專一性（specificity）：該檢驗方法於基質或其他可能物質存在下，能明確評估待測物之能力。
- (三) 線性（linearity）：指在待測物的一定濃度（或量）範圍內，由該檢驗方法分析樣品所得之儀器感應值與待測物濃度（或量）成正比的能力。
- (四) 準確度（accuracy）：顯現所檢測出來的值與一公認真值或一公認對照值間之接近程度。
- (五) 精密度（precision）：顯現自同一均質樣品多重取樣，於規定條件下所得到的一系列檢測值間之接近程度。
- (六) 定量極限（limit of quantification, LOQ）：樣品中待測物可被定量測出的最低量，且測定結果具有適當的準確度與精密度。

四、執行方法

(一) 適用範圍

檢驗方法適用不同類別檢體，應就各類檢體選出至少一種代表性基質進行檢驗方法確效。

(二) 專一性

以含類似樣品基質之空白樣品進行試驗，若無空白樣品，則執行試劑空白試驗。依檢驗方法步驟進行空白樣品或試劑空白試驗，需無干擾待測物現象，必要時添加可能之干擾物質以測試方法之專一性。

(三) 檢量線

應描述檢量線之數學方程式及線性範圍，一般至少包括5種不同濃度（不包括空白），線性回歸方程式之相關係數不應低於0.99。檢液中待測物濃度應在檢量線之線性範圍內。

(四) 準確度

1. 將適量之待測物標準品添加於類似樣品基質之空白樣品中，計算其回收率

(%)。添加量包括定量極限及定量極限 2~10 倍（或待測物之管制值）至少 2 種濃度，依檢驗方法分析步驟，各進行 5 重複之檢測。

2. 依樣品所含待測物之濃度，其回收率(%)規範如下表：

濃度範圍(ppb)	回收率(%)
>1000	80 ~ 120
>100-1000	75 ~ 120
>10-100	70 ~ 120
>1-10	60 ~ 120
≤1	50 ~ 120

(五) 精密度

1. 精密度之評估包括重複性(repeatability)、中間精密度(intermediate precision)及再現性(reproducibility)，依必要性選擇執行。

(1) 重複性

重複性係以同一實驗室於同一批次執行該檢驗方法，所得之結果予以評估。

(2) 中間精密度

中間精密度代表實驗室內精密度，係以同一實驗室執行該檢驗方法，於不同分析日期、分析人員、分析設備等，所得之結果予以評估。

(3) 再現性

再現性代表實驗室間精密度，係以不同實驗室執行該檢驗方法，所得之結果予以評估。

2. 將適量之待測物標準品添加於類似樣品基質之空白樣品中，或選取合適濃度之驗證參考物質（certified reference material, CRM）進行 5 重複之檢測。添加量包括定量極限及定量極限 2~10 倍（或待測物之管制值）至少 2 種濃度，依檢驗方法分析步驟，各進行 5 重複之檢測。

依樣品所含待測物之濃度，其變異係數(CV, %)規範如下表：

濃度範圍(ppb)	變異係數(CV, %)		
	重複性	中間精密度	再現性
>1000	10	14	16
>100-1000	15	18	23
>10-100	20	22	32
>1-10	30	32	45
≤1	35	36	53

(六) 定量極限

定量時能有適當準確度與精密度之最低濃度（或量）。可採以下方法：

1. 量測適當數目（ $n \geq 7$ ）的空白樣品或低濃度樣品（約偵測極限^(註)之 1-5 倍）

之感應值，再計算其感應值之標準差(s)。

$$LOQ = 10 s/m$$

m：檢量線之斜率

註：偵測極限為待測物可和分析儀器訊號值區別之最低量

2. 訊號/雜訊比(signal/noise ratio, S/N ratio)

含有已知量待測物之低濃度樣品，經前處理後層析圖中待測物波峰之訊號/雜訊比 ≥ 10 。

3. 評估含有已知量待測物之低濃度樣品，其回收率及重複性符合要求。

附註：

1. 本確效規範係通則，經研訂有特定檢驗品項之確效規範，則以該特定檢驗品項之確效規範為準。
2. 多重殘留分析方法或氣體分析等困難度較大之分析品項，其回收率容許範圍可適度擴大，惟其重複性需良好。
3. 檢驗方法應用之檢體濃度遠大於方法推估之定量極限時，則無需評估方法之定量極限。