

100年度肉製品中亞硝酸鹽檢驗之能力試驗

江爾雲 白美娟 李婉嬭 李明鑫 陳惠芳

食品藥物管理局風險管理組

摘要

100年度舉辦實驗室對於肉製品中亞硝酸鹽檢驗能力試驗，測試樣品係以肉鬆為基質，參與測試之實驗室有31家，包括14縣市衛生局及17家民間實驗室。

測試結果以Robust-Z值為判定標準， $|Z|$ 值 ≤ 2 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意。評列為「滿意」有26家，佔83.9%，「應注意」有1家，佔3.2%，「不滿意」有4家實驗室，佔12.9%。對於部分評列為「不滿意」之實驗室，請實驗室自行矯正。透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對亞硝酸鹽之檢驗能力表現大致良好，也提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，可作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

關鍵詞：能力試驗、肉鬆、亞硝酸鹽

前言

亞硝酸鹽常作為肉類食品的保色劑，因可與肉品中的肌紅素結合而使其更加安定，故在肉品加工時，適量使用並搭配食鹽來醃漬肉類，可用來保持肉品顏色及防止肉品腐敗，特別是肉毒桿菌的生長，以避免發生肉毒桿菌毒素中毒⁽¹⁾。

含硝酸鹽之食物，經腸胃道細菌代謝後會產生亞硝酸鹽，並形成亞硝胺化合物；另含亞硝酸鹽之食物若與含胺類食物同時進食，則會增加亞硝酸鹽在腸胃道之濃度，增加亞硝胺生成⁽²⁾，此物質經動物實驗已確認具有致癌性，並有致畸胎和致突變作用⁽³⁻⁴⁾，依據聯合國糧農組織/世界衛生組織聯合食品添加物專家委員會(Joint FAO/WHO Experts Committee on Food Additives, JECFA)規定，亞硝酸鹽之每日攝取安全容許量(acceptable daily intake, ADI)計為0-0.06 mg/kg body weight/day⁽⁵⁾。另依據行政院衛生署亞硝酸鹽添加於肉類品及魚肉製品，用量以NO₂殘留量計為0.07 g/kg以

下，但生鮮肉類、魚類及魚卵不得使用⁽⁶⁾，顯示亞硝酸鹽對人體健康有危害之虞，更顯其檢測之重要性。

為了解政府機關及民間實驗室等有關肉製品中亞硝酸鹽檢測能力，食品藥物管理局(以下簡稱本局)於民國100年舉辦亞硝酸鹽能力試驗⁽⁷⁻⁹⁾，藉以評估實驗室對於肉製品中亞硝酸鹽的檢驗能力。針對測試結果不滿意之實驗室，請實驗室自行矯正，以提升實驗室之檢驗能力，保障國民食品安全。

材料與方法

一、測試日期及參與之實驗室

能力試驗係於100年8月31日，將檢體分別送至參加實驗室，計有31家實驗室，測試時間為期3天，參與實驗室北區16家、中區4家及南區11家。

二、試驗特性及設計

(一)本試驗以肉鬆為基質，每瓶測試樣品內含

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。

三、樣品配製及運送

(一)標準品之配製

分別精確稱取0.1061、0.1515及0.0606 g亞硝酸鹽鈉標準品(廠牌Sigma、純度99%)，分別以水溶解並定容至100 mL，作為標準溶液I、II及III。

(二)樣品之配製

分別配製成下列3組不同濃度之測試樣品：

1. 測試樣品I：精確量取標準溶液I 1 mL，添加至10 g肉鬆基質中混合均勻，作為測試樣品I。
2. 測試樣品II：精確量取標準溶液II 1 mL，添加至10 g肉鬆基質中混合均勻，作為測試樣品II。
3. 測試樣品III：精確量取標準溶液III 1 mL，添加至10 g肉鬆基質中混合均勻，作為測試樣品III。

(三)樣品均一性及穩定性評估

測試樣品由配製日起，於貯存1、2及3天分別進行3重複分析，評估其均一性及穩定性，變異係數(CV%)小於10%為合格標準。

(四)運送

測試樣品以宅急便低溫冷凍運輸方式統一配送至各實驗室。實驗室收到樣品時，應立即貯存於冰箱冷凍(-20°C)。開封後須立即進行測試。

四、測試方法

樣品之測試依據行政院衛生署98.08.13衛署食

字第0981800288號公告指定「CNS 10888 N6184 食品中亞硝酸鹽之檢驗法」⁽¹⁰⁾。

五、統計方法與結果

(一)結果之判定

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。

(二)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)： $(Q3 - Q1) \times 0.7413$
6. 變異係數(CV%)： $(\text{標準差}/\text{平均值}) \times 100$

(三)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。

(四)Youden圖

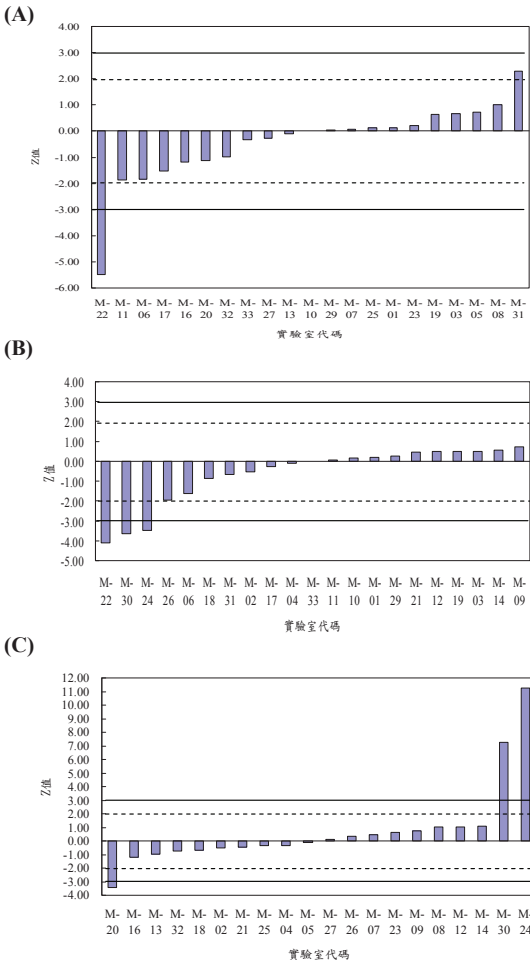
製作方式為將成對之測試樣品結果，以其中一個樣品之測試結果為縱軸，同一實驗室之另一個樣品之測試結果為橫軸得到一個點，再將所有實驗室之結果標示於圖上，以95%信賴區間下繪製橢圓圖形，即為Youden圖，位於橢圓圖形外之實驗室，其可能存在系統性或隨機性誤差。

結果與討論

本次辦理肉製品中亞硝酸鹽檢驗分析能力試驗，共有31個實驗室參加，本試驗以肉鬆為基質，每個實驗室收到2組測試樣品及1瓶空白樣品。

表一、均一性及穩定性測試結果

亞硝酸鹽(ppm，寄送檢體當日，均一性)			
測試樣品	I	II	III
次數			
1	53.6	81.1	26.7
2	53.8	81.6	27.0
3	53.3	81.7	26.7
Mean	53.6	81.5	26.8
SD	0.25	0.32	0.17
CV%	0.5	0.4	0.6
亞硝酸鹽(ppm，測試當日/貯存1天，穩定性)			
1	49.2	77.0	25.0
2	50.5	76.8	24.3
3	48.2	77.3	24.1
亞硝酸鹽(ppm，貯存2天，穩定性)			
1	50.2	74.7	26.1
2	50.0	76.8	25.8
3	50.5	76.2	25.4
亞硝酸鹽(ppm，貯存3天，穩定性)			
1	48.8	76.9	24.5
2	48.9	76.0	24.5
3	49.4	75.9	24.3
Mean	49.52	76.40	24.89
SD	0.82	0.80	0.72
CV%	1.7	1.0	2.9



圖一、Robust-Z 直方圖 (A) 測試樣品 I (B) 測試樣品 II (C) 測試樣品 III

一、樣品均一性及穩定性

樣品配製完畢，進行均一性及穩定性評估，變異係數小於10%為合格標準。樣品由配製日至貯存1天之3重複分析結果，變異係數皆小於0.6% (表一)，顯示添加之亞硝酸鹽於肉鬆基質中均一性良好，而貯存3天後變異係數皆小於2.9%，顯示添加之亞硝酸鹽在肉鬆基質中穩定性良好(表一)。

二、各實驗室測試結果(表二及圖一)

(一)測試樣品I：測試結果介於9.4~64.6 ppm，Robust-Z值介於-5.48~2.28，除實驗室代碼22及31外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意

之實驗室佔90.5%。
(二)測試樣品II：測試結果介於15.6~78.0 ppm，Robust-Z值介於-4.12~0.72，除實驗室代碼22、24及30外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔85.7%。
(三)測試樣品III：測試結果介於9.4~74.8 ppm，Robust-Z值介於-3.43~11.27，除實驗室代碼20、24及30外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔85.0%。
由上述之測試結果，其中實驗室代碼20、22、24及30在不同組別之亞硝酸鹽測試結果表現不穩定，分別評定如下：

表二、亞硝酸鹽樣品測試結果

實驗室 代碼	測試樣品-I			測試樣品-II			測試樣品-III		
	測試結果 (ppm)	Robust-Z	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	評定結果	測試結果 (ppm)	Robust-Z	評定結果
M-01	49.3	0.13	○	71.4	0.21	○	—	—	—
M-02	—	—	—	61.9	-0.53	○	22.4	-0.51	○
M-03	53.2	0.67	○	75.2	0.50	○	—	—	—
M-04	—	—	—	67.3	-0.11	○	23.2	-0.33	○
M-05	53.5	0.72	○	—	—	—	24.2	-0.10	○
M-06	35.4	-1.83	○	47.6	-1.64	○	—	—	—
M-07	48.9	0.07	○	—	—	—	26.6	0.44	○
M-08	55.5	1.00	○	—	—	—	29.2	1.02	○
M-09	—	—	—	78.0	0.72	○	27.9	0.73	○
M-10	48.4	0.00	○	70.7	0.16	○	—	—	—
M-11	35.2	-1.85	○	69.5	0.06	○	—	—	—
M-12	—	—	—	75.0	0.49	○	29.3	1.05	○
M-13	47.7	-0.10	○	—	—	—	20.4	-0.96	○
M-14	—	—	—	75.8	0.55	○	29.4	1.07	○
M-15	—	—	—	—	—	—	—	—	—
M-16	39.9	-1.19	○	—	—	—	19.4	-1.18	○
M-17	37.5	-1.53	○	65.2	-0.27	○	—	—	—
M-18	—	—	—	57.4	-0.88	○	21.7	-0.66	○
M-19	52.9	0.63	○	75.1	0.50	○	—	—	—
M-20	40.4	-1.12	○	—	—	—	9.4	-3.43	●
M-21	—	—	—	74.8	0.47	○	22.6	-0.46	○
M-22	9.4	-5.48	●	15.6	-4.12	●	—	—	—
M-23	50.0	0.22	○	—	—	—	27.4	0.62	○
M-24	—	—	—	24.0	-3.47	●	74.8	11.27	●
M-25	49.2	0.11	○	—	—	—	23.1	-0.35	○
M-26	—	—	—	43.6	-1.95	○	26.1	0.33	○
M-27	46.4	-0.28	○	—	—	—	25.1	0.10	○
M-29	48.7	0.04	○	72.0	0.26	○	—	—	—
M-30	—	—	—	21.5	-3.66	●	57.0	7.27	●
M-31	64.6	2.28	△	60.0	-0.67	○	—	—	—
M-32	41.4	-0.98	○	—	—	—	21.3	-0.75	○
M-33	46.1	-0.32	○	68.7	0.00	○	—	—	—
Median		48.4			68.7			24.7	
Q3		50.0			74.8			28.2	
Q1		40.4			57.4			22.2	
IQR		9.60			17.40			6.00	
nIQR		7.12			12.899			4.448	

註：| Z | ≤ 2.00為滿意；2.00 < | Z | < 3.00為應注意；| Z | ≥ 3.00為不滿意

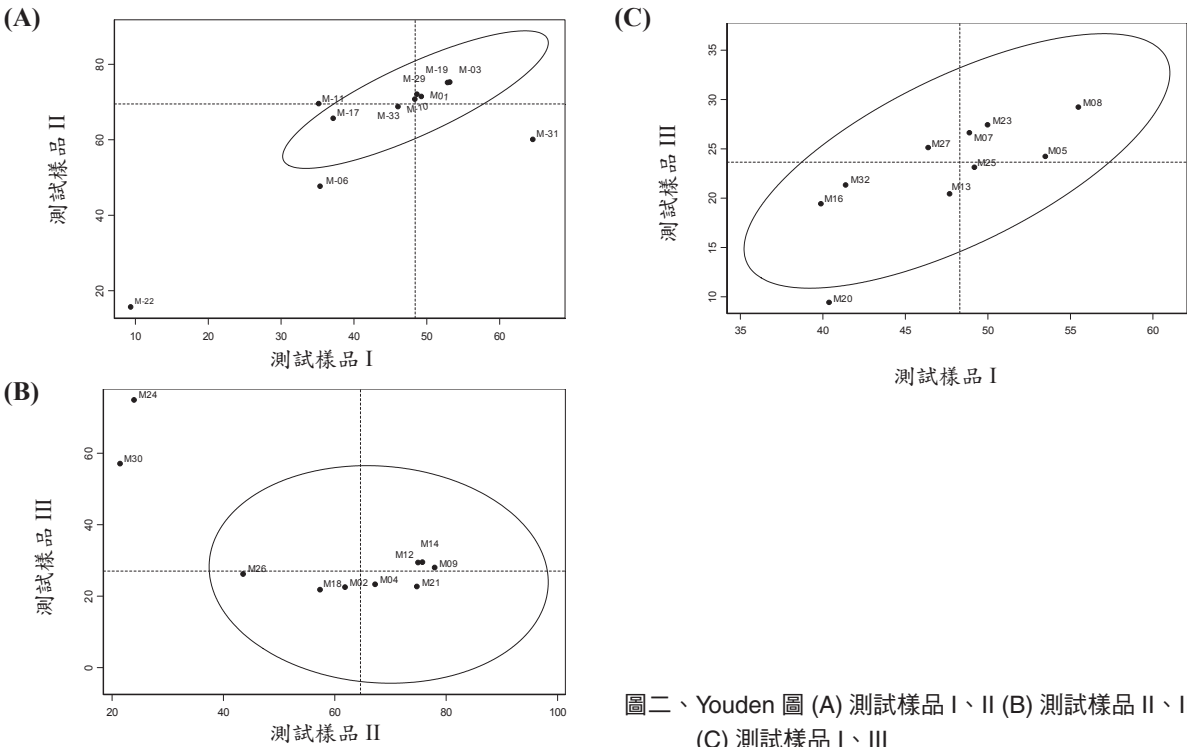
Median為中位數；Q3為高四分位數；Q1為低四分位數；IQR為四分位全距；nIQR為常態化四分位全距

○：滿意；△：應注意；●：不滿意

表三、測試結果評定之統計表

樣品	結果	亞硝酸鹽		
		滿意	應注意	不滿意
I	19 (90.5%) M (01, 03, 05, 06, 07, 08, 10, 11, 13, 16, 17, 19, 20, 23, 25, 27, 29, 32, 33)		1 (4.8%) M (31)	1 (4.8%) M (22)
II	18 (85.7%) M (01, 02, 03, 04, 06, 09, 10, 11, 12, 14, 17, 18, 19, 21, 26, 29, 31, 33)		0	3 (14.3%) M (22, 24, 30)
III	17 (85.0%) M (02, 04, 05, 07, 08, 09, 12, 13, 14, 16, 18, 21, 23, 25, 26, 27, 32)		0	3 (15.0%) M (20, 24, 30)
總結果	滿意：26 (83.9%), M (01, 02, 03, 04, 05, 06, 07, 08, 09, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 21, 23, 25, 26, 27, 29, 32, 33) 應注意：1 (3.2%), M (31) 不滿意：4 (12.9%), M (20, 22, 24, 30)			

註：數字X (Y%)及M (Z)分別表示實驗室家數(百分比)及M (實驗室代碼)



圖二、Youden 圖 (A) 測試樣品 I、II (B) 測試樣品 II、III (C) 測試樣品 I、III

- (一)實驗室代碼20在測試樣品I評定為滿意、測試樣品III評定為不滿意，顯示其在中濃度測試樣品之測試結果表現較好，低濃度較差。
- (二)實驗室代碼22在測試樣品I及II評定均為不滿意，顯示其在中及高濃度測試樣品之測試結

- 果表現均較差。
- (三)實驗室代碼24及30在測試樣品II及III評定均為不滿意，顯示該2家實驗室在低及高濃度測試樣品之測試結果表現均較差。
- 本次測試結果評定統計表詳如表三，評列為

「滿意」有26家，佔83.9%，「應注意」有1家，佔3.2%，「不滿意」有4家實驗室，佔12.9%。部分評列為「不滿意」之實驗室，請實驗室自行矯正。測試結果Youden圖(圖二)表示各實驗室不同濃度之亞硝酸鹽成對測試結果之分佈位置，以Robust-Z值評列為滿意之實驗室大部分會位於Youden橢圓圖形內，不滿意之實驗室則會位於橢圓圖形外。本試驗中之實驗室代碼06、11及31，以Robust-Z值評定為滿意或應注意，卻位於橢圓圖形之外，表示其亦可能存在系統性或隨機性誤差，實驗室亦應自行矯正。

結 論

100年度本局廣邀各界實驗室參加亞硝酸鹽檢測能力試驗，以肉鬆為基質，添加不同濃度亞硝酸鹽作為測試樣品，其均一性與穩定性評估結果良好，參加實驗室31家之測試結果，評列為滿意者佔8成以上，而針對部分評列為不滿意之實驗室，已請實驗室自行矯正。

亞硝酸鹽為合法之食品添加物，若不肖業者添加或民眾食用含亞硝酸鹽過量之食品，恐影響人體健康，因此該檢測項目更顯重要，未來將持續辦理，以維護國民食品安全。

藉由舉辦不同品項之能力試驗，以持續掌握實驗室之檢驗品質，期透過能力試驗提供實驗室間在檢驗技術能力相互比較之機會，作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考，並兼具輔助監督管理實驗室之雙重功能。

參考文獻

1. 行政院衛生署。2010。蔬菜含有硝酸鹽別驚慌。藥物食品安全週報，270: 2-3。
2. 林杰樑。2003。生活中的毒。宏欣文化，台北。
3. Eichholzer, M. and Gutzwiller, F. 1998. Dietary nitrates, nitrites, and N-nitroso compounds and cancer risk: A review of the epidemiologic evidence. *Nutr. Rev.* 56: 95-105.
4. Gangolli, S. D., van den Brandt, P. A., Feron, V. J., Janzowsky, C., Koeman, J. H., Speijers, G. J., Spiegelhalder, B., Walker, R. and Winshnok, J. S. 1994. Assessment of nitrate, nitrite, and N-nitroso compounds. *Eur. J. Pharmacol.* 292: 1-38.
5. WHO. 1996. Toxicological Evaluation of Certain Food Additives and Contaminants. Prepared by the Forty-Fourth Meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA). International Programme on Chemical Safety (WHO Food Additives Series 35). WHO, Geneva.
6. 行政院衛生署。2012。食品添加物使用範圍及限量暨規格標準。101.01.11署授食字第1001304164號令修正。
7. ISO. 2010. Conformity assessment—General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043.
8. NATA. 2002. Guide to Proficiency Testing. Australia.
9. 行政院衛生署食品藥物管理局。2010。能力試驗標準作業程序。
10. 行政院衛生署。食品中亞硝酸鹽之檢驗法。98.08.13衛署食字第0981800288號公告修正。

Results of Proficiency Testing in 2011: Nitrites in Meat Product

ERH-YUN CHIANG, MEI-CHUAN PO, WAN-CHEN LEE,
MING-SHIN LEE AND HWEI-FANG CHENG

Division of Risk Management, FDA

ABSTRACT

A proficiency testing was held in 2011 in order to understand the analytical competence of the joined laboratories for nitrites in meat. Dried pork flakes were used as the testing materials that were consistent and effective in terms of homogeneity and stability. A total of 31 laboratories participated in the test.

The analytical results were divided using Robust-Z statistics into three grading categories as follows: $|Z| \text{ score} \leq 2$ as 'satisfactory', $2 < |Z| < 3$ as 'acceptable' and $|Z| \geq 3$ as 'unsatisfactory'. Among the laboratories evaluated, 26, 1 and 4 were graded as satisfactory, acceptable and unsatisfactory, respectively.

Laboratories receiving the 'acceptable' or 'unsatisfactory' assessment will be asked to improve their performance on their own. Laboratories are expected to consistently improve their quality control system through this proficiency testing routine.

Key words: proficiency testing, dried pork flakes, nitrites