

# 食品卫生理化检验质量保证

仓公教 陈宇建 江苏省卫生防疫站 (210009)

食品卫生理化检验质量保证在检验领域中的内涵是:科学的管理和特定的检测手段相结合的系统工程。它由分析质量保证、质量控制、质量评价三部分组成。以达到检测结果的权威性、公正性、溯源性、有效性之目的。为贯彻《食品卫生法》提供准确、科学的数据,为执法人员在执法过程中作出权威性的判断而提供科学的依据。

食品样品体系复杂,品种多,分析质量受到多种因素的影响和制约。因此我们在分析质量保证中充分运用了统计学、计量学的原理,及时发现分析中的误差并将其消除和控制可在接受的范围之内。为了达到此目的,我们在检测理论学习、操作方法的规范、仪器设备的校正、技术人员的培训、质量政策的研究、机构科学化管理的改革等方面进行了大量的工作。通过近十年的操作运行,结合工作中的具体情况不断地改进和完善,使我们的检测工作逐步走向了规范化、程序化、法制化管理的轨道,在诸多国际间和国内的科研项目及日常样品检测中得到了充分的验证,取得了良好的效果。为使我们的检测工作迈上新的台阶起到了积极的推动和促进作用。现将我们的具体做法总结如下:

## 1 质量保证

质量保证的目的是获得具有高度可信的分析结果。它包括样品采集和样品分析直至结果报告书在内的一系列严格的规程和保证措施。

1.1 站里组成由站长牵头有关科室负责人参加的质量保证领导小组,具体对所制订的计划进行可行性认可和审批,明确任务和人员的岗位职责,根据检验人员的组成结构,设组长2名。一名负责日常行政管理事务,包括样品检测程序的安排;另一名抓质量运行。另设一名质量检查员。检验人员又根据检测样品性质的不同分成若干小组,每组有一名主管技师以上人员负责,确保质量。每人必须经考核上岗,做到上岗证、仪器操作证等齐全后才能发报告。

1.2 每份样品必须有详细的质量控制记录。从样品的采集、分析和结果报告中发现其可能变化的情况。每份原始记录要求详细、认真。改错率不得超过3%,修改处只能划两条横线,并由修改人签名或盖章,以示负责。

1.3 具有一套完整的标准分析方法。特别对当前新资源开发的新产品,必须具有企业标准和分析方法,并报卫生

厅审核批准备案方可执行,这样有利于有经验的检验人员即使不熟悉某些测定项目亦可以得到可以接受的分析结果,鉴于样品的不同性质、不同分析方法,检验者的经验丰富程度都能不同程度地影响分析结果的不确定度,因此对检验人员定期和不定期的培训和考核尤显重要。

1.4 仪器的定期校正和良好的维护。定期按法检定和检查计量仪器,保证仪器始终处于良好的运行状态,我们对所有仪器定期采取请进来或送出去的方法请计量法定单位进行校正。气相色谱、原子吸收分光光度计、高压液相色谱仪每二年校正一次。其它仪器,如分光光度计、荧光分光光度计、测汞仪、天平、酸度计、旋光仪等一年校正一次。对易消耗的玻璃仪器,标有CMA标志的免检。仪器的每一次使用都有详细记录,包括使用的起止时间、样品名称、使用人签名等。每台仪器均建立了档案,以便出现故障及时维修,并送计量部门校正,合格后方可投入使用。

1.5 基准物质与标准溶液的管理:实验室认证的核心是保证其分析结果能通过连续的比较溯源到国家计量标准。基准物质和标准液的管理与正确使用是对该项目检测的重要保证。它是技能测试和实验室间标准比对、数据精度、偏性和检测限的评价。故此必须设立标准室,以确保标准液的统一配制和保存。

1.6 分析数据的处理、修约和报告:检测数据应根据仪器性能、试验条件和萃取率以及样品类型等因素予以校正,以得到有效的结果。使用国家规定的标准修约数据,并使用法定计量单位以质量、体积或浓度报告结果。根据我们国家标准方法目前尚未按法定计量单位修改,我们采取了“双轨制”的报告方法,即:在用标准方法中的单位的同时也标明法定计量单位。

1.7 检验报告书的质量控制与管理:检验结果报告书是检测机构的“产品”。它的质量由报告的外观形式和数据结论两部分组成。检测报告的质量是检测机构全面科学管理的集中体现。因此,我们对原始记录,分析数据的统计、数字修约,报告的编制、审核、签发、归档以及质疑等都作了明确的规定。这也是检测质量保证机构体系运行是否有效的具体体现。

## 2 质量控制

质量控制是由分析实验室内和实验室间二部分组成。

实验室间质量控制又称“质量评价”。下面就实验室内质量控制作一简述。

2.1 检验人员技能

检验人员在许可提供数据报告之前，根据不同分析项目的要求进行实际工作考核以证明其工作能力，对分析工作人员，考核其对浓度为方法检测限的 5 ~ 50 倍的四个平行样品的测定精密度和偏性。

2.2 测定已知浓度加标样品的回收率

测定已知浓度加标样品回收率作为常规分析中的一个部分，可以证明基体效应的存在与否。在分析一个新基体样品时可以说明干扰的程度。对于已知浓度的样品或在例行分析中，当样品中不存在被测指标而不做重复样品分析时，对 10% 的样品进行加标回收试验。对于可以进行重复样品测定的批量样品，其平行样和加标样的总和不得少于样品总数的 10%。加标浓度的决定，根据被测物本底含量，取方法检测限浓度的 5 ~ 50 倍或 1 ~ 5 倍。加标的有效浓度必须在分析方法线性范围之内。为了不使体积有明显的变化，加标时宜使用浓标准液。加标回收率的可接受限见表 1。

| 表 1 重复测定及已知浓度加标后测定的可接受限 % |                        |                                   |                                   |
|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 项 目                       | 已知浓度<br>添加的回<br>收率 (1) | 低浓度水平<br>时重复测定<br>的精密<br>度 (1)(2) | 高浓度水平<br>时重复测定<br>的精密<br>度 (1)(3) |
| 金属离子                      | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 90 ~ 110                          |
| 挥发性有机物                    | 70 ~ 130               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 挥发性气体                     | 50 ~ 150               | 50 ~ 150                          | 70 ~ 130                          |
| 碱 / 中性盐                   | 70 ~ 130               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 酸                         | 60 ~ 140               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 阴 离 子                     | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 90 ~ 110                          |
| 营 养 盐                     | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 90 ~ 110                          |
| 其他无机物                     | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 90 ~ 110                          |
| 总有机碳                      | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 90 ~ 110                          |
| 总有机卤素                     | 80 ~ 120               | 75 ~ 125                          | 85 ~ 115                          |
| 除 草 剂                     | 40 ~ 160               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 有机氯农药                     | 50 ~ 140               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 有机磷农药                     | 50 ~ 200               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |
| 甲酸酯农药                     | 50 ~ 150               | 60 ~ 140                          | 80 ~ 120                          |

(1) 添加试验以 % 已知浓度添加的回收率，重复样差值以 % 表示，计算  $[100(X_1-X_2)/X]$

(2) 低浓度水平是比方法检测限 MDL 小 20 倍；高浓度水平是大于方法检测限 20 倍

(3) 上述可接受限也适用于单实验室控制标准，以及证明操作者的技能

2.3 分析外部提供的标准品

每天分析一次或至少在分析已知加标时得不到合格的回收率时，必须对外部提供的标准品进行分析，以发现实验室存在的系统偏差。使用实验室控制标样的浓度，以方法检测限的 5 ~ 50 倍或接近样品的浓度水平。若有可能应该使用技术监督部门注册的标准作参考物 (CRM) 为实验室控制样品，如果使用内部的参考物质，则必须使用标准曲线分别配制的标样。

2.4 试剂空白分析

空白试验至少占样品数的 5%。空白试验可以监控由试剂或方法的全程空白，高于标准曲线最高浓度的试样分析后，必须进行空白试验，以控制分析中的记忆效应。

2.5 校正标准

在分析过程中，初始至少分析三个不同稀释度的标准。以后每天 (次) 分析一个或数个在线性范围内的标准点，作为对标准曲线的确认，报告值必须在标准范围之内。除非开始的试验证明大于最高浓度点仍具有良好的线性，否则不得报告高于最高浓度的结果。最低的校准标准浓度低于方法检测限 (MDL) 10 倍时，方法检测限可作为最低的报告值。(如果减去空白值，即使出现负值也可报告)

2.6 分析平行样

样品被测指标浓度在可测范围内时，分析平行样品可有效地评价其精密度。在大批同类样品中可采取 5% 或更多的样品进行平行样测定，对品种不同的样品必须都作平行样分析。

3 质量评价

质量评价是一个用实验室外部和内部质量控制措施对实验室数据质量进行评价。内容包括技能评价样品的测试，实验室间比对样品测试，检查质保体系运行情况，定期对管理和技术现状进行审查，还包括第二部分所述的实验室内质量控制等项目，以说明回收率、偏性，检测限以及是否严格地按照标准方法进行的操作。

3.1 技能评价样品

用外部机构提供的已知浓度标准样或由实验室内单独配制的盲样考核检验人员所能达到的回收率。通常试验前分析方法的不确定度已经确定，回收率应落在可接受范围之内。例如：对某一指标的可接受回收率为 85% ~ 115%，要求检测人员对所有的技能测试样品结果都在此范围之内。

3.2 技术审查

对检测机构按设计的表格 (如计量认证复查提纲) 进行抽查，以发现从样品接受到最终结果的全过程是否偏离标准规范以及是否有修正的必要。