

衛生福利部食品藥物管理署
實驗室品質管理規範－化學領域測試結果之品質管制

核定日期： 99.01.19
第一次修訂日期： 99.09.29
第二次修訂日期：101.02.06
第三次修訂日期：101.05.15
第四次修訂日期：102.04.19
第五次修訂日期：102.07.23
第六次修訂日期：103.06.17
第七次修訂日期：107.10.25

一、訂定目的

為強化檢驗機構化學領域檢驗結果品質，特訂定「化學領域測試結果之品質管制」(以下簡稱化學檢驗品管要求)。化學檢驗品管要求之事項，於檢驗方法已有規定者，應依該檢驗方法之規定。

二、規範內容

化學檢驗品管要求之內容包括下列項目：(一)定性分析、(二)定量分析、(三)品管樣品分析及品管圖之製作與使用、(四)偵測極限與定量極限、(五)多重品項檢驗方法之相關品管規定等五大項。

三、要求事項

(一) 定性分析

檢驗機構應參考國際規範或其他相關參考文獻訂定鑑別之相關規定(例如：層析之滯留時間、光譜及質譜鑑別等)。

(二) 定量分析(檢量線法及標準品添加法)

1. 檢量線法(含標準曲線及基質匹配檢量線)

- (1) 應依方法要求製作檢量線、標準曲線或基質匹配檢量線。
- (2) 製作檢量線時，應包括至少 5 種不同濃度之標準溶液。
- (3) 檢量線之最低點濃度應與定量極限之濃度相當。
- (4) 原則上樣品溶液中待測物之濃度應落於檢量線最高濃度之 20%至 80%間之濃度為適當。
- (5) 除檢驗方法另有規定外，原則上檢量線之線性迴歸相關係數 r 應大於或等於 0.99。若 r 值小於 0.99，應重新製作或分段建立。必要時可使用加權線性迴歸(1/X)進行校正，以提高低濃度數值之準確性。

(6) 檢量線確認：

於檢量線製作完成後，應立即以不同於檢量線製作來源之標準品(若無法取得第二來源之標準品，可使用同一來源但不同批號標準品)來確認其適用性。

(7) 檢量線查核：

A. 原則上每批次分析前應重新製作檢量線，但對於某些檢驗方法檢量線製作過程較為費時者，可於每批次樣品開始分析前及完成分析後，使用相同於檢量線製作之標準品，來查核分析過程中使用之檢量線之準確性。

B. 查核頻率以批次為準(上限為 20 個樣品)；惟每批次之分析時間超過 12 小時，每 12 小時應執行檢量線查核。

(8) 檢量線確認及查核應以檢量線中間濃度執行。

(9) 檢量線確認及查核之判定：

由儀器上之感應讀值，以檢量線求得查核標準品之檢驗值與查核標準品實際濃度比較，求其相對誤差值。相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 範圍內，若大於此範圍，應重新製作檢量線。

(10) 使用檢量線定量時，不得使用外插法。

(11) 當檢驗值超過或接近相關法規標準時，應對該樣品執行樣品溶液添加分析以評估樣品基質對定量的影響。添加分析回收率未落於 80~120%時，應使用基質更為匹配之檢量線或標準品添加法定量。

(12) 樣品溶液添加分析：

A. 將適當量之待測物標準品添加於樣品溶液中，並計算其回收率(percentage of recovery, R%)。添加濃度應與估計之待測物濃度近似。

B.
$$R\% = \frac{(SR - SSR)}{SA} \times 100$$

SR (spiked result)：添加溶液中待測物之檢驗值

SSR (sample solution result)：原樣品溶液中待測物之檢驗值

SA (spike amount)：待測物之添加值

2. 標準品添加法：

(1) 將待測樣品檢液分成數份後，添加標準溶液於各檢液中使成為不同濃度，原則上添加後之濃度應為初估值之 1 至 5 倍範圍內，包含原點在內至少 4 個濃度點。

(2) 分析原樣檢液與各添加濃度檢液之結果，以待測物訊號與添加濃度製作線性迴歸

線 $y = mx + n$ ，由 n/m 計算待測物之濃度。

- (3) 如添加之濃度超過待測物濃度計算結果之 5 倍範圍，應重新以計算之結果訂為初估值，重新執行及計算結果。

(三) 品管樣品分析及品管圖之製作與使用

1. 每批次至少執行 1 次品管樣品分析。
2. 品管樣品分析包括空白樣品、查核樣品及重複樣品之分析。品管樣品分析應依所採用之檢驗方法步驟，與待測樣品同時實施檢驗分析。

(1) 空白樣品分析

- A. 了解操作過程是否受到汙染或背景值之高低。
- B. 取類似樣品基質之空白樣品，依所採用之檢驗方法步驟，與待測樣品同時實施檢驗分析。若無法取得空白樣品之檢驗項目，可使用試劑空白取代。
- C. 原則上空白樣品分析結果之訊號/雜訊比(signal-to-noise ratio, S/N ratio)不可大於 10 或定量極限的五分之一；若檢驗方法無法提供訊號/雜訊比，分析結果必須小於定量極限之 50%或更嚴謹之管制範圍。

(2) 查核樣品(驗證參考物質或空白樣品添加)分析

- A. 檢驗準確度之指標。
- B. 分析濃度經確認之驗證參考物質或分析空白樣品添加(將適當量之待測物標準品添加於與樣品相似之空白基質中，除方法另有規定或易揮發性、易氧化還原、不穩定外，應靜置至少 30 分鐘配製而成)，並計算其回收率(R%)。
- C. $R\% = (X/A) \times 100$ 。
X：查核樣品之檢驗值
A：查核樣品之標示(配製)值
- D. 進行空白樣品添加時，原則上以 2 至 5 倍定量極限、待測物相關法規標準或樣品經常檢出濃度進行添加。

(3) 重複樣品分析

- A. 檢驗精密度指標(重複性)。
- B. 重複樣品分析之樣品應為可定量之樣品，如樣品濃度無法定量時，可採用查核樣品重複分析。
- C. 重複樣品分析係將樣品依相同前處理及分析步驟同時執行檢驗，再計算相對差異百分比(RPD%)。

$$RPD\% = \frac{|X_1 - X_2|}{\frac{1}{2}(X_1 + X_2)} \times 100$$

X_1 、 X_2 ：同一樣品執行二重複分析時，所得之二次個別檢驗值

3. 品管圖之製作與使用

- (1) 未建立品管圖前，依表一及表二之規定作為初始管制界限。
- (2) 累積 15 次(不同日)查核樣品及重複樣品分析之計算值(剔除超過管制界限者)，計算其平均值($\bar{X}$)及標準偏差(SD)。

警告界限： $\bar{X} \pm 2SD$ (查核樣品分析)或 $\bar{X} + 2SD$ (重複樣品分析)

管制界限： $\bar{X} \pm 3SD$ (查核樣品分析)或 $\bar{X} + 3SD$ (重複樣品分析)

查核樣品及重複樣品之品管圖管制界限不得超過初始管制界限。

(3) 品管圖之使用

- A. 若有 1 點超出管制界限時，立即重新分析該批次樣品，如重新分析未超出管制界限時，則繼續分析；反之，則停止分析，矯正問題並重新分析該批次之樣品。
- B. 若連續 2 點超出警告界限時，立即重新分析該批次樣品，如未超出警告界限時，則繼續分析；反之，則停止分析，矯正問題並重新分析該批次之樣品。
- C. 若連續 6 點之趨勢有漸升或漸減情況(不包括轉折點)，且最高點與最低點之差距超出 2 倍標準偏差(查核樣品分析)或 1 倍標準偏差(重複樣品分析)時，應立即重新分析該批次樣品，若改變趨勢方向時，則可繼續；反之，則停止分析，矯正問題並重新分析該批次之樣品。

- (4) 檢驗機構於認證後，應每季(原則上每 90 日)至少執行 1 次品管樣品分析，並應每年重新製作品管圖 1 次，將當年度之品管樣品數據納入品管範圍製作。如當年度之品管樣品數據不足 15 次(不同日)時，可將 3 年內之品管樣品數據納入品管圖之製作。

(四) 偵測極限與定量極限

1. 偵測極限

取均質空白樣品，加入適量標準溶液，作成依指定定性檢驗方法所訂偵測極限之添加量。配製 3 個樣品，依指定檢驗方法中待測樣品之分析步驟操作，並加以分析，若 3 次分析之定性結果均能達到方法要求(明確鑑別檢出樣品與空白樣品之差異)，則表示檢驗機構有能力執行指定檢驗方法所訂之偵測極限。

2. 定量極限

- (1) 取均質空白樣品，加入適量標準溶液，作成依指定檢驗方法所訂定量極限之添加量。配製 3 個樣品，依指定檢驗方法中待測樣品之分析步驟操作，並加以分析，若 3 次分析之訊號/雜訊比均大於 10，則表示檢驗機構有能力執行指定檢驗方法所訂之定量極限。
- (2) 指定檢驗方法未訂定定量極限時，取均質空白樣品，加入適量標準溶液：配製 3 個樣品，依指定檢驗方法中待測樣品之分析步驟操作，並加以分析，若 3 次分析之訊號/雜訊比均大於 10 之添加量作為定量極限。
 - A. 有相關法規標準時，原則上以配製約十分之一相關法規標準的添加量。
 - B. 無相關法規標準時，原則上以 3 倍儀器偵測極限(或更高濃度)的添加量。
- (3) 如(1)及(2)不適用時，依本署「食品化學檢驗方法之確效規範」進行定量極限評估。

(五) 多重品項檢驗方法之相關品管規定

多重品項檢驗方法之品管品項數量及挑選原則：

1. 10 品項以下之多重品項檢驗方法，全數品項均列入品管項目。
2. 10 品項以上之多重品項檢驗方法，至少 10 品項列入品管項目。
3. 檢驗方法使用 2 種以上檢驗儀器時，依各檢驗儀器的品項數量參照 1.及 2.之原則執行。
4. 檢驗機構應每年檢討一次品管品項，常檢出之品項應優先納入。
5. 檢出非品管品項且檢驗值超過或接近相關法規標準時，檢驗機構應對於該品項依三、(二) 1.(11)規定執行分析。

表一、依樣品所含待測物之濃度，其回收率(%)規定

濃度範圍(ppm)	回收率(%)
≥ 100	85~110
$> 10 \sim 100$	80~115
$> 1 \sim 10$	75~120
$> 0.1 \sim 1$	70~120
$> 0.01 \sim 0.1$	70~120
$> 0.001 \sim 0.01$	60~125
≤ 0.001	50~125

多重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調整，惟其重複性應符合表二之規定。

表二、依樣品所含待測物之濃度，其相對差異百分比(%)規定

濃度範圍 (ppm)	相對差異百分比(%)
≥ 100	10
$> 10 \sim 100$	10
$> 1 \sim 10$	10
$> 0.1 \sim 1$	15
$> 0.01 \sim 0.1$	20
$> 0.001 \sim 0.01$	25
≤ 0.001	35