

食品检测实验室中仪器设备的分类与 检定校准需求分析

王太荣¹, 宋健², 徐春祥^{1*}

(1. 江苏省产品质量监督检验研究院, 南京 210007;

2. 江苏省计量科学研究院, 南京 210007)

摘要:通过对食品检测实验室中所使用的仪器设备归纳分类, 结合现行的食品安全国家标准中对食品检测仪器的要求以及实验室认可对仪器设备的控制要求, 提出对食品检测实验室的计量和校准的需求分析, 保障食品检测数据的准确性。

关键词: 食品检测; 计量; 校准; 仪器设备管理

Classification of equipments and need analysis of equipment verification and calibration in food detecting laboratory

WANG Tai-Rong¹, SONG Jian², XU Chun-Xiang^{1*}

(1. Jiangsu Province Products Testing and Inspection Institute, Nanjing 210007, China;

2. Jiangsu Province Institute of Metrology, Nanjing 210007, China)

ABSTRACT: In order to secure the precision of data, we classified the equipment and analyzed the need of equipment verification and calibration in food detecting laboratory based on National Food Safety Standards and CNAS which required equipment control in lab.

KEY WORDS: food detecting; verification; calibration; equipment management

近年来, 食品质量安全问题已经成为社会关注的热点, 同时也出现了一些因检测数据问题而造成的假热点, 如饮料中“砒霜门”事件、乳粉中“香兰素”事件等。这些事件的出现, 除了表明社会对食品安全问题的过分热衷报道, 也表明了食品检测机构现在本身存在的问题。

随着食品安全检测的指标越来越多、要求越来越精确, 新的检测方法、检测技术不断涌现。检测方法中采用了许多新开发的自动化程度和精度都很高的分析仪器, 这些仪器的使用, 可以缩短分析时间, 减少人为误差, 大大提高了食品分析检测的速度、精度和灵敏度。但也存在缺乏检定或校准规程, 仅依靠各

食品检测实验室内部质量控制的方式来把握仪器的实际运行情况, 产生造成检测数据质量问题的隐患。

针对食品检测机构的问题, 国家加强对食品检测机构资质认定的要求。2010年, 卫生部出台《食品检验机构资质认定条件》, 同年, 国家质检总局出台《食品检验机构资质认定管理办法》。规定“对社会出具具有证明作用的数据和结果的食品检验机构”进行专门的资质认定活动。在GB/T27025—2008《检测和校准实验室能力的通用要求》中规定“用于检测、校准和抽样的设备及其软件应达到要求的准确度, 并符合检测和(或)校准相应的规范要求。对结果有重要影响的仪器的关键量或值, 应制定校准计划^[1]。”

*通讯作者: 徐春祥, 研究员级高工, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: cxc70@163.com

*Corresponding author: XU Chun-Xiang, Professor Senior Engineer, Jiangsu Province Products Testing and Inspection Institute, No.5, Guanghuadong Road, Nanjing 210007, China. E-mail: cxc70@163.com

目前对于仪器设备的期间核查如何进行讨论较多^[2-3],但对于检测仪器的检定和校准往往仅依赖于计量部门,造成计量部门的仪器检定或校准结果与实际检验要求存在偏差,达不到检定和校准的目的,影响了食品检测数据的准确性。

本文结合现行的食品安全国家标准及相关食品标准,对目前食品检测实验室中常用仪器设备的检定和校准需求进行分析,并提出相关措施,以提高食品检测实验室的管理水平,保障食品检测数据的准确性。

1 食品检测常用仪器分类

1.1 食品检测项目分类

国内现行的食品检测方法繁多,涉及的标准方法有近千项,尚无统一的分类方法。从首批复检机构申请的条件来分类,食品检验项目分为农药残留、兽药残留、重金属、非法添加物、食品添加剂、其它有毒有害物质、生物毒素、相应的质量指标以及其他共9类。

按目前从事食品检验机构的实际工作状况和食品检测指标的性质分类,食品检测项目分为感官检验、理化检测和微生物检验,其中仪器的状态对理化检测的影响最大。理化检测又可细分为重量法分析(如水分、灰分等)、电化学分析(如pH、氟等)、色谱分析(如苯甲酸等防腐剂、甲醇等)、光谱分析(如亚硝酸盐、铅等金属元素等)、质谱分析(如微量三聚氰胺、瘦肉精等)以及一些与品质有关的专用指标等。

1.2 食品检测仪器分类

食品检测仪器的分类方式很多,按现行食品检测实验室的实际工作,实验室常用仪器可分成定性定量测量仪器和辅助处理设备两大类。

定性定量测量仪器的显示数据往往需要带入计算,得出检测结果。此类仪器大多有检定规程,常见的测量仪器主要包括:

- (1) 称重仪器:电子天平、分析天平、台秤等;
- (2) 电化学分析仪:酸度计、自动电位滴定仪等;
- (3) 色谱分析仪:气相色谱仪、液相色谱仪、离子色谱仪、氨基酸测定仪等;
- (4) 光谱分析仪:紫外可见分光光度计、荧光分光光度计、原子吸收分光光度计、原子荧光光度计、等离子体发射光谱、红外光谱仪等;
- (5) 联用仪:气相色谱质谱联用仪、液相色谱质

谱联用仪、等离子体质谱仪等;

(6) 品质分析专用仪器:啤酒二氧化碳测定仪、糖度计、粉质曲线仪等。

辅助处理设备的显示数据一般不带入计算,不会直接影响检测结果。但误差过大会对实验条件或实验安全有影响。此类设备主要包括:

- (1) 样品处理设备:粉碎机、均质器等;
- (2) 提取设备:索氏抽提仪、超声振荡仪等;
- (3) 分离设备:离心机、蒸馏定氮仪等;
- (4) 浓缩设备:旋转蒸发仪、平行蒸发器;
- (5) 消化设备:等马弗炉、微波消解仪等;
- (6) 试验条件控制设备:电热干燥箱、恒温水浴锅、生化培养箱等。

2 检定/校准需求分析

2.1 首次检定或校准

对于实验室内首次安装的仪器,如是定性定量测量仪器,一般情况下都会有检定规程。此时应严格按照检定规程进行,检定项目尽量齐全,检定结果存档备查。对于仅能校准的设备,也应尽量全面的进行测试,尽可能全面了解设备性能。

检定和校准的结果应与仪器的出厂验收指标或购置合同中技术要求相比较,可作为仪器验收的依据。由于各仪器公司验收指标良莠不齐,特别需要注意的是不能将仪器公司的验收指标作为免于检定的理由。

2.2 后续检定

对于已启用仪器,可按照相应检定规程中检定周期和GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[4]中相关要求制定合适的计量周期。并综合考虑实验室运行成本、食品检验特性和结合仪器使用状况,选择必要的检定项目。如色谱仪、光谱仪等仪器的定量是采用标准物质比较测量的方式,因此应重点检定仪器的检出限和稳定性。

后续检定时,检定项目可适当减少,但检定范围应覆盖食品检验中涉及的所有仪器,包括能够出数据的各不同附件。如食品检测常用的气相色谱仪,各仪器上检测器配置各不相同。有用于检测食品中甲醇、溶剂残留等物质的氢火焰检测器(FID);有用于检测有机磷农药残留的火焰光度检测器(FPD);有用于检测含卤素农药残留的电子捕获检测器(ECD)等,各检测器的原理及测量精度大不相同。往往一些计量实

实验室仅检定一个检测器就开具检定合格证书,这样对使用者来说,在使用了该仪器没有检定的检测器时,对检测结果会有很大的风险,因此需逐一将所有检测器都进行检定方能保证仪器的正常使用,保证食品检测数据的可靠性。

检定时,还应根据检测方法标准的不同需求制定检定项目。如食品检测中常用的电子天平,根据执行标准的不同会采用不同的精度等级。在配制标准溶液时,会用到0.01 mg的精度,而在色谱分析等检测,由于方法前处理影响因素较多,称重一般仅需用到0.01 g的精度,因此,检测实验室应根据实际检测使用状况,提出检定需求。

2.3 后续校准

没有检定规程的仪器,需参照校准规范进行校准。没有检定规程也没有校准规范的仪器,除需根据使用频率、仪器使用状况确定合适的校准间隔周期外,更重要的是应根据检测方法中的要求确定合适的校准项目和校准参数。如测量水分的电热恒温干燥箱,测量灰分的马弗炉等。食品检验机构应根据食品检测标准的要求提出需校准的温度点,一旦标准变化还需及时改变校准点。

以恒温干燥箱为例,该设备是用作测定食品中的水分的主要辅助设备。许多机构校准时,采用仅校准105℃的温度点,这种做法实际上是缺乏技术依据并存在一定风险的。从检测需求角度来说,目前涉及到食品中测定水分的标准有多个,其中包括了GB 5009.3-2010《食品安全国家标准 食品中水分的测定》^[5]和GB/T12087-2008《淀粉水分测定 烘箱法》^[6],这两个标准中规定的干燥温度范围分别是101℃~105℃和130℃~133℃。因此,最佳的校准点应设为103℃和131.5℃,温度波动范围分别为±2℃和±1.5℃。

对于检测方法中需求较为接近但又不尽相同的情况,需综合考虑,根据具体情况设置最佳校准点。如GB5413.3-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定》^[7]中也用到恒温干燥箱,其设置范围为102℃±2℃。再增加校准点,显然会增加不必要的成本。因此可将相近需校准的点的的数据综合分析,如本标准的要求可以参考103℃点校准的数据,如该点温度波动远小于±2℃,可不再设置新的校准点。

2.4 校准数据的利用

对于已经过校准的食品检测仪器设备,在实验

中应充分利用校准的数据。如上述提到的恒温干燥箱,校准得到的温度差值,应醒目地标记于设备附近,使操作者在设置时能得到并利用。对于直接出具数据结果的食品检测设备,如折光仪、旋光仪等,检验人员在实际检测中应根据校准的结果修正后,方能出具准确的数据。

3 结论

计量检定和校准,看起来是计量部门的工作,实际应该是检验操作者、设备管理者和计量部门相互配合的工作。

检验操作者应根据实验室能力范围覆盖的检测标准以及实验室内部管理要求,对实验室内的每台检测仪器设备的使用精度、测量范围、使用频次以及具体用途提出要求。设备管理者根据实验室提出的需求进行分析,合理制订检定校准计划,并根据检定校准结果对仪器设备进行分级管理,充分发挥仪器设备的使用率,合理淘汰和采购仪器设备。计量部门应根据客户的需求,采用合适方法对仪器设备进行准确的检定和校准。

只有检测、管理、计量三者间相互充分沟通,才能方便、合理、有效、经济地完成检定和校准计划,保障食品检测实验室中仪器设备的正常运行,以保障食品检测数据的准确性。

参考文献

- [1] GB/T27025-2008 检测和校准实验室能力的通用要求[S]. GB/T27025-2008 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories[S].
- [2] 肖立荣,吴津颖. 食品实验室仪器设备期间核查的理解和应用[J]. 粮食储藏,2010,(5):55. Xiao LR, Wu JY. Interpretation and application of instrument and equipment period verification in food testing laboratory [J]. Grain Stor, 2010, (5): 55.
- [3] 潘增荣. 浅谈检测实验室设备管理[J]. 现代测量与实验室管理, 2012, 3: 61. Pan ZR. A Brief Introduction of testing laboratory equipment management [J]. Adv Measur Lab Manag, 2012, 3: 61.
- [4] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S]. GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories Chemical testing of food [S].
- [5] GB 5009.3-2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定[S]. GB 5009.3-2010 National food safety standard Determination of moisture in foods [S].
- [6] GB/T12087-2008 淀粉水分测定 烘箱法[S].

GB/T12087-2008 Starch--Determination of moisture content-oven drying method [S].

- [7] GB5413.3-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定[S].

GB5413.3-2010 National food safety standard Determination of fat in foods for infants and young children, milk and milk products [S].

(责任编辑: 赵静)

作者简介

王太荣, 工程师, 主要研究方向为分析仪器及消耗品的管理。

E-mail: njwtr2003@hotmail.com

徐春祥, 研究员级高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: xc70@163.com

