

## 食品理化检验质量控制的程序

卫生部食品卫生监督检验所 杨惠芬

目前,理化检验分析测试的质量控制日益得到世界各国的重视。尤其是环境理化检验工作,早在1960年就开始了水分析的质量控制,于1967年1月联合国水污染控制署(FWPCA)首届会议通过并批准了分析方法和分析质量控制程序,设立了委员会。其后在FWPCA的中心部门又建立了专门的分析质控实验室。1979年2月在日内凡通过了WHO/UNEP质量控制试验性规划。同年美国环保局(EPA)又出版了实验室分析质重控制手册<sup>[1]</sup>,提供了完整的质量保证程序,为开展全球性的分析质量控制及提高各有关实验室的监测水平起到了重要作用。

环境污染物进入人体的重要途径之一是食物,因此近十余年来食品污染物的检测和质控问题受到世界各国的关注。1972年在斯德哥尔摩召开的世界人类环境与健康会议上向WHO提出食品污染物检测问题。1973年FAO/WHO食品添加剂和污染物会议上,建议世界各国对30多种污染物开展食品检测工作。1974年在肯尼亚内罗毕国际会议上,建议了一批优先考虑的污染物。同年FAO/WHO开会制定了食品和饲料污染物的检测规划。为了提高分析监测的质量,使分析结果在国际上有可比性;于1976年FAO/WHO建立了食品污染物监测程序<sup>[2]</sup>、<sup>[3]</sup>,并成为全球监测系统的一部分。于1980年研究设计开展全球监测的具体措施,由国际癌症研究机构(IARC)承担霉菌毒素、英国的农业、渔业和食品部(MAFF)承担重金属(铅、镉和汞)、瑞典的国家食品管理局(NFA)承担有机氯化物(有机氯农药和多氯联苯)监测的组织工作,于1985~1987年进行了

4~5次的全球质量控制,参加单位最多达到50个国家,203个实验室,我国有五个实验室参加了该项质量控制,并取得了良好的成绩。

在任何一项分析测定中,不可避免会产生测定误差,质量控制的目的是把所有的误差包括:系统误差、随机误差和粗差减小到预期的要求,为此一方面要采取一系列减小误差的措施即实验室内、实验室间的质量控制,另一方面要进行质量评价。及时发现分析过程中存在的问题,确保分析结果的准确性。为了保证理化检验工作的分析质量,在各实验室建立健全质量控制程序,加强质量控制的科学管理十分重要。理化检验的质量控制程序主要有三方面的内容:

### 1 采用标准的分析方法<sup>[4]</sup>、<sup>[5]</sup>

目前我国已编制了《食品卫生检验方法,理化部分》1985年版和《食品卫生检验方法,理化。注解》为全国各有关食品卫生监测部门提供了统一的标准方法,不仅要求同一实验室不同分析者使用标准方法对分析同一样品的结果要一致,而且要求不同实验室使用标准方法分析同一样品的结果也要求一致。这就要求除了按质量控制程序严格操作外,分析方法的科学性在质量控制程序中也起着关键性的作用。因此,要建立一个国家级的标准分析方法必须具备:方法灵敏度(对标准的最低检测限和对样品的最低检出浓度)、精密度、方法回收率以及与ISO国际标准方法、AOAC方法或国内同类标准方法对比试验的原始资料,并进行审核建档保存。一个标准化的分析方法可以保证分析结果的可比性和正确性。

### 2 实验室内的质量控制<sup>[3]</sup>、<sup>[4]</sup>、<sup>[6]</sup>、

[7]、[8]。

影响分析质量的因素可归纳为：分析者、分析方法、仪器设备、原材料（包括试剂、水以及试样本身的均匀性和稳定性）和实验环境。其中人是决定因素，分析质量的好坏不仅与客观条件有关，重要的是分析人员的技能水平，科学性、工作责任心以及工作态度。一个责任心强的分析工作者，在正常的情况下只要提供其它必要的条件，在良好的质量控制管理制度的保证下，分析的质量必然是可靠的。实验室内的质量控制主要决定于以下几个方面。

### 2.1 质量控制的基础实验

食品卫生理化检验工作有涉及的食品品种繁多，基体干扰严重，样品前处理复杂及待测组分含量低（ppm—ppb级）等特点，为了将分析误差减到最小水平，在分析测定前做好实验室的基础工作是必须的。包括实验室工作环境的清洁，检查有无污染的干扰因素、容器的洗涤和校正、试剂的提纯、水的纯化、仪器的调试以及方法的选择……。基础工作是保证整个分析质量的重要环节。

### 2.2 标准曲线的绘制及线性检验

标准曲线是计算样品测定结果的直接依据，按统一标准方法测定绘制在线性浓度范围内的标准曲线，并在样品待分析的期限内反复测定，进行线性检验，计算a、b、r值，写出直线回归方程，对一般待测组分较稳定的测物如微量金属元素等，一般要求 $|r| \geq 0.999$ ，则该标准曲线可判断为合格。

### 2.3 质控管理样、标准参考物质及质量控制图。

所谓“管理样”、“质控样”或“参考物质”即由自己制备的样品，其标准值只有自己认可，可以不经权威机构审批。经国家标准局鉴定审批的样品称为“标准参考物质”（简称SRM）。自从Bowen在1964年

首次制备成供环境分析用的SRM—甘兰粉以后，在国际上引起了制备和研究SRM的广泛兴趣。在美、英、法、日、苏和加拿大等国均设专门机构，来组织进行SRM的制备、鉴定和推广应用。ISO的有证标准物质（简称CRM）目录<sup>[9]</sup>可以帮助查索各种技术领域的CRM供应来源。美国国家标准局（NBS）目前可提供应用于环境分析的63种SRM<sup>[10]、[11]</sup>。我国有关部门已制备并公布了一批SRM<sup>[12]、[13]</sup>。为我国理化分析的质量控制提供了方便。目前SRM已成为理化分析实验室质量控制不可缺少的物质，在理化分析质量控制中起了重要作用<sup>[14]</sup>。根据世界各国实验室的使用经验，SRM可以作为“量具”应用在：a. 校准分析仪器；b. 评价分析方法及分析结果的准确度；c. 监视并校正连续测定过程中分析数据的漂移。但SRM制备困难，价格昂贵，在一般实验室内的常规质量控制，可采用自制质控管理样，经定值后在常规分析中，与未知样同时分析以核对自己的结果。

#### 2.3.1 质控管理样的制备<sup>[15]、[16]、[17]</sup>

在常规理化分析的情况下，为了使国际间或国内大协作的分析数据有可比性，制备质控管理样进行分析质量的控制是十分必须的。制备的方法通常有：a. 空白样加标法，即采集空白样品加入一定量待测组份的标准，经匀化后定值。b. 采集自然污染样品，经采样—清洗—干燥—粉碎—过筛—混匀—分装—辐照消毒—均匀性及稳定性测定一定值。管理样制备好后，其真值是不知的，但又绝对存在的，通常我们把有限次测定的总平均当作真值的估计值，在统计上是有一定的意义的。标准化的定值一般原则为：a. 使用两种以上不同原理的准确可靠方法，b. 由多个实验室用准确可靠的方法协作定值，c. 定值所用测定方法经过标准化，其准确度和精密度均达到要求后，即可用该方法进行定

值并报出数据。但作为在一般实验室内质控管理样,只需在本实验室,采用标准方法,按操作方法严格操作,以两种以上不同原理标准方法反复测定的分析数据,经统计处理为质控管理样的定值。

### 2.3.2 质量控制图的绘制

实验室内的质量控制的关键是对每一个分析工作者所从事的分析项目,尤其是常规分析或新来的分析工作人员制作个人的控制图,即要求一个分析人员对质控样至少要独立分析20次以上,然后计算标准偏差,绘制质量控制图。所有这些结果不应在同一天测定,最好在一段时间里,穿插在日常分析工作中,用常规分析方法分析,将结果积累而得。进行统计分析,测定值若无系统误差,只有偶然误差时,数据应为正态分布,它在 $X \pm 1S$ 范围的置信概率为68.26%, $X \pm 2S$ 为95.45%, $X \pm 3S$ 为99.73%,在实际分析中,一般的结果应控制在 $X \pm 3S$ 内,有了控制图,监控的办法很简单,只要在分析未知样时,附带分析这份质控样,把质控样的分析结果在控制图上“打点”,如果“打点”未出界,表示分析的各种条件正常,影响分析的结果没有系统因素,只有偶然性因素,反映分析过程处于稳定状态或控制状态。因此在该条件下分析的未知样结果也是可靠的。

### 2.3.4 不具备质控样的情况

食品污染物待测项目复杂,不可能都采用质控管理样的办法进行实验室内的质控。通常在一般实验室采用回收试验、试剂空白及样品空白试验……等方法进行质量控制。法国里昂IARC是世界有名的实验室之一,实验室内部有一套严格的管理制度和质控程序,尽管各国来往学者频繁,但对每一位参加实验者都要进行质量控制,进实验室的第一天,先学习有关规章及质控程序,为了迅速考核一位新来学者的分析质量,IARC采

用派一位有经验的研究人员与新来者同时分析同一份样品,二人的分析结果误差小于样品含量的10%以下为合格。质量控制合格后才能独立工作。对样品在常规分析过程中要求在不同时间里做平行样,平行样的结果相差不得大于10%的样品含量,否则要重测。

### 3 实验室间的质量控制<sup>〔2〕、〔4〕、〔7〕、〔18〕、〔17〕</sup>

实验室间的质量控制的目的是检验一个实验室是否具有提供准确、可比数据的条件。一般每年作一或二次,定期对质控样或SRM进行分析,以证实该实验室提供可信数据的能力,进行实验室间分析质量的评定。

在国际、国内的大协作中,实验室间的质量控制是必不可少的,在污染物全球监测及国内食品污染物卫生标准的研制过程中,曾开展了多次的实验室间的质量控制。各实验室通过对参考样品或SRM的测定,可以有效地检查各实验室是否进行了实验室内的质量控制,及时发现问题,以保证科研成果的科学性。在卫生系统,随着食品进出口贸易的需要及食品卫生法的实施,食品检验的质量控制也已提到议事日程。卫生部食检所将计划组织全国性的理化检验质量控制,并进行分析质量的评定。希望有更多的实验室取得理化检验高水平的优秀成绩。

### 结束语

理化检验的质量控制程序是一项专业性、技术性都很强的工作,有待总结各有关实验室质量控制的经验,使其成为更完善更适合于食品卫生监测系统用来质量控制的程序,它不仅是提供准确、可靠数据的方法,也是科学管理实验室的有效措施。因此应该得到各级领导的重视,才能实施质量控制的计划,才能提高食品卫生监测水平,确保食品卫生科研成果具有一定的价值和科学性。