

## 食品检验工作质量控制的实践

闫顺华, 杨文菊, 尹薛荣, 韩会靖, 韩璠烜, 宋敏, 赵丽萍 (新疆维吾尔自治区食品药品检验所, 乌鲁木齐 830004)

**摘要** 目的: 为加强对食品检验实验室的管理, 实现检测实验室检验质量可控, 确保食品检测数据的准确可靠, 有力支撑国家食品安全监管工作, 同时为实验室检验管理提供可借鉴的实践经验。方法: 制订和采取一系列食品检验质量控制措施, 从人、机、料、法、环、测六个方面强化对食品检验的各个环节、尤其是对分析过程的质量控制; 同时通过外部质量控制考察内部质量控制的可靠性, 有效补充内部质量控制的缺憾, 进而实现食品检验全过程的质量控制。结果与结论: 通过全要素质量控制设计, 达到全过程的质量控制目标, 供食品检验机构的质量管理工作参考。

**关键词:** 食品检验; 质量控制; 措施; 实践

中图分类号: R155.5 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2017)07-1000-07

doi:10.16153/j.1002-7777.2017.09.007

### Practice of Quality Control of Food Testing

Yan Shunhua, Yang Wenju, Yin Xuerong, Han Huijing, Han Jinxuan, Song Min, Zhao Liping (Xinjiang Uygur Autonomous Region Institute for Food and Drug Control, Urumqi 830004, China)

**Abstract Objective:** To strengthen the management of food testing laboratories, to achieve the quality control of testing laboratories, to ensure accuracy and reliability of the data of food testing, to support national food safety supervision, and to provide referential practical experience for laboratory testing management. **Methods:** A series of measures on the quality control of food testing were developed and adopted in the following 6 aspects, staff, machine, material, method, environment, and testing to reinforce all aspects of food testing, especially the quality control of analysis process. Meanwhile, the reliability of internal quality control was examined through external quality control with the purpose of effectively complementing the defects of internal quality control, so as to achieve the quality control of the whole process of food testing. **Results and Conclusion:** Through all-element quality control design, quality control of the whole process was achieved and references for quality management of food testing facilities were provided..

**Keywords:** food testing; quality control; measures; practice

随着生活水平的提高, 人们对食品安全的关注和要求越来越高, 食品安全问题不仅关系到大众的身体健康, 关系到一个地方的经济发展, 还会影响到整个社会的安定和国家形象。为此, 我国政府

采取了一系列相关措施加大了对食品质量安全的监管力度, 以期及时发现并消除食品安全隐患, 有效预防食品安全事故发生, 确保公众饮食安全。其中, 食品药品监管部门组织开展的监督抽检和风险

监测工作即是主要的监管措施之一。而作为发现食品安全问题的重要手段的监督抽检和风险监测离不开检验,食品检验的质量水平直接影响食品安全监测工作的合理、有序和可持续发展<sup>[1]</sup>。我所作为食品抽检监测中一个重要的技术支撑机构,是食品抽检监测检验的技术主体。为保证食品检验检测数据的准确性和可靠性,本文结合食品检验工作实际,针对人、机、料、法、环、测六个方面制订一

系列质量控制措施,并在食品检验过程中各个环节的质量控制节点进行具体实践,列出了检测分析过程中所采取的质量控制方式,供食品检验机构的检验质量控制工作参考。

## 1 食品检验工作质量控制途径

食品检验工作的质量控制可以从人、机、料、法、环、测六个方面进行<sup>[2]</sup>,具体内容如图1所示。

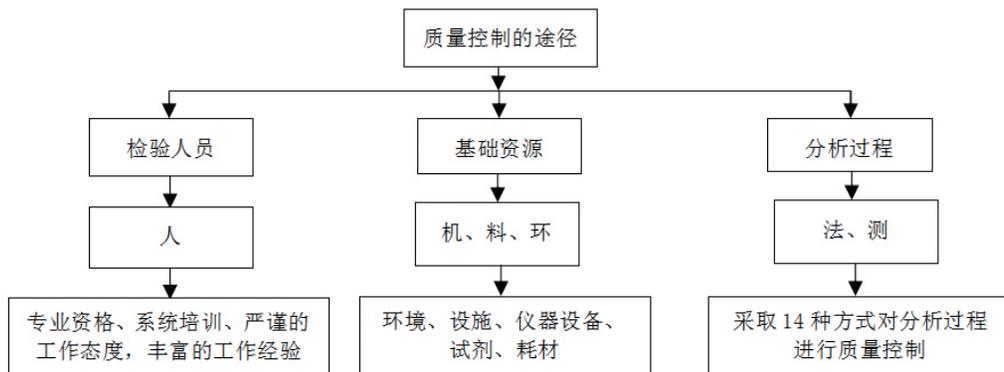


图1 食品检验工作质量控制示意图

## 2 人员控制

1) 通过公开招聘、专场招聘、特殊人才引进和调配本所食品及其相关专业的业务骨干等方式<sup>[3]</sup>,快速建立健全食品检验人才队伍。目前,我所从事食品检验工作的人员共有86人,其中正高级职称4人,副高级职称10人,中级职称32人,具有中级及以上技术职称人员数量占总人数的53.5%。食品检验人员均为正式聘用人员,食品工程及相关专业21人,生物技术及相关专业14人,化学及相关专业7人。食品检验人员在职称、学历和工作经历上均满足食品检验机构资质认定条件要求。

2) 对新入所人员指定带教老师,根据所承担的工作内容制定培训计划,开展专业技术培训,经实践技能考核合格后颁发上岗证,才能独立开展食品检测工作。

3) 加大人员培训力度,并通过质量监督、内外部质量控制等方式对检验人员的持续能力进行考核和评价。

4) 制定了能力验证、科研、新项目评审等管理办法,对检验人员拓展新的检验方法、能力验证满意结果、发表论文等进行奖励,促进检验人员专

业素质的提高。

## 3 基础资源控制

### 3.1 实验环境设施控制

1) 将食品留样室划分为冷冻室、冷藏室和常温室3种,满足不同样品的存储要求。要求留样管理员对样品存储环境和温控设施进行监控并保存记录。

2) 不同检测设备按照检验分析要求放置在不同的实验室中,将食品检测区域划分为光谱室、液相室(含液质)、气相室(含气质)、天平室、ICP-MS室、前处理室、理化分析室、加热室及其他仪器室,尽可能避免检测环境对检测结果产生影响和检测过程中的交叉污染及相互干扰。

3) 对食品检验室进行工程改造,建立和保持各实验室的通排风、水电系统和安全设施能满足仪器设备检测要求和检测人员安全作业要求。

4) 组织检查小组,成员根据分工定期对科室进行安全检查,现场查看消防与用电安全、试剂和气体使用与存放、人员健康防护、实验安全操作、仪器设备安全、网络安全和内务情况。对检查中发现的安全隐患责成相关科室进行整改,并对整改的过程进行跟踪检查。

5) 制定实验室环境和内务控制程序<sup>[4]</sup>, 要求实验室环境及内务保持整洁, 并对实验室的温、湿度等进行监控和记录。

### 3.2 仪器设备的控制

1) 规定科室制定仪器设备操作规程、期间核查规程, 交由仪器设备科审核后受控发放, 方便检验人员取用。

2) 要求科室每年年初制定仪器设备检定/校准计划和期间核查计划, 交由仪器设备科汇总后, 统一按计划执行。督促科室做好仪器设备的计量确认、期间核查和日常维护保养工作, 并保存相应的记录。

3) 要求定期监测和检查冰箱、冰柜的运行温度, 并保存记录。

### 3.3 实验用水、试剂和耗材的控制

制定了实验用水管理和验收规程、光谱纯试剂(如盐酸、硝酸)和色谱纯试剂(如甲醇、乙腈)验收规程、色谱柱管理和验收规程。对新购进的实验用水、试剂和耗材, 要求科室在使用前按规程的要求进行质量检验, 经验收合格后才能使用。每年年初组织科室对供应商进行评价, 淘汰不合格的供应商。

## 4 分析过程中的质量控制

在食品检验过程中, 我所实践了以下14种质量控制方式, 对样品的分析过程进行控制。

### 4.1 平行双样

平行双样即在同一实验室内, 分析人员、分析设备和分析时间都相同的条件下, 用同一分析方法对同一样品进行双份平行样测定, 验证所得结果之间的符合程度。

平行双样应符合以下要求:

1) 当样品数量 $\leq 3$ 个时, 要求每个样品都要制备平行样。

2) 当样品数量 $\leq 5$ 个时, 要求在均匀间隔内制备3个平行样。例如: 当样品数量为5个时, 则应对1号、3号和5号样品制备平行样。

3) 当5个 $\leq$ 样品数量 $\leq 50$ 个时, 要求每5批样品制备1个平行样。

4) 当样品数量 $> 50$ 个时, 在检测系统稳定的情况下, 可以每10批样品制备1个平行样。如果检测系统不够稳定, 按上述第3)条执行。

5) 平行偏差具体根据检验方法中精密度要求确定; 平行样品测定结果的相对偏差应确保是在最大允许范围内<sup>[5]</sup>, 见表1。

6) 平行测定值不符合规定值范围的, 应查找原因, 消除之后重新测定。

7) 在《检测质量控制原始记录》的质控结果一栏中, 应注明平行双样的样品编号、测定数据、平行偏差(平行样相对误差)、技术要求及判定结果。

表1 平行双样分析相对偏差允许值

分析结果的质量浓度水平 (mg/L)	100	10	1	0.1	0.01	0.001	0.0001
相对偏差最大允许值 (%)	1	2.5	5	10	20	30	50

### 4.2 空白试验

空白试验即除不加试样外, 采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外), 进行平行操作所得的检测结果。一般要求至少做两个空白试验, 取其平均值, 用于扣除试样中的试剂本底和计算检验方法的检出限。

空白实验质量控制应符合以下要求:

1) 除分析方法另有规定外, 每一批样品 $< 10$ 个时, 检验人员制备空白样不得少于1个; 每一批样品 $\geq 10$ 个时, 每10~20个样品制备1个空白样。

2) 空白试验分析值应低于方法检出限或低于

方法规定值; 空白平行测定的相对偏差应不大于50%。

3) 如果实验空白较大, 应全面检查试剂质量、试剂是否污染、纯水质量、玻璃器皿洁净程度、计量仪器性能及环境条件、环境空气是否污染。

### 4.3 留样复测

留样复测即仅考虑试验时间先后的不同, 用以考核上次检测结果与本次检测结果的差异, 通过比较分析检测结果的一致性, 评价检测结果的可靠性、稳定性、准确性以及公正性。

若两次检测结果存在显著性差异, 实验室应采

用有效的方式查找原因,并对同批检测的样品进行换人复测。

#### 4.4 阴性样品对照

用被测成分未检出的样品作为阴性样品对照,与实际样品同步分析,将阴性样品对照的检测结果与上次检测值相比较,评价其准确度和检查实验室内(或检验人员)存在的系统误差。

采用阴性样品对照质控方式时,应将质控样品测定序号置于整批被测样品中间部分,以保证更好的质控效果。对照样品可选用近期报出数据中的阴性样品。

对于阴性样品对照质控方式,应在“质控结果”一栏中注明之前报出值、本次测定值、两次测定结果间的平行偏差、技术要求及判定结果。

#### 4.5 阳性样品对照

用被测成分检出的样品作为阳性样品对照,与实际样品同步分析,将阳性样品对照的检测结果与上次检测值相比较,评价其准确度和检查实验室内(或检验人员)存在的系统误差。

采用“阳性样品对照”质控方式时,应将质控样品测定序号置于整批被测样品中间部分,以保证更好的质控效果。对照样品可选用近期报出数据中的阳性样品。

对于“阳性样品对照”质控方式,应在“质控结果”一栏中注明之前报出值、本次测定值、两次测定结果间的平行偏差、技术要求及判定结果。

#### 4.6 样本 + 对照品(加标回收)

加标回收试验是指向已知被测成分含量的检测样品中再精密加入一定量的被测成分的标准物质,测定其回收率。

$$\text{回收率} \% = (C - A) / B \times 100\%$$

式中: A 为检测样品中被测成分含量, B 为加入标准物质的量, C 为实测值。

加标回收试验质量控制应符合以下要求:

1) 每一批样品 < 10 个时, 检验人员制备加标样品不得少于 1 个; 每一批样品 ≥ 10 个时, 每 10~20 个样品制备 1 个加标样。

2) 加标量一般应和待测物浓度相近, 在待测物浓度极低时, 应按检测下限的量加标, 任何情况下加标量都不得超过待测物浓度的 2 倍。

3) 每批相同基体样品应随机抽取 10%~20% 的样品进行加标回收分析。加标回收率应与标准方

法中相应的数据相符。

4) 加标样品测定值不符合规定值范围的, 应查找原因, 消除之后重新分析<sup>[6]</sup>。见表 2。

表 2 加标回收率应符合以下指导范围

被测组分含量 (mg · kg <sup>-1</sup> )	回收率范围 (%)
> 100	95~105
1~100	90~110
0.1~1	80~110
< 0.1	60~120

#### 4.7 人员比对

人员比对试验即采用相同的试验方法或程序, 采用相同的检测设备和设施, 在相同的环境条件下, 仅由不同的检测人员对同一样品进行试验。通过比较分析检测结果的一致性, 评价人员对检测结果准确性、稳定性和可靠性的影响<sup>[7]</sup>。

在食品检验工作中, 依靠检测人员主观判断较多的项目, 如食品中感官、品尝等项目的检测, 采用人员比对。

#### 4.8 方法比对

由不同的检测方法对同一样品进行同一项目试验, 通过比较分析检测结果的一致性, 评价检测方法对检测结果准确性、稳定性和可靠性的影响<sup>[8-9]</sup>。

当不同方法比对的所得结果一致, 或统计检验结果差异不显著时, 则可认为采取的检测方法与其他方法之间无显著性差异。实验室应针对方法比对试验出现的问题, 分析原因, 采取改进措施。

#### 4.9 仪器比对

即由相同的人员采用相同的方法或程序, 在相同的环境条件下, 采用不同的仪器设备对同一样品进行试验, 评价仪器设备对检测结果的准确性、稳定性和可靠性的影响。

#### 4.10 实物对照品测试(质控样)

使用质控样与样品同步进行测定, 选择基本组成与检测样品相似的质控样, 将测试结果与质控样的参考值进行比较, 其绝对误差或相对误差须符合方法规定的要求<sup>[4]</sup>。质控样试验用于评价测量方法和测量结果的准确度。

#### 4.11 实验室间比对

实验室间比对即按照预先规定的条件,由不同的实验室对相同样品进行检测,评价实验室检验能力<sup>[10]</sup>。

通过实验室间比对,消除实验室的系统误差,便于分析和查找由人员操作、实验室环境以及仪器设备等带来的影响,对其进行有针对性的纠正和改进。

#### 4.12 标准曲线校准

标准曲线即通过测定一系列已知组分的标准物质的某理化性质,得到该性质的数值所组成的曲线。通常情况下标准曲线是一条直线。

标准曲线的浓度范围应尽可能覆盖一个数量级,应至少做5个点(不包括空白),测试溶液中

被测成分浓度必须在校准曲线的线性范围内,不得将校准曲线外延;校准曲线的相关系数( $r$ )一般不应低于0.999<sup>[11]</sup>,否则需要从分析方法、仪器、量器及操作因素查找原因并进行改正。

如果标准曲线中某一浓度点的回归值的相对偏差 $\geq 5\%$ ,则应重新制备标准曲线。

#### 4.13 不确定度评定

当检测结果处于规定指标的临界值附近时,应出具测量不确定度报告<sup>[12]</sup>。

#### 4.14 其他技术核查方法

如质量控制图或有证标准物质核查。

### 5 质量控制记录表

食品检验质量控制记录见表3。

表3 食品检验质量控制记录

14种质控方式	1、平行双样 <input type="checkbox"/> ; 2、试剂空白 <input type="checkbox"/> ; 3、留样复测 <input type="checkbox"/> ; 4、阴性样品对照 <input type="checkbox"/> ; 5、阳性样品对照 <input type="checkbox"/> ; 6、样品+对照品 <input type="checkbox"/> ; 7、人员比对 <input type="checkbox"/> ; 8、方法比对 <input type="checkbox"/> ; 9、仪器比对 <input type="checkbox"/> ; 10、实物对照品测试 <input type="checkbox"/> ; 11、实验室间比对 <input type="checkbox"/> ; 12、标准曲线校准 <input type="checkbox"/> ; 13、不确定度评定 <input type="checkbox"/> ; 14、其他技术核查方法 <input type="checkbox"/> .		
质控样品			
质控样品的制备:			
选用的质控方式	检测结果	判定标准	结果评价
方式( )			
质控结果评价:			

### 6 质量控制要求

在食品检验过程中,要求每批(次)检测时,必须选用上述(分析中采用的14种质量控制方式)3种以上质量控制方式(但不限于),对检测结果的有效性进行控制。

只有当质量控制数据均符合要求时,检测结果才是可靠的。当发现质量控制数据超出预定的判据时,应采取措施纠正出现的问题,防止报告错误的结果。在检验原始记录中应附有相对应的《食品检验质量控制记录》附页。

### 7 质量控制的体会与探讨

1) 我所2016年完成食品监督抽检的任务批次远大于2015年,抽检样品的不合格率也大大提高,原因之一就是2016年我所加强了食品检验过程中的质量控制,见表4。另外,由于客户意见反馈,2016年我所接受自治区质检院复验调样9批食用油,复验均维持原结果,说明我所在食品检验过程中的质量控制手段是有成效的,检验结果是准确可靠的。

表4 2015年、2016年食品监督抽检不合格率比较

年份	国家监督抽检任务			省监督抽检任务		
	样品总量 / 批次	不合格样品 / 批次	不合格率 / %	样品总量 / 批次	不合格样品 / 批次	不合格率 / %
2015年	435	6	1.35	/	/	/
2016年	791	54	6.83	972	127	13.07

2) 对检测机构和检验人员来说,对检出的不合格样品的重视程度远大于合格样品,除了查找分析原因,本人一般要先复验一遍;如果本人复验结果还不合格,科室还要换人换机复验,采取的质控方式也会相应增加,所以不合格检品数据的准确性也会大大提高。

3) 对于现阶段的食物监督检验,如果检品的不合格率非常低甚至为零,并不能真正代表所抽样品的质量是完美无缺的,这反而有可能说明在检测过程中某个环节出了问题,对不合格检品下了合格结论。比如,2016年某段时间,我所水果干制品中二氧化硫的检测结果全部合格,但是检测人员对质量管理科2次下发的“二氧化硫质控样”的检测结果都远远低于满意值范围的最低限。科室分析查找原因,发现检测仪器有漏气现象,造成检测结果偏低,马上采取纠正措施并对这段时间二氧化硫的检测工作进行了追溯。

4) 基于目前质量控制工作基础,我所将进一步加大检测人员的内外部培训力度,加强方法类作业指导书的编写,并建立相关规定,在开展监督检验和委托检验前完成对之前没有使用过的标准和方法进行确认工作。

5) 随着内部质量控制的实施,食品检验人员对检测数据的可靠性信心倍增,参加能力验证活动的结果从2014年的1项(结果不满意)、2015年的2项(结果均满意)到2016年的7项(除白酒中3种塑化剂成分有1个数据可疑外,其余均为满意结果),参加的食物领域的能立验证活动目前已经占到全所的一半以上,满意率也大大高于全所满意率。

6) 通过管理评审,向全所介绍食物检验领域内部质量控制的方法和效果,分析比较药品、食品(含保健食品)、化妆品和医疗器械等检验领域参

加能立验证的数量及结果满意率,强化全所人员的质量控制意识。要求全所检验人员学习了解食物领域的内部质量控制方法,在日常检验工作中注重加强内部质量控制,在参加能立验证、实验室比对和盲样考核等活动时,要根据各领域的检验特点,采取相应的内部质量控制措施。

## 8 结论

综上所述,对食物检验过程进行内部质量控制是十分必要的,而能立验证、实验室间比对和盲样考核等外部质控方式是对内部质量控制的有效补充。各食物检验机构应根据所承担的检验工作任务,积极主动地参加外部质量控制活动,不断提高检验质量水平。同时,食物检验机构还应对已经取得资质但近两年又未开展过检测的参数进行方法的再验证,以维持既有的检测能立。只有真正做好食物检验的检验质量控制工作,才能有效保证食物安全抽检监测检验数据的真实可靠,才能为发现安全隐患、及时处置安全问题提供有效的技术支持,为我国食物安全监管做出更大的贡献<sup>[13-15]</sup>。

## 参考文献:

- [1] 王青,张河战,曹进,等.对食物监测中理化检验质量控制管理的思考[J].中国药师,2015,18(7):1196-1198.
- [2] 国家质量监督检验检疫总局,国家标准化管理委员会.GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范:食物理化检测[S].2008.
- [3] 卢志兵.从GB/T 27404-2008探讨食物检验机构的质量控制管理[J].标准科学,2015,(9):65-69.
- [4] 黄彩娇,方明圆.食物理化检验实验室内部质量控制[J].中国卫生检验杂志,2013,23(6):1603-1604.
- [5] 田丽霞.浅析理化检验质量影响因素及其控制要求[J].中国卫生检验杂志,2009,19(11):2686-2687.

- [6] 顾松青, 叶桦. 食品药品应急检验的工作流程及技术要求分析[J]. 中国药事, 2011, 25(12): 1208-1210.
- [7] 强克娟, 张哲. 提高食品检验准确性的控制因素[J]. 现代食品, 2015, (23): 68-70.
- [8] 王昌建. 关于食品理化实验室质量控制的综述[J]. 口岸卫生控制, 2009, 15(2): 53-55.
- [9] 王昌建. 食品理化实验室质量控制的探讨[J]. 中国国境卫生检疫杂志, 2010, 33(1): 61-63.
- [10] 刘克斌. 理化实验室质量控制方法[J]. 中国城乡企业卫生, 2016, (5): 51-53.
- [11] 李宏, 鲍晓霞. 化学检测实验室的方法验证与确认[J]. 现代测量与实验室管理, 2013, (6): 36-38.
- [12] 周丽. 测量不确定度原理及在食品理化检验中的应用[J]. 食品安全导刊, 2015, (21): 30-31.
- [13] 席少华. 提高食品检验结果准确性的有效途径分析[J]. 现代食品, 2016, (3): 123-125.
- [14] 赵启卫. 食品理化检验分析中的质量控制[J]. 中国质量技术监督, 2015, (2): 70-71.
- [15] 伍霞, 杨波. 分析系数在食品理化检验质量控制中的应用[J]. 中国医药指南, 2012, 10(35): 48-49.

(收稿日期 2016年12月20日 编辑 邹宇玲)