做基体改进剂时,铅和钙混标回收率满足要求,优于混合基体改进剂,故推荐使用 5% 磷酸二氢铵做基体改进剂。

3.3.3　试验过程中干扰因素的控制可能不当　有些不合格实验室提交的原始记录空白值高,原因可能是玻璃器皿没有严格按照程序清洗,因为空白污染主要来源于玻璃器皿。据文献报道,玻璃器皿中铅浓度可达 0.1 ~ 10 mg/L,这会对痕量铅的分析造成很大干扰。

消解高铅含量与低铅含量的玻璃器皿不能混用,某些不合格实验室用消解过非食品的玻璃器皿消解食品样品造成污染,空白高达30 μg/kg,造成结果重现性较差。试剂中铅的本底值对结果也有一定影响,如高氯酸应使用优级纯以上。

参考文献

[1] 王永芳,韩宏伟,赵馨. 保健食品中铅和砷污染状况分析及评价[J]. 中国卫生监督杂志,2003,10(2):86-89.

[2] 毛红,刘丽萍,张妮娜,等. 应用 ICP-MS 与 AAS 测定食品中铅、镉、铜方法研究及比较[J]. 中国卫生检验杂志,2007,17(11):2079-2081.

[3] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS—GL03:2006 能力验证样品均匀性评价指南[Z].

[4] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS—GL02:2006 能力验证结果的统计处理和能力评价指南[Z].

[5] 中国实验室国家认可委员会. GB/T 15483.1—1999 利用实验室间的能力验证 第 1 部分:能力验证计划的建立和运作[S]. 北京:中国标准出版社,2000.

[6] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.12—2003 食品中铅的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2004.

监督管理

2007 年全国省级检验机构食品检测质控考核结果与分析——果脯中色素和二氧化硫含量测定

贺巍巍　杨大进　李业鹏

(中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京　100021)

摘　要:目的　为了进一步了解省级食品检测机构的食品检测能力,提高实验室检测结果的准确性和可比性。**方法**　采用计算稳健 Z 比分数(Z)的统计方法对检测结果进行分析,|Z| ≤2 为满意结果,2 < |Z| < 3 为可疑结果,|Z| ≥3 为不满意结果。**结果**　31 个检测机构中 29 个机构按时报送了检测结果,占发放样品总数的 93.55%;其中 28 个检测机构按照要求报告了全部测定值,测定数据总回收率为 93.55%;其中二氧化硫检测结果满意、可疑和不满意百分率分别为 87.10%、3.23% 和 9.68% ;柠檬黄检测结果满意、可疑和不满意百分率分别为 80.65%、9.68% 和 9.68%;胭脂红、日落黄和苋菜红的检测结果满意百分率均为 87.10%。**结论**　通过实验室间比对,各检测机构能够及时发现检测分析中存在的问题,查找可疑和不满意结果出现的原因,并进行有效整改,保证出具报告数据的准确性。

关键词:实验室间比对; 质控考核; Z 比分数

中图分类号:TS207.7;TS202.3　　**文献标识码:**A　　**文章编号:**1004-8456(2010)03-0265-04

Quality Control Examination in 2007 for Provincial-Level Inspection Agencies on Testing Pigments and Sulfur Dioxide in Preserved Fruits

HE Wei-wei, YANG Da-jin, LI Ye-peng

(National Institute of Nutrition and Food Safety, China CDC, Beijing 100021, China)

Abstract: Objective　To find out the proficiency of provincial-level food inspection agencies on food testing; and to improve the accuracy, reliability and comparability of testing results. **Method**　Criteria for evaluating the testing results

收稿日期:2010-03-08

作者简介:贺巍巍　女　实习研究员　研究方向为实验室质量管理　E-mail:vivid512@sina.com

通信作者:李业鹏　女　研究员

were based on the Z scores: $|Z| \leqslant 2$ for satisfactory results; $2 < |Z| < 3$ for uncertain results and $|Z| \geqslant 3$ for unsatisfactory results. **Results** The samples for quality control were delivered to 31 provincial-level food inspection agencies, 29 of them submitted results back on time (93.55%). The satisfactory, uncertain and unsatisfactory results for sulfur dioxide test were 87.10%, 3.23% and 9.68%; and that for tartrazine were 80.65%, 9.68% and 9.68% respectively. The satisfactory results for ponceau 4R, sunset yellow and amaranth were all 87.10%. **Conclusion** Through inter-laboratory comparison, provincial-level food inspection agencies recognized the problems in the process of testing, found out the cause of uncertain and unsatisfactory results, and conducted effective corrections to ensure the accuracy of the data issued in their reports.

Key words: Quality Control Examination; Inter-Laboratory Comparisons; Z-score

实验室出具数据的准确性和可靠性代表着实验室的检测能力。质量控制考核是实验室检测能力验证的基本方法[1]。为了进一步了解我国省级食品安全检测机构的检验水平,提高我国食品安全实验室检验能力,中国疾病预防控制中心营养与食品安全所应卫生部要求于2007 年 8 – 10 月组织全国 31 个省级检验机构对果脯中色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)和二氧化硫含量测定进行了质量控制考核,并对考核结果进行分析、评价,发放考核证书,为了解各省级检验机构的检验质量和水平搭建了平台,同时达到了验证省级检验机构食品检测能力和保证食品检验工作质量的目的。

1 方法

1.1 质控考核对象

全国 31 个省级食品检测机构。

1.2 质控样品制备

由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所准备,采用果脯为载体,根据需要添加部分常见的色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)和二氧化硫,经均匀性、稳定性测试后确定其为果脯质量控制考核样品,并规定样品保存条件。

1.3 质控考核指标

测定果脯中色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)和二氧化硫含量。

1.4 质控考核方法

每个实验室对应 1 个质控样品编号,不提供标准物质,也不对检测方法作具体要求,各单位根据日常检测中适用的标准物质和熟悉的分析方法进行测定。

1.5 质控考核结果分析方法

依据 GB/T 15483.1—1999《能力验证计划的建立和运作 第一部分:能力验证计划的建立和运作》,采用计算稳健 Z 比分数(Z)的方法分析和评价测定结果[2]。

Z = (观测值 – 中位值) /标准化四分位数间距

结果评价为:满意结果($|Z| \leqslant 2$);可疑结果($2 < |Z| < 3$,检出限高而未达到测试要求的按此项计);不满意结果($|Z| \geqslant 3$,未报送结果按此项计)。

2 结果与分析

此次实验室比对共向全国 31 个省级检验机构实验室发放了考核样品,29 个检验机构在规定时间内提交了测定结果,2 个检验机构因故未能提交检验结果,检测数据总回收率为 93.55%;其中 28 个检验机构按照要求提交了全部测定结果,1 个机构因故未提供二氧化硫检测结果,具体结果和 Z 比分数值参见表 1 和表 2。

2.1 果脯中二氧化硫和色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)测定结果

31 个考核对象中,3 个检验机构没有提交二氧化硫测定值,中位值为0.385 g/kg,结果满意($|Z| \leqslant 2$)的检测机构有 27 家,占 87.10%;结果可疑($2 < |Z| < 3$,检出限高而未达到测试要求的按此项计)的机构有 1 家,占 3.23%;结果不满意($|Z| \geqslant 3$,未报送结果按此项计)的机构有 3 家,占 9.68%。

31 个机构中 29 个机构按照要求报告了色素(柠檬黄、日落黄、胭脂红、苋菜红)检测数据报告。柠檬黄检测结果为满意($|Z| \leqslant 2$)的检测机构有 25 家,占 80.65%;结果可疑($2 < |Z| < 3$,检出限高而未达到测试要求的按此项计)的机构有 3 家,占 9.68%;结果为不满意($|Z| \geqslant 3$,未报送结果按此项计)的机构有 3 家,占 9.68%。胭脂红、日落黄和苋菜红的检测结果为满意的百分率均为 87.10%;可疑结果的百分率均为 3.23%;不满意结果的百分率均为 9.68%。

2.2 果脯中二氧化硫和色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)测定结果分析

从二氧化硫和色素的检测结果分析数据来看,整体满意结果百分率比较理想,由此看出省级检验机构具备较高的检测水平。但其中也存在一些可疑结果和不满意结果,其影响因素可能包括实验室环境污染或者样品处理过程不当而造成的污染;实验过程中采用的试剂存在问题而导致的实验室空白值偏高等影响;标准品购买和使用不规范;所采用的检测方法不合理而导致的检出限过高等因素。

表 1　果脯中二氧化硫和色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)测定结果

实验室编号	样品编号	二氧化硫(g/kg)	柠檬黄(g/kg)	胭脂红(g/kg)	日落黄(g/kg)	苋菜红(g/kg)
1	01	0.36	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2	02	0.29	0.0047	<0.00032	<0.00028	<0.00024
3	03	0.50	0.0025	<0.0004	<0.0003	<0.0004
4	04	0.39	0.0025	<0.0001	<0.0001	<0.0005
5	05	0.39	0.0029	<0.0008	<0.0007	<0.0006
6	06	0.48	2.8×10^{-3}	$<3.2\times10^{-4}$	$<2.8\times10^{-4}$	$<2.4\times10^{-4}$
7	07	0.40	0.0031	<0.0008	<0.0007	<0.0006
8	08	0.43	0.0033	<0.32	<0.28	<0.24
9	09	0.37	2.8×10^{-3}	$<5\times10^{-4}$	$<5\times10^{-4}$	$<5\times10^{-4}$
10	010	0.51	0.0031	<0.0007	<0.0007	<0.0007
11	011	0.37	0.0027	未检出	未检出	未检出
12	012	0.49	3.0×10^{-3}	$<1.9\times10^{-4}$	$<2.7\times10^{-4}$	$<8.6\times10^{-5}$
13	013	0.34	0.0030	未检出	未检出	未检出
14	014	0.38	0.0033	0.00032	<0.00028	<0.00024
15	015	0.45	0.0030	<0.00032	<0.00028	<0.00024
16	016	0.32	0.0030	<0.000074	<0.00002	<0.000083
17	017	0.29	0.0031	<0.0003	<0.0003	<0.0003
18	018	0.45	0.0031	<0.0005	<0.0005	<0.0005
19	042	0.34	0.0028	<0.0002	<0.0002	<0.0002
20	040	0.25	0.0027	<0.00032	0.00028	0.00024
21	039	0.35	<0.002	<0.002	<0.003	<0.002
22	036	0.41	0.0034	<0.0008	<0.001	<0.0007
23	034	/	0.067	<0.00040	<0.00035	<0.00030
24	033	0.38	0.0024	<0.00035	<0.00030	<0.00030
25	030	0.35	0.0021	<0.00032	<0.00028	<0.00024
26	029	0.40	0.0025	$<52\times10^{-6}$	$<50\times10^{-6}$	$<36\times10^{-6}$
27	028	0.40	0.0037	<0.000024	<0.000024	<0.000024
28	025	0.36	0.0028	<0.0010	<0.0011	<0.0011
29	023	0.45	3.6×10^{-3}	未检出	未检出	未检出
中位值(g/kg)		0.385	0.003			
标准化四分位数间距(g/kg)		0.063	0.00067			
满意结果数		27(87.10%)	25(80.65%)	27(87.10%)	27(87.10%)	27(87.10%)
可疑结果数		1(3.23%)	3(9.68%)	1(3.23%)	1(3.23%)	1(3.23%)
不满意结果数		3(9.68%)	3(9.68%)	3(9.68%)	3(9.68%)	3(9.68%)

注:/ 表示未报此项检测结果;应参加单位数为 31;括号内为所占总数百分率。此表数据为各检验机构原始数据,未进行修约。

表 2　果脯中二氧化硫和柠檬黄测定结果分析—Z 值数据表

实验室编号	样品编号	二氧化硫(g/kg)	Z 比分数	柠檬黄(g/kg)	Z 比分数	实验室编号	样品编号	二氧化硫(g/kg)	Z 比分数	柠檬黄(g/kg)	Z 比分数
1	01	0.36	−0.40	<0.01	/	17	017	0.29	−1.51	0.0031	0.15
2	02	0.29	−1.51	0.0047	2.54	18	018	0.45	1.03	0.0031	0.15
3	03	0.50	1.83	0.0025	−0.75	19	042	0.34	−0.71	0.0028	−0.30
4	04	0.39	0.08	0.0025	−0.75	20	040	0.25	−2.14	0.0027	−0.45
5	05	0.39	0.08	0.0029	−0.15	21	039	0.35	−0.56	<0.002	/
6	06	0.48	1.51	2.8×10^{-3}	−0.30	22	036	0.41	0.40	0.0034	0.60
7	07	0.40	0.24	0.0031	0.15	23	034	/	/	0.067	95.5
8	08	0.43	0.71	0.0033	0.45	24	033	0.38	−0.08	0.0024	−0.89
9	09	0.37	−0.24	2.8×10^{-3}	−0.30	25	030	0.35	−0.56	0.0021	−1.34
10	010	0.51	1.98	0.0031	0.15	26	029	0.40	0.24	0.0025	−0.75
11	011	0.37	−0.24	0.0027	−0.45	27	028	0.40	0.24	0.0037	1.04
12	012	0.49	1.67	3.0×10^{-3}	0	28	025	0.36	−0.40	0.0028	−0.30
13	013	0.34	−0.71	0.0030	0	29	023	0.45	1.03	3.6×10^{-3}	0.90
14	014	0.38	−0.08	0.0033	0.45	|Z|≤2 结果数			27		25
15	015	0.45	1.03	0.0030	0	2<|Z|<3 结果数			1		3
16	016	0.32	−1.03	0.0030	0	|Z|≥3 结果数			3		3

注:/ 表示未报此项结果或不可以计算 Z 比分数。

3　结论

实验室间比对是目前评价实验室检测能力的重要措施,是检测、校准报告质量控制和改进的有效手段,是计量认证和实验室认可现场评审、监督评审和复评审的重要补充形式[3]。质量控制考核是实验室间比对的常用形式之一,通过对果脯中二氧化硫和色素(柠檬黄、胭脂红、日落黄、苋菜红)的含量测定结果分析来看,测定结果满意率较好,各省级检验机构仪器设备配置较为先进,检测人员素质水平较高,具有较高的检测能力和分析水平。但从可疑和不满意结果中发现,个别检测机构存在一些问题,检测结果出现较大偏差,应采取一定的整改措施,有计划地开展机构内部质量控制工作,对整个测定环节进行监控,尤其是关键环节,鼓励检验人员定期进行质量控制方法有效性评定,不断完善质量控制体系,从而保证检测结果具有较高的准确性和可靠性。

参考文献

[1]　刘培忠,王建敏,孙力. 对 9 个实验室质量控制考核结果的评价与分析[J]. 中国卫生质量管理,2004,11(1):43-44.

[2]　中国实验室国家认可委员会. GB/T 15483.1—1999 利用实验室间比对的能力验证 第一部分:能力验证计划的建立和运作[S]. 北京:中国标准出版社,1999.

[3]　董燕. 实验室间比对综述—— 一种有效的实验室质量监控手段[J]. 现代测量与实验室管理,2009(4):41-43.

监督管理

中国食品工业用加工助剂使用存在的问题及建议

王华丽　张俭波

(中国疾病预防控制中心营养与食品安全所,北京　100021)

摘　要:目的　完善中国食品工业用加工助剂使用规定,加强对加工助剂使用的管理。**方法**　开展对食品加工过程中使用的加工助剂(不包括酶制剂)名称、功能、使用范围、使用量和残留量等内容的调查。**结果**　对调查结果进行分析,发现目前中国食品工业用加工助剂定义不够明确、纳入原则不完善和缺乏明确的使用范围和最大使用量(或残留量)等问题。**结论**　结合食品工业用加工助剂的调查结果,参考其他国家的管理法规,进一步完善中国食品工业用加工助剂的管理规定。

关键词:食品添加剂; 加工助剂; 问题; 建议

中图分类号:TS202.3　　**文献标识码:**A　　**文章编号:**1004-8456(2010)03-0268-03

Recommendations and Problems on Using Processing Aids in Food Industries in China

WANG Hua-li, ZHANG Jian-bo

(National Institute of Nutrition and Food Safety, China CDC, Beijing 100021, China)

Abstract: Objective　To improve the regulations of using processing aids in food industries; and to strengthen the management of using processing aids. **Method**　Carrying out investigations on processing aids (excluding enzymes) used in food industries, including the name, function, scope of application, level in use and residues etc. **Results**　The problems on processing aids used in China were not clarifying in definitions, imperfection on principles of incorporation, lack of clear scope of application and the maximum level for use (or the allowed level for residues) etc. **Conclusion**　Regulations for processing aids in China need to be further improved in combining the surveyed results of using processing aids in food industry with referring the regulations used in other countries.

Key words: Food Additives; Processing Aids; Problems; Suggestions

食品工业用加工助剂作为食品添加剂中的一类,一般在食品加工过程中使用,且在食品终产品中基本无残留,有特殊规定的除外。在中国 GB 2760—2007《食品添加剂使用卫生标准》[1](以下简称 GB 2760—2007)中,对加工助剂实行允许使用的

收稿日期:2009-11-20

作者简介:王华丽　女　实习研究员　研究方向为食品添加剂标准化　E-mail:whl8208@sina.com.cn