食品分析講義

第一回

704671-1



社图考及社员资

食品分析講義 第一回

目錄

第	一講	食品	檢	驗緒	論.		****	 	 	****	 	• • • • •	 	• 1
	命題大綱	-												
	重點整理	-												
	一、槓													
	_ \ 5	質認	證…		• • • • •	****		 ****	 		 	• • • • •	 • • • • • •	20
	精選試題	<u> </u>					• • • • •	 	 		 		 • • • • • •	38

第一講 食品檢驗緒論

一、檢驗確校

- ()食品化學檢驗方法之確效規範
- 二食品中毒採樣操作手冊
- (三)實驗確校

二、品質認證

(·)危害分析重要管制點 (HACCP) (二) ISO9000





一、檢驗確校

- (一)食品化學檢驗方法之確效規範:
 - 1.爲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。本確效規範係作爲實驗室執行方法確效之評 估依據。
 - 2.對象:

採用儀器分析之定量方法。

- 3.名詞定義:
 - (1)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。

(2)專一性 (Specificity):

係指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。

(3)線性 (Linearity):

係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。

(4)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。

(5)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。

(6)偵測極限 (Limit Of Detection; LOD):

樣品中待測物可與分析儀器訊號值區別之最低量,但未必能定量出標的待測物之正確值。

(7)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。

(8)偏差:

- ①是指個別測定值與測定的平均值之差。
- ②可用來衡量測量結果的精密度。
- ③類型:
 - A. 絕對偏差:

係指某一次測量值與平均值的差異。

B. 相對偏差:

係指某一次測量的絕對偏差占平均值的百分比。

C 標準偏差:

係指統計結果在某一個時段內誤差上下波動的幅度。

D. 平均偏差:

係指單項測定值與平均值的偏差(取絕對值)之和,除以

測定次數。

E.相對標準偏差:

係指標準偏差占平均值的百分率。

- (9)誤差:
 - ①是指測量值與眞值之間的差值。
 - ②可衡量測量結果的準確度。
 - ③類型:
 - A. 絕對誤差:
 - (A)測量值(單一測量值或多次測量值的均值)與真值之差。
 - (B)絕對誤差=測量值-真值。
 - B. 相對誤差:
 - (A)爲絕對誤差與真值的比值(常以百分數表示)。
 - (B)相對誤差 = 絕對誤差÷真值。
 - (C)更能反映測量的可信程度。
- ① 變異係數 (Coefficient of Variation):
 - ①標準差除以平均數所得的百分比值(%)。
 - ②數值不會受到量測單位影響。
 - ③可用以比較多組資料間的變異程度。

4.執行方法:

(1)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

704671-1

性基質進行檢驗方法確效。

(2)專一性:

- ①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。
- ②依檢驗方法步驟進行空白樣品或試劑空白試驗,需無干擾待測現象,必要時添加可能之干擾物質以測試方法之專一性。

(3)檢量線:

- ①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。
- ②檢液中待測物濃度應在檢量線之線性範圍內。

(4)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 五重複之檢測。
- ②依樣品所含待測物之濃度,其回收率(%)規範如下表:

表(一) 回り	女率規範
濃度範圍 (ppm)	回收率 (%)
≥100	85~110
>10~100	80~115
>1~10	75~120
>0.1~1	70~120
>0.01~0.1	70~120
>0.001~0.01	60~125
≤0.001	50~125

(5)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。

A. 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。

B. 中間精密度:

- (A)中間精密度代表實驗室內精密度。
- (B)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。

C.再現性:

- (A)再現性代表實驗室間精密度。
- (B)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)進行五重複之檢測。
- ③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,各進行五重複之檢測。
- ④依樣品所含待測物之濃度,其變異係數 (CV,%) 規範如下表:

表写變異係數								
灣 唐 新	(ppm)	變異係數 (CV,%)						
(成/文 1世)		重複性	中間精密度	再現性				
≥1		10	14	16				
>0.1~	-1	15	18	23				
>0.01~	~0.1	20	22	32				
>0.001~	>0.001~0.01		32	45				
≦ 0.0	01	35	36	53				

(6)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≥7)的空白樣品或低濃度樣品(約偵測極限之1~5倍)之感應值,再計算其感應值之標準差(s):

LOO=10s/m

m:檢量線之斜率。

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

704671-1

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。

5. 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爲準。
- (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。
- (4)檢量線應選用適當的線性範圍,以確保結果之正確性。
- (5)殘留量分析時,即使線性相關係數良好,但爲避免低濃度之偏差,可使用加權線性回歸(1/x)進行校正,以提高低濃度數值之準確性。

二食品中毒採樣操作手册:

1.食品中毒事件定義:

依流行病學以及美國疾病防治中心之定義,即2人或2人以上攝取相同的食品而發生相似的症狀,則稱爲一件食品中毒案件(Outbreak)。

2.食品中毒採樣一覽表:

表(三) 食品中毒採樣規範

項目	採樣	檢體	檢體採集	包裝及	採樣注意
次日 	目的	種類	发 腹 抹 来	運送	事項
	微生物	食品	200~450g(mL)	(1)應無菌	(1)應無菌操
	、毒素	器皿	塗 抹 面 積 約	操作採	作採樣
	及分子		50cm ²	樣	(2)毒性劇烈
微生物	生物等	環境	塗 抹 面 積 約	(2)毒性劇	之檢體採
性檢驗	檢驗		50cm ² 或 200~	烈之檢	檢時應謹
			400 mL	體採檢	慎操作,
			水:500~ 1,000	時應謹	如肉毒桿
			mL	愼操作	菌毒素
化學性	農藥、	食品	(1)檢體採集方	,如肉	(1)抽取散裝
檢驗	食品添	食品添	式	毒桿菌	之檢體時
	加物、	加物	(2)食品衛生檢	毒素	,採樣容

1				
食品成	食品用	驗項目暨抽	<u> </u>	器應避免
分、重	洗潔劑	樣數量表	ĺ	含干擾檢
金屬、	容器、		Ý	則標的之
天然毒	器具或		4	勿質
素及其	包裝材		(2)	澰測標的
他污染	料		5	
物等檢			<i>J</i>	惑特性,
驗			l E	應用可避
			ج ا	光之容器
			4	盛裝檢體
	I			

- (1)凡經過研判認爲有助於檢出中毒原因者皆應採取,可分爲下列各 類:
 - ①食品檢體:
 - A. 包括嫌疑食品或剩餘食品。
 - B. 若無法得到嫌疑食品或剩餘食品時,以容器包裝者,則採取同一批(或同一製造日期、或同一有效日期)之產品。
 - ②器皿檢體:

砧板、刀具、鍋子、餐具、容器、器具、包裝材料塗抹物檢 體等。

③環境檢體:

飲水、清洗用水、養殖魚池水及其他環境塗抹物檢體等。

- ①其他。
- (2)檢體數量不足,應取全量;對有完整包裝者,以最小包裝爲一單位。
- (3)同一批號或同一製造日期、或同一有效日期,視為同一檢體;對無標示者,以同一生產地代表同一檢體。
- (4)採樣者及提供檢體者應於檢體送驗單上簽名。
- 3.檢體採集、保存、包裝及運送:
 - (1)微生物性採樣規範如下表:



一、食品中毒採樣應注意事項?

答:()採樣前:

- 1.檢體如係供化學分析者,採樣器具應清潔、乾燥。
- 2. 若係供微生物檢驗者,抽樣器具應清潔及滅菌。
- 3.皆不得使檢體沾染異物。
- 4.食品中毒案爲不可預期之突發事件,因此應將採集器具事先備妥於備 用狀態,以供緊急使用。

(二)採樣時:

- 1. 微生物檢驗之採樣應以無菌方式操作採樣,避免二次污染,採取後迅速冷藏(冷凍檢體則維持冷凍狀態)。
- 2.爲求採樣代表性,應取不同部位之檢體(微生物分布不一定均匀)。
- 3.檢體若數量不足時,應全部採集;如有外包裝,則應一併送驗。
- 4.抽取散裝之檢體時,採樣容器應避免含干擾檢測標的之物質,如欲分析殺菌劑或重金屬時,不要裝入塑膠容器中,避免塑膠容器的物質溶出而影響檢驗結果。
- 5.檢測標的若具光敏感特性,應用可避光之容器盛裝檢體。
- 6. 檢體加以密封且標示要正確、清楚:勿因潮濕或摩擦等原因而脫落。
- 7.當場填妥食品中毒事件調查簡速報告單及檢體送驗單。
- 8.食品中毒案應考慮採樣現場、食品檢體種類、中毒症狀等情況以及抽樣目的,研判可能發生之中毒原因,以供檢驗單位參考。
- 9. 食品中毒案若無剩餘檢體時,可採集相關之可疑食品、原料或相同來 源之食品。
- 10. 內毒桿菌毒素毒性劇烈、致死率高,採樣時應謹慎操作,使用過之器 材及廢棄物,應立即送進滅菌釜滅菌。

(三)採樣後:

- 1. 視檢體性質決定要冷凍、冷藏或常溫運送。檢體若需同時進行微生物 性及化學性檢驗,則檢體運送條件需符合兩者之需求。
- 2.冷藏運送一般保持在0~5℃。

- 3.某些常溫販售之食品(如新鮮蔬果)應冷藏運送,盡量使微生物菌叢 及其他特性保持在消費者購買時之狀態。
- 4. 非冷凍檢體,若採冷凍運送可能造成部分微生物傷害而影響檢驗結果。
- 5.勿使冷凍檢體在運送時解凍。若冷凍樣本已解凍,勿重覆冷凍,且在 檢體到達適當溫度時立即檢驗,通常爲 0~7℃。
- 6. 檢體若需隔夜運送,乾冰與檢體比例至少需達 1:1,長時間運送或 溫度較高時應增加乾冰量。
- 7.採樣完成後,檢體要分開包裝並標示清楚,避免混淆,應當場編號, 密封後再加外包裝,再置於檢體運送箱內。
- 8.將「食品中毒事件調查簡速報告單」及「檢體送驗單」先以夾鏈袋密封,再置於檢體運送箱內。
- 9.爲嚴防容器破損,封緘受損,凡易破檢體四周應再塡塞緩衝材料後運 送。
- 10.食品中毒案採樣完成後,應立即將食品中毒事件調查簡速報告單以電話、傳真、電郵方式與檢驗單位聯繫,告知檢體數量、檢體種類、中毒症狀、潛伏期、中毒人數等相關資料以利檢驗工作之進行。
- 11.採樣人員最好親自將檢體送達檢驗單位,如必須採用郵寄者,應在郵 寄後,立即以電話或傳真與收受單位有關人員聯繫。

二、食品衛生檢驗中,飲料的一般檢驗包括哪些項目?抽樣數量規定為何? 答:()檢驗項目:

- 1.標示檢查。
- 2.外觀檢查。
- 3.衛生指標微生物。
- 4. 著色劑。
- 5.防腐劑。
- 6.人工甘味劑。
- 7.重金屬。

仁油樣數量:

- 1. 單位包裝內容量在 250 毫升(含)以下者,需 6 瓶(罐、袋、盒或包)。
- 2. 單位包裝內容量在 250 毫升至 1000 毫升者,需 4 瓶(罐、袋、盒或包)。