

集团实验室开展内部能力验证活动的实践与探讨

林立民*, 马文丽, 宋晓东

(内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司, 呼和浩特 011517)

摘要: **目的** 通过实验室内部能力验证工作的开展对实验室进行质量控制(内部能力验证), 来验证实验室的检测能力、检测人员的操作技术水平和仪器设备的运行状态。**方法** 检测方法用 GB/T 4789.2-2010《食品微生物学检验菌落总数测定》对合成乳粉进行定量检测分析。**结果** 依据 GB/T15483.1-1999《利用实验室间比对的能力验证。第1部分: 能力验证计划的建立和运用》, 用 Z 比分数对被考核实验室的检测结果作出评价和分析。此次内部能力验证共有 20 个实验室参加, 分析检测数据 20 个, 检测数据的满意率为 75%。**结论** 通过对各个实验室开展内部能力验证, 有助于发现实验室检测分析中存在的问题及检测结果的不合格项, 从而找出检测结果离群的各种原因, 依照能力验证纠正措施, 有效地进行纠偏。

关键词: 实验室; 质量控制; 内部能力验证; 菌落总数; 评价

Practice and discussion of the internal ability verification activities in group laboratory

LIN Li-Min*, MA Wen-Li, SONG Xiao-Dong

(Inner Mongolia Mengniu Dairy (Group) Co. Ltd., Hohhot 011517, China)

ABSTRACT: Objective Laboratory quality control (internal ability validation) were carried out through internal ability verification activities, to verify laboratory detection capability, operation level of technicians, and equipment operating status. **Methods** Methods in GB/T 4789.2 2010 were used to for quantitative detection analysis of synthetic milk. **Results** The satisfaction rate, analyzed using Z score for laboratory test according to GB/T15483.1-1999 Part 1, was 75% of the verified 20 laboratories. **Conclusion** The internal ability verification activities help to find out the problems existing in laboratory test analysis and unqualified test results, and thus to identify outliers for various reasons, which eventually contribute to effectively correcting according to corrective action measures.

KEY WORDS: laboratory; quality control; internal ability validation; total number of colonies; evaluation

1 引言

食品是人类赖以生存的基本物质材料, 同时也在满足人类在社会文化生活更高层面的需求上发挥着重要作用, 因此, 食品对现代社会的方方面面有着重要影响。所有的食品消费者都期待着他们所接触的食品

是安全和卫生的。为了实现消费者的期望、确保奶制品中微生物含量在标准的范围内, 集团实验室已经在整个生产、流通环节中进行微生物指标的检测^[1]。

菌落总数是反映集团工厂生产加工、运输、储藏过程中是否收到微生物污染的重要的卫生学指标, 也是判断乳制品新鲜度、货架期等质量的重要依据。

*通讯作者: 林立民, 工程师, 主要研究方向为实验室质控, E-mail: linlimin@mengniu.cn

*Corresponding author: LIN Li-Min, Engineer, Inner Mongolia Mengniu Dairy (Group) Co. Ltd., Hohhot 011517, China, E-mail: linlimin@mengniu.cn

菌落总数作为集团产品出厂的必检项目,但是由于受到检测的设备、人员、试剂、工作环境以及对标准方法的执行和理解等不确定因素的影响,集团工厂实验室的检测能力和水平参差不齐。

本次内部能力验证旨在了解集团工厂实验室菌落总数检测能力,并帮助实验室发现日常检测存在的问题,进而促进各实验室的检测水平的提高和管理能力的改善,同时对规范集团实验室的检测工作和促进食品安全具有重要的意义^[2]。

2 材料和方法

2.1 测试材料

所含菌种来源于美国菌种保藏中心 ATCC 的参考菌株。以牛奶为主要成分的基材加入标准菌株并经过均匀性处理的冷冻样品约 50 g。

添加的标准菌株信息：*Bacillus subtilis*、*Klebsiella pneumonia*、*Staphylococcus aureus*。

注：菌落总数的检测值为上述 3 种菌株的总和。

2.2 测试仪器与试剂

2.2.1 测试仪器

除微生物实验室常规灭菌及培养设备外，其他设备和材料如下：

恒温培养箱: $36\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$; 冰箱:
 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$; 恒温水浴箱: $46\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$; 天平: 感量为

0.1 g; 均质器; 振荡器; 无菌吸管: 1 mL(具 0.01 mL 刻度)、10 mL(具 0.1 mL 刻度)或微量移液器及吸头; 无菌锥形瓶: 容量 250 mL、500 mL; 无菌培养皿: 直径 90 mm; pH 计或 pH 比色管或精密 pH 试纸; 放大镜或/和菌落计数器。

2.2.2 测试试剂

25 g 样品+225 ml 生理盐水混合均液作为待测样品的原液；稀释液/缓冲液采用西陇化工股份有限公司的生理盐水；培养基采用北京陆桥技术有限责任公司的平板计数琼脂。

2.3 测试样品

2.3.1 样品制备

合成样品由通标标准技术服务(上海)有限公司进行配置, 比对测试样品采用充分预混技术制备。

2.3.2 均匀性检验

每批制备的测试材料在分发前,由集团中心实验室对样品随机抽取进行均匀性检测。所有样品的均匀性评估均遵循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和稳定性评价指南》^[3]。对于定量测试,用单因数方差分析方法来估计分析方差及样本方差。用于能力验证计划的样品必须考虑其足够均匀性,若 $F <$ 自由度为(9, 10)及给定的 α (通常 $\alpha=0.05$)的临界值 $F_{\alpha}(9,10)$,则表明样品内和样品间无统计学差异,样品是均匀的^[3]。在实验结果数据统计中将不予考虑这方面的因素,见表 1。

表 1 菌落总数样品均匀度验证结果

Fig. 1 Results of evenness verification of the total number colonies sample ($n=20$)

样品序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品两次重复检测结果(对数值)	4.77 4.80	4.89 4.74	4.87 4.86	4.90 4.79	4.82 4.80	4.85 4.81	4.81 4.85	4.72 4.79	4.83 4.83	4.83 4.85
样品测试总数(n)	20									
自由度 ν_1	9									
自由度 ν_2	10									
样品间平方和 SS1	0.015818									
样品内平方和 SS2	0.021793									
均方 MS1	0.001758									
均方 MS2	0.0021793									
统计量 F	0.806511									
自由度(9,10)的 F 临界值表	$F_{0.05}(9,10)=3.02$									
结论	若 $F=0.806511 <$ 自由度为(9, 10)给定显著水平 $\alpha=0.05$ 的临界值 3.02，根据 CANS-GL03 推荐的样品均匀性单因子方差分析，表明样品内、样品间无显著性差异，样品是均匀的。									

表 3 菌落总数样品结果评定
Table 3 Results of total number colonies sample

实验室代号	菌落总数检验结果	对数变换结果	稳健 Z 比分数	结果评定
1	47000	4.67	-2.87	可疑
2	53000	4.72	-2.02	可疑
3	52000	4.72	-2.02	可疑
4	55000	4.74	-1.69	满意
5	65000	4.81	-0.51	满意
6	65000	4.81	-0.51	满意
7	65000	4.81	-0.51	满意
8	68000	4.83	-0.17	满意
9	67000	4.83	-0.17	满意
10	68000	4.83	-0.17	满意
11	69000	4.84	0.00	满意
12	76000	4.88	0.67	满意
13	76000	4.88	0.67	满意
14	75000	4.88	0.67	满意
15	75000	4.88	0.67	满意
16	77000	4.89	0.84	满意
17	77000	4.89	0.84	满意
18	78000	4.89	0.84	满意
19	93000	4.97	2.19	可疑
20	830000	5.92	18.21	不满意
Q1 的位置= $(n+1)/4$		5.25		
Q2 的位置= $(n+1)/2$		10.5		
Q3 的位置= $3(n+1)/4$		15.75		
中位值		4.84		
上四分位值		4.81		
下四分位值		4.89		
标准 IQR		0.059304		

全面质量保证体系的重要环节之一^[5]。

定期对实验室开展内部质量控制考核是集团实验室内部能力验证计划的类型之一。其一，开展内部质量控制，用来验证实验室的实验检测能力。利用 Z 比分数分析，Z 均值越小，其检测能力越强。由表 3 可见，此次内部能力验证代码“20”实验室，其 Z 均值为 18.21，在 20 个被考核实验室中最高，说明代码“20”实验室检测能力最弱；代码“11”实验室，其 Z 均值为 0，在 20 个被考核实验室中最低，说明代码“11”实验室检测能力最强，其次为代码“8、9、10”实验室，Z 均值为 0.17。其二，定期地开展内部能力验证，有助于发现被考核实验室检测的不满意项，从而采取相应的纠正措施。由表 3 可知，此次内部能力验证不满意和有问题的检测值较多，共有 5 个，占到了检测项的 25%(5/20)，其中 1 个检测值已大大超出这次检测范围，成为不满意值，这说明部分被考核的实验室菌落总数项目检测水平有待进一步提高，质量管理体系有待进一步改进，

具体应从以下几方面加以考虑:

(1)人员问题, 实验室应定期进行人员的培训, 以提高业务素质和检验技术水平, 严格操作规程;

(2)检测项目必须建立内部质量控制图, 以保证每个检测数据都在控制范围内;

(3)最好使用国家级的有证标准物质来配制标准溶液或进行内控, 如果是自己配制的标准溶液或使用其它标准物质, 其值应该溯源到国家基准;

(4)检测仪器设备应定期进行检定和校准。

(5)实验室检验人员针对菌落总数项目, 精心准备, 查阅相关文献资料, 保证试剂、仪器设备性能, 接受到样品后严格按照检测标准要求进行操作, 按时提交检测结果。

参考文献

- [1] 陈静, 孙健. 食品中抗生素残留检测方法探讨[J]. 中国食品工业, 2010, 10.
Chen J, Sun J. Antibiotic residues in food detection method [J]. China Food Ind, 2010, 10.
- [2] 杨玉. 燕麦中菌落总数检测能力验证研究[J]. 农产品加工, 2012, 8: 143-146.

Yang Yu. Total number of colonies in oats detection capability validation studies [J]. J Agric Prod Proc, 2012, 8: 143-146.

- [3] CNAS-GL03: 2006 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》[S].

CNAS - GL03: 2006 "ability validation sample homogeneity and stability evaluation guide" [S].

- [4] GB/T 4789.2-2010 食品微生物学检验菌落总数测定[S].

GB/T 4789.2 2010 food microbiology test determination of the total number of colonies [S].

- [5] 勇艳华, 李崇, 顾鑫荣, 等. 乳粉中氯霉素药物残留的测定[J]. 品牌与标准化, 2012, 8: 56.

Yong YH, Li C, Gu XR, *et al.* The determination of chloramphenicol drug residues in milk [J]. Brand Stand, 2012, 8: 56.

(责任编辑: 张宏梁)

作者简介



林立民, 工程师, 主要研究方向为实验室质控。

E-mail: linlimin@mengniu.cn