

速冻草莓菌落总数检验中不确定度的评定

张秀丰^{1*}, 翟硕莉², 王雪莲³, 刘静⁴, 张志强⁴

(1. 衡水出入境检验检疫局, 衡水 053000; 2. 河北省衡水市衡水学院生命科学系, 衡水 053000;
3. 廊坊出入境检验检疫局, 廊坊 065000; 4. 邢台出入境检验检疫局, 邢台 054000)

摘要: **目的** 对速冻草莓中菌落总数检验结果进行不确定评定, 确保检测结果准确可靠。 **方法** 依据 GB4789.2-2010《食品安全国家标准 食品微生物检验 菌落总数测定方法标准》和依据 JJG1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 对速冻草莓样品中菌落总数进行了测定, 建立数据模型, 对引起检测结果的不确定因素进行了分析, 并对其不确定度进行了评定, 最终得到标准不确定度和扩展不确定度。 **结果** 扩展不确定度为 0.0824, $k=2.13$ 。 **结论** 菌落总数检测过程中, 分散性对结果不确定贡献较大, 因此测定结果的不确定度采用检测结果的分散性进行评定。

关键词: 速冻草莓; 菌落总数; 不确定度; 评定

Uncertainty assessment in detection of total bacterial colony in frozen strawberry

ZHANG Xiu-Feng^{1*}, ZHAI Shuo-Li², WANG Xue-Lian³, LIU Jing⁴, ZHANG Zhi-Qiang⁴

(1. Hengshui Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau, Hengshui 053000, China; 2. Department of Biology Hengshui University, Hengshui 053000, China; 3. Langfang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Langfang 065000, China; 4. Xingtai Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Xingtai 054000, China)

ABSTRACT: Objective The uncertainty of the total bacterial colony measurement detected in frozen strawberry was evaluated to ensure the detection results accurate and reliable. **Methods** According to the method of GB 4789.2-2010 and the method of JJG 1059.2-2012, uncertainty in total colony measurement was evaluated, and the result of uncertainty assessment in the detection of total colony in frozen strawberry was analyzed. **Results** The extended uncertainty was 0.0824 with $k=2.13$. **Conclusion** The dispersion is the major contribution of the uncertainty in the detection of total bacterial colony, so the dispersion of the rest results was evaluated for the uncertainty of determination results.

KEY WORDS: frozen strawberry; total bacterial colony; uncertainty; evaluation

1 引言

菌落总数是指食品检样经过处理, 在一定条件下(如培养基、培养温度和培养时间等)培养后, 所得

每 g(mL)检样中形成的微生物菌落总数; 是衡量食品卫生重要指标之一。

测量不确定度, 根据所用到的信息, 表征赋予被测量值分散性的非负参数^[1], 是反应检测数据的准

*通讯作者: 张秀丰, 工程师, 主要研究方向为微生物检测。E-mail: zxf19810709@163.com

*Corresponding author: ZHANG Xiu-Feng, Engineer, Hengshui Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau.No.1396, Renmin Road, Hengshui 053000, China. E-mail: zxf19810709@163.com

确性和体现实验室检测水平的重要指标,依据 ISO/IEC 17025:2005《检测和校准实验室能力认可准则》^[2]对测量不确定度的评定有了明确要求,指出在必要的时候对测量结果的不确定度进行评定;《实验室资质认定评审准则》对测量不确定度也作了如下要求:当不确定与检测和、或校准结果的有效性或应用有关,或不确定度影响到对结果符合性的判定时,报告中还需要包括不确定的信息。本文依据 GB 4789.2-2010《食品安全国家标准 食品微生物检验 菌落总数测定方法标准》对速冻样品进行了菌落总数的测定,同时依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》,根据数据的分散性进行菌落总数不确定度评定,由于速冻草莓未进行深加工,简单清洗后进行速冻保存,对其菌落总数的测定是反映速冻草莓的一个重要卫生指标,当菌落总数达到限量要求数值附近时,为了保证数据的准确可靠,对检测结果进行不确定评定极为重要^[4-6]。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

仪器:生化培养箱(日本三洋);拍击式均质器(中国 上海);JJ 200 型电子天平(美国双杰)。

试剂:氯化钠(优级纯,99.8%)、营养琼脂。

2.2 实验原理^[7]

按照 GB 4789.2-2010《食品安全国家标准 食品微生物检验 菌落总数测定方法标准》要求,进行菌落总数检测;同时根据 CCBLAC/AG05 附录规定,进行菌落总数测试要求:测试样品是均匀的,每个样品都包含可计算得出数目的微生物;在实验室由不同人员按规定的测试方法进行一段时间测试;每个样品均做平行样,必须由同一测试人员进行操作。

3 不确定度评定

3.1 测量不确定度的来源

菌落总数检测的测量不确定度来源主要包括:检样的均匀性、样品的 pH 值、样品的称量或量取、稀释液的配制(包括稀释液的配制和高压前后的体积变化)、培养基(包括培养基的营养成分在高压过程中的变化和培养基与稀释液的混匀程度)、操作环境、培养时间、培养温度等,由于微生物检验的本身特点,同一样品重复检测的结果往往相差较大,即分散性

较大;与操作过程中的其他因素相比较,检测结果的分散性对结果不确定贡献较大,因此根据相关要求,菌落总数测定结果的不确定度采用检测结果的分散性进行评定。

3.2 测量不确定度的评定

按照 GB 4789.2-2010《食品安全国家标准 食品微生物检验 菌落总数测定方法标准》操作,由同一个人对速冻草莓进行 15 次重复测定,每个稀释度做两个平行,同时做空白,15 次平行测定结果及分析见表 1。

计算过程:

a、每一样品的两次测量结果分别是: x_{1i}, x_{2i}

b、对测量的结果及平均数取对数,分别为: $\log x_1, \log x_2, \overline{\log x_i}$

c、对每一样品分别求残差平方和:

$$\sum_{j=1}^2 (\log X_{ij} - \overline{\log X_i})^2 \quad (i=1,2, \dots, 15)$$

d、由各样品的残差平方,计算 15 个样品的合并样本方差 $S_p(\log X_{ij})$

$$\begin{aligned} S_p(\log X_{ij}) &= \sqrt{\frac{1}{m(n-1)} \sum_{j=1}^2 \sum_{i=1}^{15} (X_{ji} - \overline{X_j})^2} \\ &= \sqrt{\frac{0.04489}{15 \times (2-1)}} = 0.0547 \end{aligned}$$

e、每一样品测量两次,因此平均值的实验标准差为

$$s(\overline{\log X_i}) = \frac{s(\log X_{ij})}{\sqrt{2}}$$

f、求平均值的标准不确定度

平均值的标准不确定度等于一倍平均值的实验标准差,所以有

$$u(\overline{\log X_i}) = s(\overline{\log X_i}) = 0.0387$$

g、求扩展不确定度

如前所述,全部测量过程只有一项不确定度,所以直接由平均值的标准不确定度给出测量结果的扩展不确定度。取包含概率 $P=95\%$,根据自由度 $\nu=15$,由 t 分布表得到包含因子 $k=2.13$ 。于是得到扩展不确定度

$$U_{95} = k \times u(\overline{\log X_i}) = 2.13 \times 0.0387 = 0.0824$$

以区间形式表示每一样品的测量结果

$$\overline{\log X_i} - U_{95} \leq \log X_i \leq \overline{\log X_i} + U_{95}$$

表1 检验结果及分析
Table 1 Test results and analysis

序号	测量结果		取对数后测量结果			残差 平方和	取值区间		X_i	X_i
	X_{1i}	X_{2i}	$\log X_1$	$\log X_2$	$\overline{\log x_i}$		$\overline{\log x_i} - 0.0824$	$\overline{\log x_i} + 0.0824$		
1	8600	7200	3.9345	3.8573	3.8959	0.00298	3.8135	3.9783	6500	9500
2	5600	6300	3.7482	3.7993	3.7738	0.00131	3.6914	3.8562	4900	7200
3	12000	9800	4.0792	3.9912	4.0352	0.00387	3.9528	4.1176	9000	13000
4	13000	14000	4.1139	4.1461	4.1300	0.00052	4.0476	4.2124	11000	16000
5	8500	7200	3.9294	3.8573	3.8934	0.00260	3.8110	3.9758	6500	9500
6	5800	5000	3.7634	3.6990	3.7312	0.00207	3.6488	3.8136	4500	6500
7	9900	8200	3.9956	3.9138	3.9547	0.00335	3.8723	4.0371	7500	11000
8	11000	9500	4.0414	3.9777	4.0096	0.00203	3.9272	4.0920	8500	12000
9	15000	12000	4.1761	4.0792	4.1277	0.00469	4.0453	4.2101	11000	16000
10	6900	8300	3.8388	3.9191	3.8790	0.00322	3.7966	3.9614	6300	9100
11	5100	6800	3.7076	3.8325	3.7701	0.00780	3.6877	3.8525	4900	7100
12	7000	9200	3.8451	3.9638	3.9045	0.00704	3.8221	3.9869	6600	9700
13	11000	8100	4.0414	3.9085	3.9750	0.00883	3.8926	4.0574	7800	11000
14	6600	7900	3.8195	3.8976	3.8586	0.00305	3.7762	3.9410	6000	8700
15	15000	13000	4.1761	4.1139	4.1450	0.00193	4.0626	4.2274	12000	17000
求和						0.04489				

h、测量结果报告

根据每一样品 $\log X_i$ 的取值范围,由反对数得到每一样品微生物含量 X 的取值范围。

4 讨论

因为微生物检测不同于理化检测,样品中菌落总数检测结果存在较大的分散性,如果直接用标准偏差公式进行计算,所得到的不确定度结果并不是适合每个项目的不确定度评定,因此采用取对数的方法进行不确定度评定更适合菌落总数检测不确定度的评定。需要提出的是并不是所有的菌落总数测定结果进行不确定度评定时都采用取对数的方法进行计算,当检测结果分散性较小时,仍可以采用贝塞尔公示进行不确定度计算。

在实际检测过程中,由于微生物的特殊性,《GB 4789.1-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验总则》中规定:检验结果报告后,剩余样品或同批样品不进行微生物项目复验。因此当微生物检测结果在合格判定临界值时,为保证数据的准确性,对检测结

果进行不确定度评定是非常必要的。

参考文献

- [1] JJF 1059.1-2012.中华人民共和国国家计量技术规范 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012. Evaluation and expression of uncertainty in measurement[S].
- [2] ISO/IEC 17025-2005.中国实验室国家认可委员会,检测和校准实验室能力认可准则[S].
ISO/IEC 17025-2005. Accreditation criteria for the competence of testing and calibration Laboratories[S].
- [3] 姜雯,薛巍.蓝莓酒中菌落总数测量不确定度的分析[J].酿酒,2012,39(3):85-87.
Jiang W, Xue W. Uncertainty analysis of total colony count in blueberry wine[J]. Liquor Making, 2012, 39(3): 85-87.
- [4] 李莎,谭震.酸乳乳酸菌数检验中不确定度的评定[J].中国卫生检验杂志,2012,22(8):1864-1865,1868.
Li S, Tan Z. Evaluation of uncertainty for lactic acid bacteria determination in yoghurt[J]. Chin J Health Lab Technol, 2012, 22(8): 1864-1865, 1868.

[5] 其其格, 高娃, 乌尼尔, 等. 原子吸收法测定乳粉中钙含量测量结果不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(2): 484-488.

Qi QG, Gao W, Wu NE, *et al.* Evaluation of the measurement uncertainty for the determination of calcium using atomic absorption spectrometry[J]. J Food Safe Qual, 2013, 4(2): 484-488.

[6] 邓全道, 陈晓兰, 欧翔, 等. 硫酸锌返滴定法测定磷酸二氢钙含量的测量不确定评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(1): 229-234.

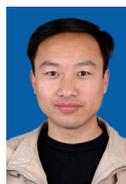
Deng QD, Chen XL, Ou X, *et al.* Evaluation of the measurement uncertainty for the determination of calcium dihydrogen phosphate using back titration analysis of zinc sulfate[J]. J Food Safe Qual, 2013, 4(1): 229-234.

[7] GB 4789.2-2010. 食品安全国家标准, 食品微生物学检验 菌落总数的测定法[S].

GB 4789.2-2010. National food safety standard food microbiological examination, aerobic plate count[S].

(责任编辑: 邓伟)

作者简介



张秀丰, 工程师, 主要研究方向为微生物检测。

E-mail: zxf19810709@163.com