



## 质量控制在食品卫生理化检验中的应用

河南石油勘探局卫生防疫站 金世文

质量控制是科学管理实验室的一种有效措施和方法。正确使用它,可以预防或减少分析误差,提高分析结果的准确度,对提高分析人员的技术水平有一定的促进作用。我们在食品卫生理化检验中,为控制和预测分析工作中出现的不利因素,提高分析工作质量,开展了实验室内的质量控制。

### 1 材料方法及仪器

1.1 材料:标准控制样品和基准物质由南阳地区卫生防疫站中心检验室发给。

1.2 检验方法:按中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法》(理化部分),GB500913—85测定铜含量。

### 1.3 仪器

1.3.1 721型分光光度计,其波长、灵敏度、重显性均按操作规程进行调试。

1.3.2 玻璃量具按规程进行校正。

### 2 评价方法

2.1 标准工作曲线:按操作规程绘制,其可靠性检验依照程序进行。

2.2 精密度与准确度:采用 $\bar{X}$ -P控制图和百分回收率(P)控制图,进行评价。

### 3 实验结果

3.1 标准曲线:以不同含量的铜标准溶液,每天测定一次,连续测7次,取其平均值(见表1),绘制成标准曲线(图1)。其结果经统计学处理: $r=0.99986, P<0.01$ ,两者呈高度的正相关。

回归系数( $b$ ) = 0.03916, 截距 = 0.0088, 得回归方程  $\hat{Y} = 0.0088 + 0.03916(X)$ 。

经统计学检验,  $t_b = 85.19, P < 0.01$ , 证明回归系数( $b$ )与浓度( $X$ )间有非常显著性差异。

3.2  $\bar{X}$ -R控制图:质控标准样品每天平行测定,连续20次的均数( $\bar{X}$ ),极差( $R$ )(见表2),然后分别求得:

$\bar{X}$ 的:中心线 = 8.09, 上控制限 = 8.64, 下控制限 = 7.54, 上警告限 = 8.45, 下警告限 = 7.72。

$R$ 的:中心线 = 0.29, 上控制限 = 0.95, 下控制限 = 0, 上警告限 = 0.73。

根据以上计算结果,绘制成 $\bar{X}$ -R控制图(图2)。

3.3 百分回收率(P)控制图:在每次质控标样测定时,加入定量的标准溶液作回收试验,其20次结果(P)如表3。求得: $\bar{P} = 101.00\%$ ,  $SP = 7.74$ , 上控制限 = 124.2%, 下控制限 = 77.80%, 上警告限 = 116.50%, 下警告限 = 85.50%。

根据上述计算结果,绘出百分回收率控制图(图3)。

### 4 分析讨论

4.1 不同浓度标准溶液连续7次测得光密度平均值绘制的标准工作曲线图,经统计学检验: $r = 0.99986, > r_{0.01(2)}, P < 0.01$ 说

明溶液浓度(c)与光密度(D)之间有高度正相关关系。所建立的回归方程( $\bar{Y} = 0.0088 + 0.03916X$ )经标准曲线可靠性检验,无论是回归系数(b)( $t_b = 85.19, > t_{0.01}(2), \therefore p < 0.01$  有非常显著性意义)或截距(a)( $t_a = 1.226 < t_{0.05}(2), \therefore p > 0.05$ , 无显著性意义),都显示了极好状态,说明 X、Y 之间有非常好的直线型函数关系,即 X 增加或减少一个单位, Y 亦随着增加或减少若干单位,所以按照这个回归方程( $\bar{Y} = 0.0088 + 0.03916X$ )绘制成的标准曲线是无偏性可靠的。

4.2 对质控标样经每天一次,连续 20 次所获数据( $\bar{X}$ 、R),分别绘入  $\bar{X}$ -R 控制图中。各点均匀地分布在中心线上下,两侧点数相等,于正态分布,没有连续七点在一侧或连续三点中二点超出警告限的失控现象。从  $\bar{X}$ -R 控制图中可以看到,没有因试剂、仪器、操作技术等方面存在的系统误差,而影响测试结果的精密度。故本次实验室内的质控是成功的。

4.3 从百分回收率(P)控制图中,可见 20 个点的分而是在中心线上、下两侧较均匀(上侧 9 个点,下侧 11 个点)。有 68% 以上的回收率(P)点在  $\bar{P} + S$  的范围内。各点没有超出上下控制限,可有两个点(8、18)等于或超出上、下警告限。同时还可见到在 20 点的分布上,前 10 次的点中有 8 个点在心线以下,而

后 10 个点中则有 7 个点在中心线以上,说明在回收率试验中操作技术尚不够稳定,存在有一定的偏性。这次试验虽然准确仍符合规定要求,但应引起操作者的注意,须查明原因,纠正影响因素,否则延续下去将会造成失控。

4.4 本次质控标样——饮料中铜含量经测定其平均值为 8.088ug,其误差,绝对值为 0.068ug (误并率为 0.85%),准确度为 99.15%,经统计处理  $t = 1.7 < t_{0.05}(19), \therefore p > 0.05$ ,实测值与真实值之间的差别无显著性意义,说明测定的结果是可靠的。

5 小结

本文报告了我实验室在食品卫生理化检验中开展的实验室内部质量控制工作,其每次测试结果均按要求进行统计学处理(如标准曲线可靠性,质控标样的平均含量,回收率(p),并采用  $\bar{X}$ -R 控制图和百分回收率控制图对分析结果的精密度和准确度作了评价。总的说所有测试结果是符合质控要求的,但亦应随时警惕控制和消除测试中的系统误差(特别是回收率试验),以保证分析结果的质量。

本文承蒙南阳地区防疫站杨聚宝副主任医师和杜道云主管检验师的指导和修改,特此致谢。

表 1 标准曲线测定数据(平均值)

浓 度(ug)	5.0	10.0	15.0	25.0
光 密 度	0.206	0.394	0.603	0.986

表 2  $\bar{X}$ -R 质控图数据用表

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
$\bar{X}$	8.00	8.58	7.93	7.97	8.33	8.05	8.12	8.18	7.86	8.15	8.14	8.04	8.18	8.00	8.17	8.19	7.82	7.79	8.02	8.20
R	0.20	0.23	0.18	0.36	0.36	0.30	0.47	0.22	0.35	0.31	0.23	0.18	0.56	0.25	0.40	0.28	0.40	0.40	0.50	0.10

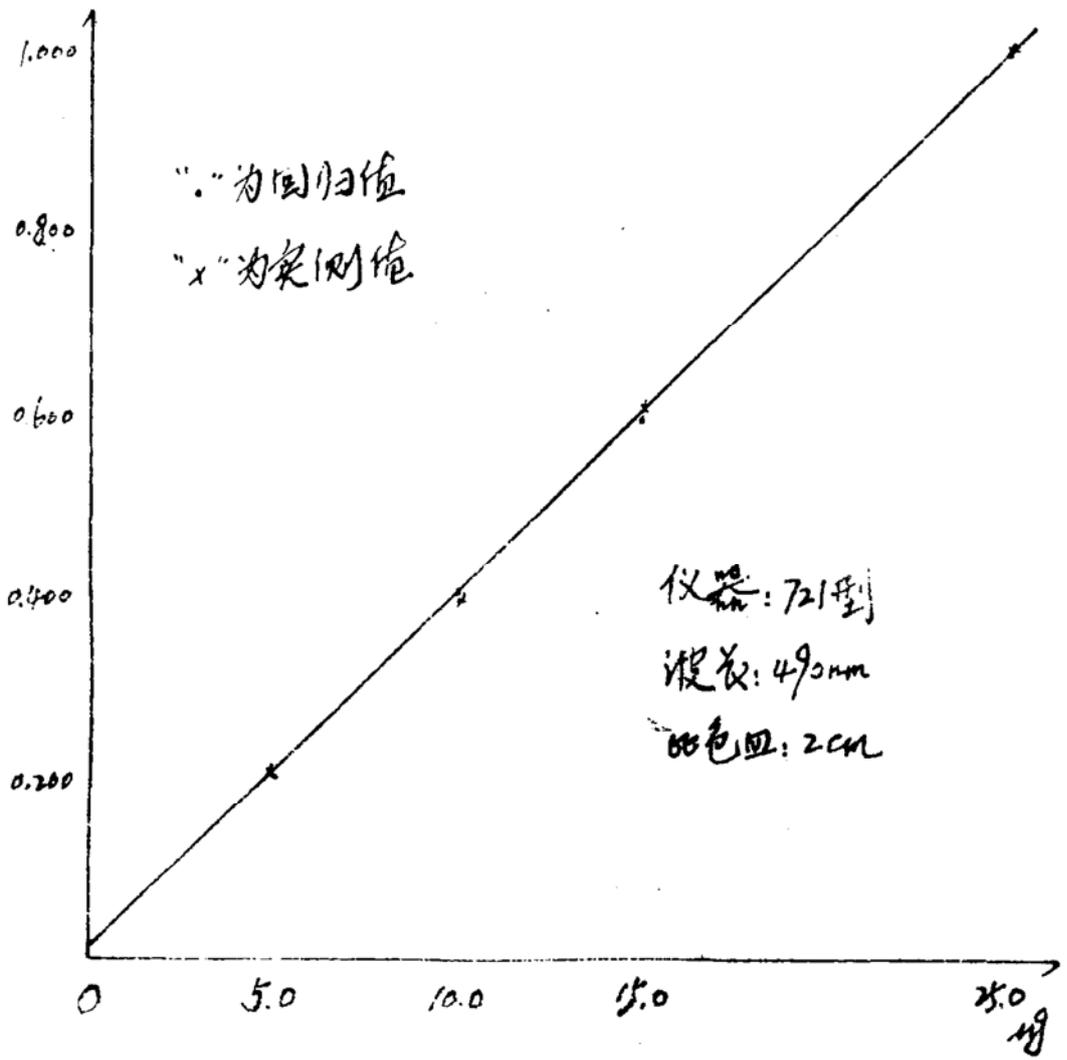


图1 铜标准曲线图

表3 百分回收率质控图数据

组号	回收率(%)	组号	回收率(%)
1	112.00	11	93.50
2	88.00	12	107.00
3	98.00	13	103.50
4	97.00	14	106.00
5	99.50	15	96.50
5	99.50	15	96.50
6	102.50	16	110.50
7	97.50	17	111.00
8	85.50	18	117.00
9	98.00	19	102.00
10	100.00	20	96.00

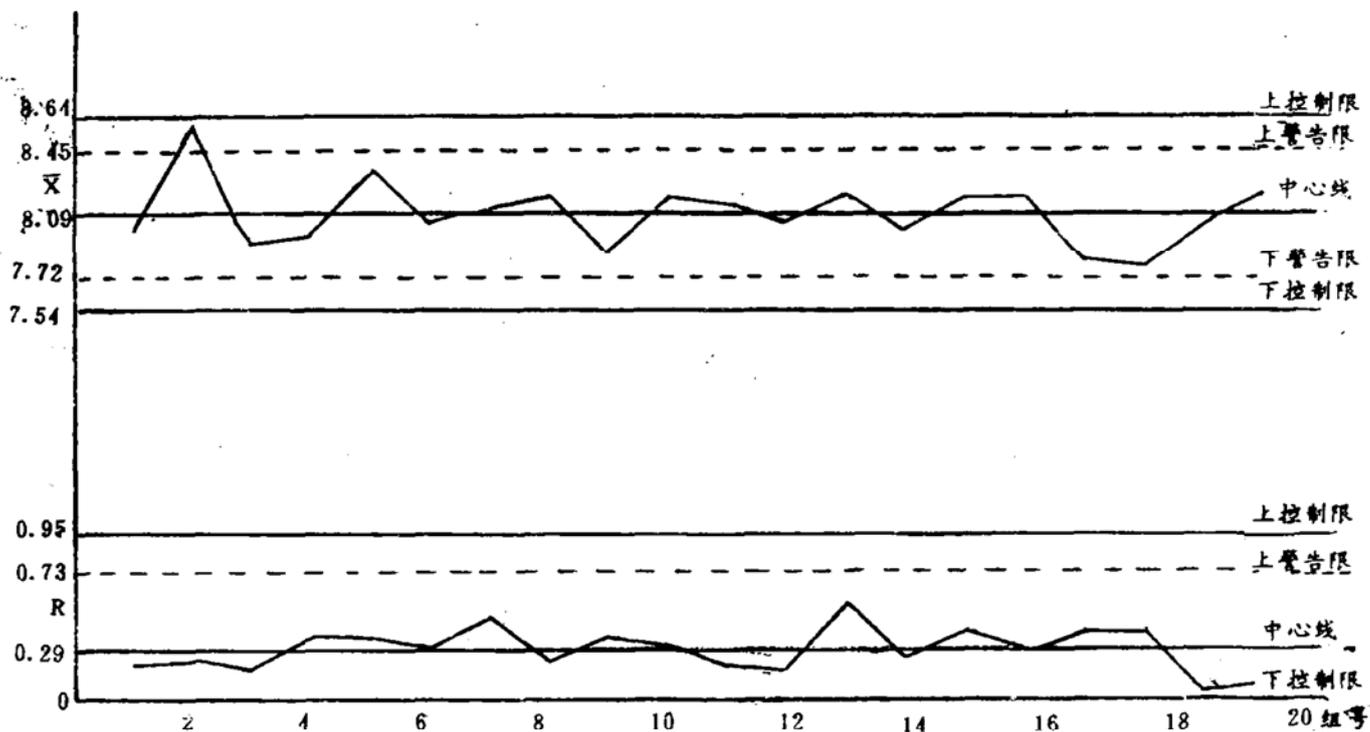


图2  $\bar{X}$ -R 质控图

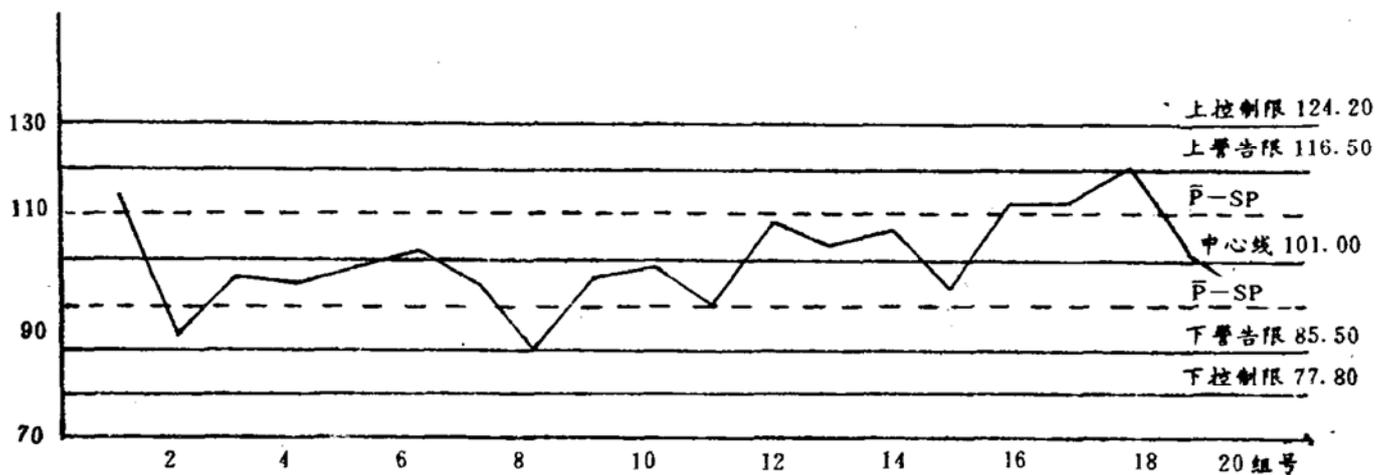


图3 百分回收率质控图