

综述

公共卫生领域理化检验能力验证的现状与进展

邓秀燕¹ 罗建波²

(1. 中山大学公共卫生学院, 广东 广州 510080; 2. 广东省疾病预防控制中心, 广东 广州 510300)

摘要: 本文基于能力验证在卫生理化实验室的重要性,对近年来我国卫生理化实验室能力验证活动从组织设计、项目确定、样品制备到结果统计分析的实践,以及其现有相关法规和存在问题进行了综述。

关键词: 公共卫生; 理化检验; 能力验证; 存在问题

中图分类号: R115; TS207.7 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-8456(2010)05-0459-08

Status and Progress on Proficiency Testing of Sanitary Physical and Chemical Analysis

DENG Xiu-yan, LUO Jian-bo

(School of Public Health, Sun Yat-sen University, Guangdong Guangzhou 510080, China)

Abstract: Based on the importance of Proficiency Testing (PT) in sanitary physical and chemical laboratories, the activities on the Proficiency Testing for sanitary physical and chemical analysis in China recently were reviewed, including the practice of organizing and designing schemes, identifying items, preparing samples and analyzing statistical results, and the current laws and existed problems in PT.

Key words: Public Health; Physics and Chemistry Experiment; Proficiency Testing; Problems

能力验证是利用实验室间比对确定实验室的检测能力^[1]。所谓实验室间比对是按照预先规定的条件,组织两个或多个实验室对相同或类似的样品进行检测或测量,并且评定其结果^[2]。

能力验证是中国合格评定国家认可委员会(China National Accreditation Service for Conformity Assessment, CNAS)评价实验室检测技术能力的重要技术方法,也是维持认可机构间国际互认的基础。已获实验室认可的机构是否积极参加国际能力验证计划以及有效地开展其国内计划,已成为签署国际间互认协议的重要条件^[1]。目前提供能力验证的机构有国际权威机构如欧洲认可合作组织(European Co-Operation for Accreditation, EA)、国际计量委员会(International Committee for Weights and Measures, CIPM)、亚太计量规划组织(Asia/Pacific Metrology Program, APMP)、国际实验室认可合作组织(International Laboratory Accreditation Cooperation, ILAC)、亚太实验室认可合作组织(Asia Pacific

Laboratory Accreditation Cooperation, APLAC)和国内权威机构如CNAS、CNAS互认的认可机构的能力验证计划提供者(Proficiency Testing Provider, PTP)、测量审核实施机构、其他符合要求的政府部门及行业机构。

CNAS根据ILAC和APLAC相关要求制定了能力验证政策和要求,组织开展能力验证活动并参加国际能力验证计划,CNAS要求申请认可和获准认可的实验室和检查机构必须通过参加相关的能力验证活动证明其技术能力。根据不同的检测子领域有不同的能力验证频次要求(从1年1次到1年4次不等)。卫生理化检验领域的能力验证频次最低1年1次,实施内容涉及食品领域的重金属、添加剂、食用着色剂^[3]。通过参与能力验证活动,卫生理化实验室的检测能力得到不断提高,项目不断扩展。

近年来为应对重大突发事件,实验室认证认可主管部门——国家认监委(CNCA)组织了一系列紧急状态下的能力验证活动,如,2001年为应对欧盟对我国花生产品黄曲霉毒素含量超标的质疑,组织了黄曲霉毒素的能力验证。2003年为应对日本对我国出口冷冻菠菜毒死蜱残留超标的质疑,组织了蔬菜农残检测能力验证。2008年为应对三鹿婴幼儿奶粉事件,组织了乳制品中“三聚氰胺”检测能力验证^[4]等。

收稿日期:2010-03-17

基金项目:国家十五科技支撑计划(2001BA804A33);广东省“十一五”医学重点专科项目(粤卫[2008]50号)

作者简介:邓秀燕 女 硕士生 研究方向为理化检验

E-mail: dshuijing@yahoo.com.cn

通信作者:罗建波 男 主任技师 研究方向为质量管理和理化检验 E-mail: lyzbb@21cn.com

1 能力验证的目的和意义

当前,食品安全问题,化妆品添加剂和职业危害等理化物质引起的公共卫生问题越来越引起政府和消费者的关注,卫生领域理化检验实验室在政府部门进行公共卫生领域监管和对外检测服务等方面显示了极其重要的技术支撑作用^[5]。随着经济的全球化,我国作为世界贸易组织的成员国正在加快建立与国际接轨的检测实验室^[6]。如何提高公共卫生领域理化实验室的检测能力和水平,使实验室的检测结果在国际上得到互认是公共卫生领域理化实验室的发展要求。《食品安全法》^[7]的实施要求食品检验机构必须具备更高的检测和管理水平,出具准确、可靠、真实的数据。能力验证活动作为国内外公认的判断和监控实验室检测能力的有效手段,已经在公共卫生领域理化实验室得到开展。

卫生理化实验室通过参加能力验证活动,不但能检查设备性能和运行状态、检验人员素质和操作水平、标准物质的应用、化学试剂的纯度和实验用水是否符合要求^[8],还能有效地监控实验室能力的维持情况,发现实验室在工作中存在的问题并制定相应的改进方法和纠正措施,进而增加客户对实验室出具检测数据的信任度,满足管理部门和社会公证活动的需要^[9]。促进实验室间合作和经验交流,促进检测市场的形成和提高市场竞争力,有利于检测系统资源的开放^[10]。由此可见,科学、有效地组织和运作能力验证活动,对提高公共卫生理化实验室的技术能力,确保出具报告的质量,提高国际竞争能力,打破国际技术贸易壁垒,具有十分重要的意义。

2 能力验证的程序

组织实施能力验证活动要经过组织和设计→制样→分发样品→反馈结果→数据处理→能力评定→报告→与实验室沟通→纠正措施→确定的程序^[11]。

2.1 组织

组织者一般是权威机构。其同时应具备制定能力验证计划、掌握能力验证数据统计方法能力,具有一定管理职能的机构或具有能力验证计划提供者资格的实验室。

2.2 设计

组织实施者应根据实施的目的要求配备技术专家、统计专家及协调者进行能力验证计划的设计。设计内容包括定制一项或多项测试项目、选择参加对象、确定方法程序等。另外组织者应将计划

方案文件化并与能力验证提供者的资质证明或能力证明材料,预计参加计划的实验室、作业指导书等上交国家认监委审批。计划批准后,组织者发布能力验证通知,包括具体项目的信息、报名程序、规则要求、联系信息等。通知中可以直接邀请有关实验室参加,实验室也可以自愿申请参加。

2.3 制样

组织实施者整理参加机构名单,进行样品的选择、样品的制备、样品稳定性和均匀性的确认。样品制备好后进行分包和包装、贴标签。制定作业指导,明确样品的发送时间以及结果返回时间。

2.4 分发样品

组织实施者将样品和作业指导书一并发放到参加能力验证的实验室,并对其接收样品情况进行确定,确保参加者收到完好的测试样品。

2.5 反馈结果

参与实验室在规定的时间内完成测试后,按照规定及时提交的测试结果。

2.6 数据处理和能力评定

组织实施者整理参加者提供的结果和资料。根据计划中拟定的统计分析方法进行结果分析和评定,编制能力验证结果报告。

2.7 报告

组织实施者向组织者报送能力验证结果。组织者向能力验证参加者发布结果报告。结果报告应包括所有实验室结果分布的数据,以及对各参加者的说明,技术分析和建议。

2.8 沟通与纠正

对于能力验证活动中出现离群值的实验室,组织者可以针对分析的原因提出建议,或是要求参与者采取相应的自查措施,或要求实验室在规定时间内向CNAS提交相关项目的检测、校准或检查的原因分析和可消除怀疑的证明材料等进行整改。能力验证的组织者和组织实施者具有对参加实验室的身份保密的义务。

2.9 确定

CNAS可以利用能力验证结果对参与实验室采取警告、暂停、撤销资格等处理措施^[1,12-14]。

3 公共卫生领域理化检验能力验证工作的现状

随着实验室质量管理工作的不断深入,认证认可制度的不断完善,能力验证作为有效评价实验室出具准确数据能力的有效措施得到了广泛的应用。能力验证实践活动从方案设计到统计分析得到不断规范、补充、完善和提高^[1,4]。实验室在不断参与能力验证活动中能力得到了不断的改善。

3.1 方案设计

能力验证计划的组织和设计是整个活动是否取得成功的关键,好的计划不但可以检测到实验室真正的能力水平,发现不足之处,还使各方面更好地利用能力验证的结果,避免和减少由于多个部门开展相近项目内容的能力验证而造成资源的浪费,还可以避免和减少不科学的项目而产生的不必要纠纷,减轻实验室负担^[4]。

3.1.1 确定能力验证活动的目的和性质 由于公共卫生领域理化检验的特殊性质,在制定计划前必须明确这次活动的目的,制定实验项目。

2009年认监委为了配合《食品安全法》的发布,提高食品检测实验室水平,进行了食品添加剂能力验证项目的征询^[4]。然后组织相关领域的技术专家,根据公共卫生领域理化实验室仪器配备水平,人员素质等检验能力现状确定能力验证性质(强制或自愿)检验项目和拟参与机构。如06、08、09年CNAS组织的能力验证计划相关说明中^[14-16],公共卫生领域理化项目一般以自愿性的技术能力考核参加为原则。

3.1.2 样品制备方式和检测方法的设计 一般选与日常检测物品的材料相似或同一属性的样品,进行定量分析^[17]。公共卫生领域理化检验的对象都是与生活及健康密切相关的物质,其特点是基体复杂。根据实际情况,可以采取不同的设计方式,有单一水平样品设计^[18]、分割对设计^[19]、分割水平设计^[20-22]。卫生理化考核样最常使用的样品设计是分割水平,即制备试样被测量的值在两种量值以上,使参加能力验证的实验室进行多于1次(如两次或两次以上)的相同检测,这样组织者既能够发现参加实验室之间的差异,又可以发现参加实验室内部的差异,尽可能地避免实验室间出现互相篡改和伪造结果的现象^[23]。样品检测方法的选择应根据组织者的目的和要求、参加实验室测试设备准确度及各参加机构的最低检测水平,以避免各参加实验室都在比较低的检测准确度上进行比对试验,进而避免检测结果的报出值有效位数太少,引起比对数据结果的不对称^[23]。一般建议参加实验室采用与日常使用的分析方法一致,或使用国内行业标准、国家标准、国际标准方法,或特殊情况下也可以由提供者指定特定的方法检验^[8]。

3.1.3 相关技术的设计 方案的设计还要考虑样品其他问题如数量必须足够并有余,采用的制备技术,技术是否符合相关规定。样品的包装是用安瓿装^[21]、铝箔^[22]还是塑料材质^[24]或其他。分发样品的方式,样品均匀性和稳定性检测采取的方法,及

其问题的控制和评价。对于卫生理化检验,大部分是定量分析的能力验证,通常需要对数据进行统计分析,计算有关的统计量。组织者和专家要根据上面的因素和预先估计回收的结果的形式设定相应的统计分析方法并进行审定,结果报告方式和保密考虑,能力验证持续时间不能太短或太长,以免因为时间的影响而导致结果的误差^[17]。

3.2 样品制备

3.2.1 制备技术与方式 卫生理化检验能力验证提供者应选择材质均匀的材料来制作验证样。验证样品的制备必须按照测试项目所属的相关专业的国家标准或技术规范和依照现有的技术条件和预期用途来进行。大部分采用批量方法制备,可以采用已知纯度的化学试剂,和经过国家定量检定的衡器准确配置,有时为了特殊预期用途,可以向实际基体样中加入目标标准物来实现^[25]。卫生理化检测样品常用制备方式根据考核目的而有所不同。常用方式可以是有证标准物直接应用,也可以如2005年组织的鳗鱼中孔雀石绿残留量检测的能力验证^[26],为了反映实验室实际日常检测水平,采用含有待测成分的天然鳗鱼样品制造而成。还可以采用标准加入法,如辣椒油中苏丹红I号检测能力验证,则往制备好的辣椒油中按目标加入适量有证标准苏丹红溶液制成考核样^[27]。还有一种是稀释法,如袁德印和杨运霞^[28]取正常人尿液,陈文胜等^[29]取购买的有证标准样作为高浓度考核样,然后按适当比例稀释成相应的中低浓度考核样。于光前等^[30]则是综合采用了第二种和第三种方式制备考核样。

3.2.2 制备过程考虑的因素 样品的质量是保证检测结果准确性和可靠性的第一环节,样品质量受时间和空间的影响,受诸多因素的制约^[31]。为了确保能力验证结果的真实、可靠、公平,必须使各个参加实验室获得相同的样品,每个样品的检测量不存在显著性差异,样品的一致性对利用实验室间比对进行能力验证至关重要,样品的制备除了要考虑GB/T 15483—1999《利用实验室间比对的能力验证导则》^[32]的相关要求外,还要考虑其他如制备液态的样品,要考虑搅拌方式、时间、速度和范围等^[33],固体类的粉末混合物还要考虑粉末的粉碎程度、均匀度、粒径、样品混匀的方式,尽可能使样品均匀一致,确保能力验证中出现的不满意结果不归咎于样品之间或样品本身的变异性^[2,34]。因此,对于能力验证样品的检测特性量,必须进行均匀性检验和(或)稳定性检验。

3.2.3 均匀性和稳定性的检测 进行均匀性和稳

定性的检测所需要的样品量应建立在数理统计学基础上,使所取样品能代表样品的总体特性^[34]。《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》从样品总体中随机抽取10个或10个以上的样品用于均匀性检验,一般总体单元数 $N < 1\ 000$ 时,随机抽取15~20个(套),至少 ≥ 10 个(套);当 $N \geq 1\ 000$ 时,抽取数为 $2\sqrt[3]{N}$ 个(N 为总单元数)。对抽取的每个验证样,在重复条件下至少测试2次,一般为3次或3次以上^[35]。由同一实验室、同一人员、采取同一种方法、同一设备来完成^[2]。用于均匀性和稳定性检验的测定方法和仪器设备的准确度、重复性要求,皆应满足测试项目的相关国家标准、国际标准(GB和ISO等)、国家计量检定规程、计量技术规范(JJG和JJF等)的规定。其准确度和灵敏度不应低于能力验证计划预定测试方法和设备的准确度和灵敏度。当验证样有多个待测特性量时,可从中选择有代表性和对不均匀性敏感和稳定性敏感的特性量进行均匀性和稳定性检验^[36]。

3.2.4 均匀性和稳定性的评价 卫生理化检验能力验证常用到的均匀性检验方法有方差分析法^[37-40]和均匀性标差法^[36],有时用到 t 检验法^[41]、极差检验法^[35]和平均值一致检验法^[42]等。验证样的稳定性受环境和包装,贮存和时间条件影响很大,在能力验证整个期间应按照样品实际接触情况定期地进行特性量值的稳定性检验,检验的时间间隔可按先密后疏的原则安排,并按各项目的特点进行相应的规定,视整个能力验证期间的长短,应有多个时间间隔的监测数据^[35]。稳定性检验的统计方法有 t 检验法^[27,40]、 $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$ 准则法^[36]。

3.3 结果统计技术

能力验证的提供者收集参加实验室反馈回来的结果后进行统计分析和评价。能力验证的结果可以多种形式出现,并构成各种统计分布。分析数据的统计方法应与数据类型及其统计分布特性相适应。无论使用哪一种方法对参加者的结果进行评价,一般应包括以下几方面内容:①确定指定值;②计算能力统计量;③评价能力^[43]。

传统的基于正态分布的统计方法在实际应用的过程中会受到离群值的影响,会使统计量和统计推断的结果发生较大的变化,导致不合理的甚至完全错误的结论。统计专家会进行数据的稳健化处理,采取主观判断或用离群值检验法识别出离群值,然后将其剔除,剩余样本再用传统的正态方法。这种方法虽然比直接使用传统的统计方法稳健性要好些,但离群值难于判断和剔净,即使在剔除离群值之后,也很难保证剩余的数据完全符合原假定

模型^[44,45]。稳健统计技术是当前国际上实验室能力验证中最常使用的统计方法,也是《能力验证结果的统计处理和评价指南》推荐的统计技术之一,是基于测试结果或数值可以根据需要经过变换后服从正态或近似正态分布的假设。是使极端结果对平均值估计的影响减至最小的技术^[43]。能够适用于大部分的比对试验能力验证计划。

为了公正地评价参加实验室,以及促进实验室之间和方法之间的协调一致,应有确定的指定值^[43]。指定值的确定方法有多种,可以采用已知值作为公认值^[46],或以参加实验室所获得结果的稳健统计的中位值作为指定值^[22,47];也可采用多个专家实验室协作定值,参加定值的单位一般技术水平先进,有好的质控工作和丰富的检测经验^[30]。指定值确定后,计算相关的统计参数对结果进行评价。可以采用 t 临界值检验法剔除离群值后,再将检测结果与标准值之差的绝对值是否超出不确定度范围进行评价^[48]。目前普遍通过稳健技术各参数的计算,以 Z 比分数来评价参加实验室的检测能力状况, $|Z| \leq 2$ 的结果为正常值,说明实验室目前检测能力状况为满意; $2 < |Z| < 3$ 的结果为可疑值,说明实验室目前检测能力状况有问题; $|Z| \geq 3$ 的结果为离群值,说明实验室目前检测能力状况不满意^[43]。如果是单一样品的结果,采用单一 Z 比分数法进行结果的统计学评价, Z 比分数的符号可以表明结果太高(正)或太低(负),但不能确定离群是由于实验室间变动还是实验室内变动,或者是由二者所造成^[49]。如果是样品对的结果,将计算两个 Z 比分数,即实验室间 Z 比分数(ZB)和实验室内 Z 比分数(ZW),只要其ZB或ZW中有一个结果 $|Z| \geq 3$,即判定其结果为不满意,符号可以表明结果的方向和哪种变动引起的^[21,50,51]。

3.4 项目开展

能力验证的项目是根据能力验证目的来定。自从我国专门设立了能力验证部门开展相关工作以来,实施第一个满足国际要求的能力验证项目就是卫生理化检测项目^[52]。为了能够全面真实有效地检测各个领域理化实验室的能力,加强实验室能力建设,积极配合中央经济工作会议提出的“质量与安全年”活动和食品安全整顿工作方案,国家认监委继续在一些社会热点和重点关注的领域组织开展实验室能力验证工作,项目含盖了各个方面。

从2005年到2009年,国家认监委组织实施的卫生理化检测能力验证项目^[53-58]见表1。从1999年到2009年,CNAS组织实施的卫生理化检测能力验证项目^[14-16,59-65]见表2。2008年中实国金首批

开展的化学分析能力验证计划项目有^[66]:①NILPT-0164 水中 Ni、Cd、Pb 含量的测定;②NILPT-0165 水中铵的测定铵氮;③NILPT-0166 水中 Ca、Mg 及总硬度的测定。

表1 2005-2009年CNCA组织实施的卫生理化检测能力验证项目

实施年份	计划名称
2005	苏丹红一号检测;食品中山梨酸、苯甲酸的检测;白酒中甲醇、杂醇油的检测;水果罐头中合成着色剂的检测;小麦粉中过氧化苯甲酰的检测;蔬菜中毒死蜱等农残检测;果汁中L-脯氨酸的检测;鳗鱼中孔雀石绿的检测。
2006	酱油中氯丙醇检测能力验证;啤酒中原麦汁浓度、双乙酰检测;高钙奶中钙的测定;葡萄酒中干浸出物和酒精度检测;紧压茶(边销茶)中氟的检测;糖中还原糖的测定;蜂蜜中果糖和葡萄糖的测定;浓缩水果汁中农药残留量测定。
2007	果汁饮料中甜蜜素的测定;禽蛋中的苏丹系列染料检测;酱油中氨基酸态氮检测;食品中氯霉素残留量检测;食用植物油中BHA/BHT检测;猪肉中硝基咪唑类代谢物呋喃它酮检测;水产品中恩诺沙星检测;营养强化剂钙粉中铅、钙检测;果汁中6种拟除虫菊酯类农药残留检测。
2008	水产品中甲醛检测;茶饮料中咖啡因的测定;花生中黄曲霉毒素检测;猪肉中恩洛沙星的检测的能力验证;生活饮用水中铁、锰检测;乳粉中硝酸盐检测;果汁中甲胺磷检测;饮料中乙酰磺胺酸(安赛蜜)检测;白砂糖中二氧化硫测定;化妆品中4-羟基苯甲酸甲酯、4-羟基苯甲酸丙酯含量的测定;麻痹性贝类毒素检测;大米中镉的测定。
2009	茶叶中毒死蜱、联苯菊酯检测等多种农药残留量测定;猪肉中莱克多巴胺残留量检测;食品中非法添加物的检测;食用植物油中脂肪酸的分析测定;饮料中胭脂红的测定;蜂蜜中羟甲基糠醛含量的测定;室内空气中的甲醛含量的测定;番茄粉中番茄红素与铜含量检测;果汁中脱氢乙酸的测定;饮料中甜味剂、防腐剂检测。

表2 1999-2009年CNAS组织实施的卫生理化检测能力验证项目

实施年份	计划名称
1999-2004	酒中甲醇、杂醇油;面粉中过氧化甲酰、灰分、蛋白质;水中Cu、Pb、Zn、Cd、Fe、Mn;奶粉中蛋白质、灰分、Pb、Cu;蒸馏酒甲醇、杂醇油;饮料中糖精钠、苯甲酸;有机氯农药艾氏剂、狄氏剂、七氯残留;水中苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、异丙苯和苯乙烯;溶液酸度(pH);有机氯农药γ-666、p,p'-DDE;茶叶感官品质、水浸出物、Pb;化妆品Pb、Hg、As;空气中甲烷、异丁烷;食品苯甲酸、糖精钠;水中氯、硝酸根、硫酸;工业废水中As、Pb、Cr、Cd;水中氯仿、四氯化碳、三氯乙烯和四氯乙烯;水中As、Se、Hg、Cr(VI);白酒中Pb、Mn、甲醇、杂醇油;大豆中蛋白质、脂肪、膳食纤维、Ca、Fe、Zn。
2005	乳粉中灰分、蛋白质、维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、Vpp;水中化学需氧量、挥发酚、总磷和总氮;水Ca、Mg、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻ ;水中Cr(Ⅲ)、Cr(Ⅵ);水中THg、TFe、TSn;海产品中有机氯农药和六氯苯、林丹、DDE、DDT、PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153、PCB180;蛋粉中胆固醇;饮料中柠檬黄;贻贝干中Pb、Hg、Cd;鳗鱼中恶唑酸;玉米中甲萘威、克百威;鸡肉组织中二氯二甲吡啶酮。
2006	空气中二氧化硫(10~100 μmol/mol);水中氯化物、氟化物、硝酸盐、硫酸盐;水质总硬度;茶叶中Pb、水浸出物、总灰分、粗纤维;室内空气中总挥发性有机化合物(TVOC)中的苯、甲苯和十一烷;白酒中Pb、Mn、甲醇、杂醇油;饮料中乙酰磺胺酸钾;禽肉中的己烯雌酚;白砂糖中蔗糖分、还原糖分、电导灰分、色值、二氧化硫;食品(饼干)中日落黄、苋菜红;玉米中氯氟菊酯、溴氟菊酯;食品(牡蛎)中Hg、As、Pb、Cd;花生中黄曲霉毒素B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 。
2007	原子吸收分光光度法和旋光度法测定口服补液盐Ⅱ中钾、葡萄糖;酱油中Pb、As;奶粉中蛋白质、脂肪。
2008	水中Cu、Pb、Zn、Cd、Ni、Cr、Fe、Mn;水中BOD;水中氟化物、氯化物、硝酸盐、硫酸盐和溴酸盐;粮食中Pb、Cd。
2009	化妆品中Pb、As;白酒中甲醇、杂醇油、Pb、Mn;水中α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、p,p'-DDE、p,p'-DDT、o,p'-DDT、p,p'-DDD;水中混合烃;大米粉中2,4-DDT、γ-六六六、δ-六六六、氰戊菊酯;茶叶中水分、总灰分、水浸出物、Pb。

3.5 能力验证现行有效的法规

我国很早就开展实验室间比对活动了,但一直没有形成规范的体系。1998年为了实现加入APLAC-MPA的目标,将ISO/IEC指南43转化成我国国家标准GB/T 15483—1999,使我国能力验证工作有了法规层面上的依据^[52]。为了满足国际国内要求,我国相关部门不断加大推动能力验证工作的力度,不断补充和完善能力验证活动的法规,为能力验证工作提供依据。目前我国能力验证现行有效的相关法律法规有:GB/T 15483—1999 利用实验室间比对的能力验证^[32];实验室能力验证实施办法(认监委2006年公告第9号)^[13];CNAS-PD22 测量

审核程序^[67];PD21 能力验证工作程序 A1^[68];CNAS-RL02;2007《能力验证规则》^[3];CNAS-GL02:2006 能力验证结果的统计处理和评价指南^[43];CNAS-GL03:2006 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南^[36];CNAS-CL03:2006 能力验证计划提供者认可准则^[69];CNAS-WT21-01-01A1 能力验证计划设计方案^[70]。

4 能力验证存在的问题及建议

4.1 存在问题

近几年来通过不断完善和规范能力验证,使我国卫生理化实验室的检测能力和管理水平得到有

效的提高,帮助实验室发现存在问题并促进其改进,更有效地发挥作为一种实验室能力考核和监督的手段,但还存在不足的地方^[4,71]。

4.1.1 检测方法方面 每次的能力验证活动,提供者通常会要求参加实验室采用日常检测使用的检测方法,以求能客观地反映参加实验室的实际检测能力。由于实验室检测方法或者检测设备比较落后,难以准确检测能力验证样品。或实验室检测方法本身有问题,即使规定某个检测方法,由于实验室从来没操作过,不能很准确地理解和掌握检测方法,往往导致不满意的分析结果。

4.1.2 统计方面 常用四分位稳健统计方法。采用现行的统计评价方法可能会使某些参加实验室在不同的计划中的能力验证结果不一样。这会引起部分参加实验室对结果的争议。

4.1.3 运作方面 由于我国能力验证起步比较晚,检测实验室的总体覆盖率低,开展领域和项目也不全面,不能满足实验室的需要。我国经过 CNAS 认可的能力验证提供者中多数为非职业能力验证提供者,技术水平不成熟,市场竞争力有限。一些参加验证的实验室过分重视对能力验证样品的检测结果,通常会安排不同的人、不同的检测仪器和不同的检测方法对能力验证样品反复进行检测,所以结果并不是实验室的真实反映。许多实验室可能只是迫于 CNAS 认可或监督评审的要求,而非出自其自身质量管理的需要,把参加能力验证作为一项负担,草率应对,往往导致不同实验室间串通结果的情况出现。而且单次能力验证只反映一次检测结果的水平,并不完全代表日常工作水平。因为任何实验室都有“倒霉”的时刻,恰好在能力验证这段时间在仪器或环境方面或是人员方面出现意外情况,所以一次的测定只能说明一次活动的能力,同样,在某一次计划中的不成功表现,也许反映的是实验室偶然偏离了正常的状态,判断其能力不应基于一次纯粹的测试结果上。

4.2 建议

①组织者应仔细考虑参加实验室的仪器和人员的水平并针对检验结果的精确度来确定检测方法。提供者应对方法进行相关的说明和注明具体操作要求和注意事项,尽可能采用易于理解和掌握的方法。样品制定的浓度水平应普遍适用于参加实验室的检测准确度和灵敏度。

②针对能力验证结果分析使用的四分位稳健统计方法存在不同批次结果评价不一致的现象,建议在确定指定值上要做充分的考虑,单纯的以批次中位值作为指定值,评价结果就受总体结果趋势的

影响。除采用单纯四分位稳健统计方法外可综合其他统计方法,如极差范围以及检测方法允许的误差范围等多方法对结果进行评价。

③应对能力验证组织和提供者进行培训,鼓励能力验证提供者多参加国际间的能力验证活动,鼓励有能力的提供者多开展相关活动,从工作中积累经验,以促进其快速发展。

④将能力验证的目的和意义进行良性的引导和宣传,正确认识能力验证的作用,使参加者转变观念,将被动接受考核转变为积极主动参加,并将其结果和经验纳入日常工作中,使对待能力验证考核和日常检测保持一致的心态。

⑤加强防止实验室间串通结果的相关样品设计手段,如采用多个分割水平样,进行多个随机组合,参加实验室要进行随机编码,同一区域的实验室代码不能相连等,从技术层面保障能力验证的有效性。同时也要进行相应的指导,让参加实验室认识到有义务去防止串通行为的发生。

⑥适当增加能力验证的频次,从不同的时期和不同的层次上了解实验室的日常检测能力水平。同时加大能力验证实施的范围和扩大能力验证检测项目的开展,满足实验室需求。

⑦对卫生理化实验室工作来说,固体测试样的制备和检测不但技术要求高而且操作复杂,无论对能力验证提供者还是参加实验室,都是巨大的挑战。然而固体样品是实验室日常工作的主要对象,而目前能力验证提供的大部分考核样都是液态。为了更真实反映实验室的实际检测能力,建议能力验证提供者多提供固体样的考核和开展交流和研讨活动,从实践过程和学习过程中找方法以解决相关技术难题。

5 结语

经过近 10 年的努力,卫生理化实验室能力验证工作有了很大的发展,已经制定了能力验证的相关管理和技术文件,开展的项目也不断扩大和深入,积累了丰富的工作经验。同时积极配合响应质量安全活动和食品安全卫生工作,配合食品安全法的实施,重视民生焦点关注的卫生事件,不断提高加大实验室在应对重大突发事件的能力的验证考核力度。通过能力验证活动,实验室的检测能力和质量管理水平也得到长足的进步,为社会稳定、国民经济又快又好发展、维护人民群众利益提供了必要的技术支持和保障。但无论是较之实验室质量保证的需求、政府对实验室监督管理的需求、职业化能力验证提供者的需求,还是对于新领域检测技术

的需求都还有一定的距离。需要进一步完善能力验证管理体制,建立权威的能力验证信息平台,加强对能力验证技术的研究和开发^[72]。如近年来生活饮用水水质检测项目的扩展,新的食品添加剂的应用等这些领域的的能力验证还有很多没有开展。因此,卫生理化能力验证在很多方面还有待深入研究和实践,不断补充和完善,更好地促进我国实验室检测能力水平的提高,与国际接轨,实现我国经济和社会更快更好发展。

参考文献

- [1] 中国实验室国家认可委员会编. 能力验证指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2001.
- [2] 李锦程, 陶坪, 王冬妍, 等. 对实验室能力验证的认识[J]. 现代测量与实验室管理, 2006(6): 35-37.
- [3] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS—RL02: 2007 能力验证规则[S]. 2007-04-30.
- [4] 李文龙, 郭栋. 有效发挥认监委对全国实验室能力验证工作的管理职能[J]. 现代测量与实验室管理, 2009(1): 34-39.
- [5] 韩见龙. 卫生理化检验在疾病预防控制中作用的探讨[J]. 浙江预防医学, 2003, 15(11): 52.
- [6] 杨杏芬, 罗建波. 建设国家认可实验室, 向国际管理模式看齐[J]. 华南预防医学, 2002, 28(3): 1-2.
- [7] 中华人民共和国食品安全法[S]. 2009.
- [8] 杨风华. 原子吸收光谱法能力验证结果分析[J]. 上海预防医学杂志, 2008, 20(3): 131-137.
- [9] 李磊. 组织开展能力验证, 提高实验室技术能力[J]. 上海计量测试, 2006, 33(5): 49-50.
- [10] 李彦春, 李洪贤, 赵振伟. 环境监测站做好实验室能力验证工作的思考[J]. 黑龙江环境通报, 2008, 32(3): 18-20.
- [11] 于欣. 能力验证在实验室认可活动中的应用[J]. 中国药事, 2005, 19(12): 729-731.
- [12] 邢建, 池靖, 徐琳. 开展实验室能力验证是环境监测质量管理的重要环节[J]. 现代测量与实验室管理, 2006(3): 44-46.
- [13] CNCA. 实验室能力验证实施办法[S]. 2006-05-01.
- [14] CNAS. 关于公布 CNAS 2009 年度第一批能力验证计划的通知[S]. (秘)(2009)10 号. 2009-01-23.
- [15] CNAS. 关于公布 CNAS 2006 年度第二批能力验证计划的通知[S]. (秘)(2006)24 号. 2006-08-10.
- [16] CNAS. 关于公布 CNAS 2008 年度第二批能力验证计划的通知[S]. (秘)(2008)40 号. 2008-04-01.
- [17] 戴润生. 计量管理基础知识系列讲座 第八讲 比对和能力验证[J]. 江苏现代计量, 2008(5): 10-14.
- [18] 郭亚东, 沈园, 阿不都, 等. 2006 年新疆六大系统实验室间能力验证比对结果分析[J]. 地方病通报, 2008, 23(1): 60-62.
- [19] 修宏宇, 贺新洋. CNAL/T0086 水溶液 pH 值测定能力验证分析[J]. 化学分析计量, 2004, 6: 63-65.
- [20] 骆劲松, 蔡延平, 周昱, 等. CNAL T0102 化妆品安全卫生项目检测实验室间比对的能力验证[J]. 检验检疫科学, 2004, 14(增刊): 11-16.
- [21] 李学梅, 洪正, 董明强, 等. 浙江省水质中汞检测能力验证计划结果分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(11): 2255-2257.
- [22] 郎燕玲, 林仁权, 吴文兰. 参加“CNAS T036 奶粉的营养成分和微生物检测”能力验证结果分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(9): 1893-1894.
- [23] 吕文, 陈晓健. 能力验证试样选择的探讨[J]. 现代测量与实验室管理, 2009(1): 36-39.
- [24] 中国合格评定国家认可委员会, 湖北省产品质量监督检验研究院. CNAS T0366 酱油中重金属检测报告[S]. 2008-03-10.
- [25] 国家环境保护总局. HJ/T 173—2005 环境标准样品研复制技术规范[M]. 北京: 中国科学出版社, 2005.
- [26] 杨方, 蔡春平, 余孔捷, 等. 鳊鱼中孔雀石绿残留量检测能力验证分析[J]. 化学分析计量, 2007(3): 59-61.
- [27] 彭涛, 肖良, 袁家齐, 等. 辣椒油中苏丹红 I 号检测能力验证研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2006, 18(5): 408-412.
- [28] 袁德印, 杨运霞. 尿碘内质控样品的制备方法[J]. 预防医学文献信息, 2002, 8(4): 430-431.
- [29] 陈文胜, 刘礼平, 罗建波, 等. 广东省卫生防疫检验机构实验室间比对结果分析[J]. 华南预防医学, 2002, 28(2): 41-42.
- [30] 于光前, 万桂敏, 石玉霞, 等. 地方性氟中毒监测样品氟成分质控样品的研制[J]. 中国地方病防治杂志, 2002, 17(2): 87-89.
- [31] 梁旭霞, 朱炳辉, 罗建波. 理化实验室内部质量控制[J]. 华南预防医学, 2008, 34(4): 70-72.
- [32] 中国实验室国家认可委员会. GB/T 15483—1999 利用实验室间比对的能力验证[S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.
- [33] 彭涛, 肖良, 李晓娟, 等. 茶饮料中苯甲酸、山梨酸检测能力验证研究[J]. 食品科学, 2008, 29(12): 595-600.
- [34] 刘金环. 人发质控标准样品的制备、检验及应用[J]. 中国计量, 2003(6): 51-52.
- [35] 王承忠. 实验室间比对的能力验证及稳健统计技术, 第四讲能力验证试样的均匀性和稳定性检验[J]. 理化检验-物理分册, 2004, 40(10): 533-538.
- [36] CNAS. CNAS—GL03: 2006 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S]. 2006-06-01.
- [37] 王逸骏, 王敏, 周昱. 标准物质均匀性检验剖析[J]. 理化检验: 化学分册, 1997, 33(10): 468.
- [38] 陈鹭平. 实验室间水平测试样品的均匀性试验[J]. 国外分析, 2000(4): 40.
- [39] 柯瑞华. 化学分析用标准物质的均匀性检验和标准值准确度的保证[J]. 冶金分析, 1996, 16(2): 53.
- [40] 陈其勇. 植物油中七氯等 3 种有机氯农药检测能力验证研究[J]. 环境与健康杂志, 2007, 24(10): 811-813.
- [41] 刘虎生, 王耐芬, 王小燕. ICP-MS 法对人发标准中痕量稀土元素的均匀性检验[J]. 光谱学与光谱分析, 2000, 20(4): 522.
- [42] 佟克兴, 张华, 肖良. 酱油中 3-氯-1, 2-丙二醇检测能力验证[J]. 理化检验: 化学分册, 2008, 44(4): 380-383.
- [43] CNAS. CNAS—GL02: 2006 能力验证结果的统计处理和评价指南[S]. 2006-06-01.
- [44] 封跃鹏. 稳健统计技术及其在实验室能力验证数据处理中的应用[J]. 化学分析计量, 2007(2): 55-57.
- [45] 王丽玲. 能力验证、实验室间比对常用统计技术及评定方法[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(8): 985-986.
- [46] 王立前, 魏东明, 张榆霞. 水中超低浓度化学需氧量检测的能力验证[J]. 环境科学与管理, 2006, 31(7): 149-153.
- [47] 叶士伶. 稻谷脂肪酸值能力验证试验结果与分析[J]. 中国计量, 2008(4): 77-78.

- [48] 罗建波. 2001-2003年广东省疾控机构卫生检验能力验证结果评价[J]. 华南预防医学, 2003, 29(5): 23-26.
- [49] 郑明岚, 蔡建民, 楼晓明, 等. 2005年浙江农村水质检测实验室质量控制考核结果分析[J]. 中国预防医学杂志, 2007, 8(5): 533-535.
- [50] 李秀维, 李淑华, 谷云有, 等. 2004年全国碘缺乏病实验室尿碘检测能力验证报告[J]. 中国地方病学杂志, 2006, 25(1): 104-106.
- [51] 胡立军, 虞精明, 谢勤美, 等. 溶剂解吸—气相色谱法测定作业场所中苯、甲苯、二甲苯的能力验证[J]. 上海预防医学杂志, 2007, 19(12): 627-628.
- [52] 宋桂兰. 能力验证工作的历史回归[J]. 中国计量, 2009(2): 35-36.
- [53] CNCA. 国家认监委2005年能力验证计划[EB/OL]. [2009-08-06]. <http://www.cnca.gov.cn>.
- [54] CNCA. 国家认监委实验室能力验证技术报告汇编 2006[M]. 北京: 中国计量出版社, 2007.
- [55] CNCA. 国家认监委实验室能力验证技术报告汇编 2007[M]. 北京: 中国计量出版社, 2009.
- [56] CNCA. 国家认监委2008年能力验证计划A类项目[EB/OL]. [2009-08-06]. <http://www.cnca.gov.cn>.
- [57] CNCA. 国家认监委2008年能力验证计划B类项目[EB/OL]. [2009-08-06]. <http://www.cnca.gov.cn>.
- [58] CNCA. 国家认监委2009年能力验证计划B类项目[EB/OL]. [2009-08-06]. <http://www.cnca.gov.cn>.
- [59] CNAS已开展的能力验证计划目录(1999.5-2006.12)[EB/OL]. [2009-08-06]. <http://www.cnas.org.cn/extra/col27/1168929497.doc>.
- [60] CNAS实认委. CNAL 2005年度能力验证计划目录[S]. (秘)(2005)3号. 2005-02-06.
- [61] CNAS实认委. CNAL 2005年度第二批能力验证计划目录[S]. (秘)(2005)27号. 2005-06-09.
- [62] CNAS实认委. CNAL 2006年度第一批能力验证计划目录[S]. (秘)(2006)23号. 2006-03-15.
- [63] CNAS认可委. CNAS 2007年度第一批能力验证计划目录[S]. (秘)(2007)19号. 2007-02-05.
- [64] CNAS认可委. CNAS 2008年度第三批能力验证计划目录[S]. (秘)(2008)128号. 2008-09-16.
- [65] CNAS认可委. CNAS 2009年度第二批能力验证计划目录[S]. (秘)(2009)28号. 2009-03-23.
- [66] 2008年中实国金首批开展的化学分析能力验证计划[J]. 冶金分析, 2008(7): 29.
- [67] CNAS. CNAS-PD22 测量审核程序[S]. 2006-10-12.
- [68] CNAS. CNAS-PD21 能力验证工作程序 A1[S]. 2006-12-01.
- [69] CNAS. CNAS-CL03:2006 能力验证计划提供者认可准则[S]. 2006-06-01.
- [70] CNAS. CNAS-WT21-01-01A1 能力验证计划设计方案[S]. 2006.
- [71] 吴忠祥, 邱争, 马小爽. 环境检测实验室能力验证的相关问题探讨[J]. 中国计量, 2009(2): 41-42.
- [72] 李文龙, 郭栋. 加强能力验证体系建设, 促进检测机构水平提高[J]. 现代测量与实验室管理, 2010(1): 38-40.

《中国食品卫生杂志》2011年征订启事

《中国食品卫生杂志》为中华预防医学系列杂志, 为中文核心期刊、国家科技部中国科技核心期刊, 被中国知网(CNKI)全文收录。

所设栏目有: 专家述评、论著、实验技术与方法、监督管理、调查研究、综述、食品中毒、CAC专栏及法规文件等。通过本刊可以及时掌握食品卫生领域的最新科研动向、食品安全监管、食品安全事故处理以及国内、国际有关食品卫生的政策、法律法规和标准等最新信息。

高质量的论文加急审稿、优先发表。

《中国食品卫生杂志》为双月刊, 96页, 逢单月末出版, 公开发行。2011年定价每期15元, 全年售价89元(含邮费)。欢迎大家投稿、订阅, 编辑部常年办理过刊邮购。

投稿邮箱: SPWS462@163.com

邮局订阅: 邮发代号: 82-450, 刊号: ISSN 1004-8456、CN 11-3156/R

邮购地址: 北京市宣武区南纬路29号462室 《中国食品卫生杂志》编辑部

邮 编: 100050 电话/传真: (010)83132658 联系人: 娄人怡

银行汇款: 工商银行北京潘家园支行 账 号: 0200022709008904285

户 名: 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所 请注明“《中国食品卫生杂志》邮购款”