

欧洲标准 EN 13804: 2013 食品中元素及其形态测定的一般考虑和专门要求

卢丽¹, 刘二龙², 刘江晖¹, 王金花³, 李小林³, 林峰¹, 邹志飞^{1*} 译

(1. 广东检验检疫技术中心, 广州 510623; 2. 黄埔出入境检验检疫局, 广州 510730;
3. 北京检验检疫技术中心, 北京 100026)

摘要: 本文全文译自欧洲标准 EN 13804: 2013(E) Foodstuffs - Determination of elements and their chemical species - General considerations and specific requirements. 该标准规定了食品中元素及其形态测定的一般考虑和特殊要求, 概述了从实验室接收样品到最终结果的过程。该标准内容主要包括: 样品制备中的注意事项和要求, 如试剂、器具、设备及样品储存要求; 痕量元素分析的特殊要求, 如对所用试剂、标准物质、容器及设备等的要求; 方法准确度评估指标的计算, 如检出限和定量限、方法偏离评估和回收率及测定不确定度等的计算; 质量控制措施, 如定期参加能力测试(PT)、定期使用标准物质(RM)或有证标准物质(CRM)以及如何使用等; 还包括测试结果的表达形式以及测试报告应包含的内容。

关键词: EN 13804; 食品; 元素及形态分析; 翻译

Foodstuffs - Determination of elements and their chemical species - General considerations and specific requirements-an translation from EN 13804: 2013

LU Li¹, LIU Er-Long², LIU Jiang-Hui¹, WANG Jin-Hua³, LI Xiao-Lin³, LIN Feng¹,
ZOU Zhi-Fei^{1*} Translation

(1. Guangdong Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Guangzhou 510623, China;
2. Huangpu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Guangdong 510730, China;
3. Beijing Inspection and Quarantine Testing Center, Beijing 100026, China)

ABSTRACT: This paper is the translation of the European standard EN 13804:2013: Foodstuffs - Determination of elements and their chemical species - General considerations and specific requirements. This standard specified the general considerations and special requirements for the determination of elements and their chemical species in food, including a process from receiving samples by the laboratory to the final test result. It mainly included the considerations and specific requirements such as reagents, apparatus, equipment and storage requirements in the sample preparation and such as reagent, standard substance, containers and equipment in the analysis of trace elements in food, included the calculation method of the detection limit, quantitative

基金项目: “十二五”农村领域国家科技计划课题(2011BAD23B05-4)

Fund: Supported by the National Science & Technology Program in Rural Areas During the 12th Five-year Plan Period (2011BAD23B05-4)

*通讯作者: 邹志飞, 主任医师, 主要研究方向为食品毒理学与食品添加剂。E-mail: zouzhide@126.com

*Corresponding author: ZOU Zhi-Fei, Chief Physician, Technical Center of Guangdong Entry-Exit Inspection & Quarantine Bureau, Room 1402, B Tower, Guojian Building No.66, Huacheng Avenue, Guangzhou 510623, China. E-mail: zouzhide@126.com

limit, recovery rate and the measurement uncertainty, etc., included the quality assurance methods such as proficiency testing schemes(PT), using standard material (RM) or certified standard material (CRM). It also included the expression of the test result and the essential content in a test report.

KEY WORDS: EN 13804; foodstuffs; element analysis; chemical species analysis; translation

1 引言

本文全文译自欧洲标准 EN 13804: 2013(E)Foodstuffs - Determination of elements and their chemical species - General considerations and specific requirements, 以作为我国从事食品中元素及形态测定的工作者进行方法开发或实际样品分析时的资料参考。目前我国还没有专门针对食品中元素及其形态测定的一般考虑和特殊要求的标准或法规。

该标准概述了从实验室接收样品到最终结果的一个过程, 还详细介绍了一般样品制备程序, 并列了一些食品样品制备的示例。

2 适用范围

目前有效且已经公布的食品中的元素分析方法有许多, 分析工作者往往需要在几个既定的方法之间做出选择, 本欧洲标准对分析工作者如何选择分析方法进行指引。一般而言, 分析工作者应优先考虑这些分析方法, 它们遵守欧洲议会和理事会条例(EC)882/2004^[1]附件中第 1 和第 2 条, 遵守委员会指令 96/23/EC^[2]中的决议及食品法典委员会(CAC)分析方法的一般原则。此外该标准也包含了有关实验室设置, 样品制备及检测报告的操作要求和特点以及指导方针。

3 标准主要内容

3.1 样品制备

3.1.1 概 略

食品样品的处理通常要求与该食品食用前的处理方法相同(如清洗、去皮、去除不可食用部分)。除了以上的处理方法及 3.1.4.1 和 3.1.4.2 中更多细节的明确说明外, 样品不应进行深处理(如不能煮、蒸、煎、加热及类似处理)、干燥等的额外处理, 可能是为了防止样品腐烂。特别是对形态分析而言, 更应仔细考虑待测物的潜在损失或变化。最后, 样品需要均质化(如通过碾磨)以获得均匀的试验部分。在碾磨和切割过程中, 应最大程度上避免污染和不可控制的水分损失。

3.1.2 试剂、器具和设备

样品制备中除了水之外其他试剂和化学品均不能使用。达到饮用水标准的水方可用于一些样品如蔬菜的清洗。然而, 也要取决于分析的目的以及待测元素的种类, 有时

可能必须选用纯净水(见 3.2.1)。装置和设备最好应该按痕量元素分析目的来设计。

一般的厨房用具(如塑料盘、塑料沙拉脱水器及咖啡碾磨器)只要不对样品和待测元素造成影响也可以用于样品制备中。

任何与样品直接接触的设备, 必要时需用洗涤剂 and 热水进行清洗。如果需要, 用洗涤剂清洗过的设备, 或用于存储均质化样品的容器均应用约 6% 稀硝酸(体积比)处理, 然后用纯净水冲洗。

当用不锈钢或铁的设备来进行诸如铬、钼、镍和铁等元素分析时会引起污染, 这种情况下需要使用特殊的设备, 如在进行样品粉碎或均质时可选用钛或陶瓷刀具, 玛瑙钵或球磨机。陶瓷材料具有高度的机械和化学稳定性, 但他们的成分可能不同(如铝氧化物, 锆氧化物)。

应仔细选择均质器以避免造成挥发元素的损失(如混匀时会使样品发热), 或对待测元素的污染, 或形态分析时形态的改变(如由摩擦起热引起)。

3.1.3 样品储存

3.1.3.1 概 略

无论实验室样品还是测试样品, 储存方式均应该保证: 样品成分和质量不会因一些因素如干燥、蒸发损失、腐败或腐烂而发生变化。实验室样品在送到后应尽快进行测试样品的制备。

测试样品应根据材料性质和预期保存时间进行冰箱冷藏或急冻。合适的储存材料可以由玻璃、用螺帽密闭的塑料容器或塑料袋等制成。干样可室温保存。

3.1.3.2 形态分析样品的储存

当储存进行形态分析的样品时, 必须要牢记一些注意事项。对形态分析有较大影响的因素有(见表 1):

a) 温度: 储存温度应足够低, 以防止由于微生物活性造成的如甲基化或生物降解(见表 1)反应。

b) pH: 介质的 pH 会强烈影响无机形态的稳定性。做形态分析的样品在保存时应保持其酸度不变。

c) 光: 光会引起有机金属化合物光降解导致其不稳定。当分析有机金属化合物时, 样品应存放在暗处或不透光的容器中。

d) 储存时间: 一般来说, 储存时间越短越好。

3.1.4 样品制备程序

3.1.4.1 概 略

EU 法规规定了一些痕量元素的样品制备程序, 委员会指令(EC) No 1881/2006^[4]界定了适用于 EU 最大限量的

表 1 进行形态分析的样品保存条件示例
Table 1 Examples of storage conditions for samples intended for speciation purposes

元素(形态)	储存条件
Hg (Hg(II), 甲基汞)	4 °C 或更低温避光保存, 稀释只能在测试前快速进行。
Sn (丁基锡化合物)	PVC 容器会造成有机锡化合物污染, 应避免适用。样品应 4 °C 或更低温暗处保存在硅硼酸盐玻璃瓶中。
Cr (Cr (III) 和 Cr (VI))	处理或储存样品只能使用硅硼酸盐玻璃或石英玻璃。一些玻璃器皿会造成铬污染。样品应 4 °C 或更低温保存, pH 对 Cr (III) 和 Cr (VI) 稳定性影响不同。
Se (Se (IV), Se (VI) 和甲基化合物)	应避免使用聚四氟乙烯容器 ^[3] , 样品应在 -20 °C 或更低温保存, 以免对无机形态有任何改变。酸性介质 (pH 1.5 到 2) 可以避免将 Se (IV) 氧化为 Se (VI)。
As (As (III), As (V) 和有机砷)	样品暗处 4 °C 或更低温储存, 玻璃器皿会造成砷酸盐污染, 应避免使用。

食品。(EC) No 333/2007 指令^[5]制定了更多的有官方控制限量元素的样品制备方法。其他特定法规也可能适用于痕量元素。

在不偏离用于官方控制的 EU 法规特定规定的情况下, 食品分析中只对可食用部分进行研究, 检测结果也对应这一部分。通常非食用的部分应该去除, 如外层的叶子、壳、皮和骨头。如泥土等表面污染应用饮用水或纯净水冲洗以彻底去除。实验室样品应有充足的可食用部分用来制备足量的和有代表性的待测部分。需要注意的是, 可食用部分在不同国家之间是可以不同的。检测报告中应对测试样品的制备和分析部分进行描述(如土豆去皮或土豆洗净未去皮)。

样品应在切割前进行清洗以免水分从切割面浸出。样品用饮用水冲洗后应该用纯净水冲洗, 多余的水应该用物理方法去除, 如摇甩, 使用筛子或滤网(如, 对叶菜)。进行痕量元素分析时, 多余的水分不能用软纸巾擦掉, 因为这会带来不确定的样品污染。设计为即食的样品可以免清洗。

3.1.4.2 一些食品样品制备示例

欧洲市场上的食物种类十分丰富。不同的甚至不同地域之间的产品样品制备方法均不同, 因此本标准不可能涵盖每一个可能的制备程序。表 2 给出了一些食品样品制备程序示例。最好的办法是查找下是否有特定的法规或传统等可以在样品制备中作为参考。

3.1.4.3 干燥和冷冻干燥法

可以通过热干燥(水分和酒精蒸发)或冷冻干燥法(水升华)将液体去掉。干燥时应注意避免待测物的损失或形态的变化, 例如可以降低干燥温度。冷冻样品可以用冷冻干燥法去除液体。确保进行冷冻干燥的样品需被制成足够薄的薄层。强烈建议对含有酒精的样品在分解前进行干燥, 以避免无法控制的反应。

3.1.4.4 均质

参照表 2 进行样品制备后, 样品应通过合适的装置(见 3.3)进行均质。对于形态分析, 应确保均质过程中没有形态发生改变。

冷冻食品应在解冻前进行均质, 解冻时应避免水分丢失。如过分碾磨和高温暴露会导致不可控制的液体损失。液氮或干冰可以间接用来帮助冷冻和碾磨样品, 但不能直接和样品接触。

加入已知量的纯净水(见 3.1)可以简化干燥和半干燥食品(如茶叶、草药、玉米、大米)的均质过程。

3.2 痕量元素分析的特殊要求

3.2.1 试剂

水中痕量元素浓度应该低至不影响测试结果。纯净水可以通过二次蒸馏、石英设备中蒸馏、去离子或亚沸蒸馏来制备。

分析纯级别的化学试剂对痕量浓度元素的测定来说级别不够, 推荐使用更高纯度级别的化学试剂。实验室还可以利用亚沸蒸馏方法来对矿物酸(硝酸或盐酸)进行进一步纯化。

3.2.2 校准物质和参考物质

用于校准的标准物质应该随带一张可以溯源的证书。用来做内部质量控制目的的参考物质(RM)只要有可能, 就应可溯源到有证参考物质(CRM)。

3.2.3 容器、玻璃器皿和设备

3.2.3.1 有关成分的特殊要求

一般来说, 应该使用由高纯材料制成的装置、容器和设备, 以免造成痕量元素污染。烧瓶、容量瓶、烧杯、器皿、表面皿、坩埚或容器应该由氟聚合物[例如应聚四氟乙烯(PTFE), 过氟烷基化物(PFA)]、石英或聚烯烃(如聚乙烯, 聚丙烯)制成。聚烯烃可能含有会影响痕量元素测定的催化剂。

用稀酸(如体积比约 6%硝酸)预清洗后, 这些材料几乎不会带来污染。但是每一种材料都必须经过检查以确保待测元素的浓度没有受到影响。同时, 应该考虑到容器重复使用或显示有刮痕时容器壁可能会有吸附性。

原则上不推荐使用玻璃器具用于痕量元素总量的测定, 这是因为玻璃壁有可能释放出或吸收一些物质。

测碘时, 只推荐使用玻璃器具以避免使用过程中碘的吸收和释放。

表 2 一些食品的样品制备程序示例
Table 2 Examples of sample preparation procedures for some foodstuffs

食品	样品制备
牛奶	充分摇匀。
奶酪	去掉蜡质, 油质或彩色外皮。可食用外皮不能去除。
鸡蛋	去壳。
温血动物肌肉, 肝脏和肾脏	去除骨头、肌腱、结缔组织和脂肪这些不会食用的部分。对整个肾脏进行均质, 因为一些元素在肾脏组织可能分布不均。
香肠	去除非食用部分, 如人造皮。
鲜鱼	用水冲洗, 切鱼时要小心不要弄坏腹壁以免肌肉受到肠内容物的污染, 只对肌肉进行均质, 不要皮(鱼鳞)和骨头。有些鱼类会连骨头和皮(鱼鳞)一起吃, 如沙丁鱼, 凤尾鱼, 鲱鱼和银鱼, 这些应该整个均质。这些应该在分析方法中清晰地注明。
鱼罐头	如果必要将鱼跟液体分开, 当罐头里面的所有内容物都可食用时, 应对罐头里所有内容物进行均质。
甲壳和软体贝类	分析前应将甲壳类动物的可见消化道去除。从实验室样品中制出的可食用部分应该不含残留壳和外骨骼部分。如果对十足类动物的可食用部分进行研究时, 所有的肠(肝胰腺)部分均应定量去除。对螃蟹只有附属肢体的肌肉可以使用。
谷物	谷物应该和谷壳分开, 如果必要, 样品应该碾磨至足够小的颗粒以获得均质部分进行分析。
豆类, 油料种子, 坚果	去除受损的或脏的部分, 坚果去壳, 豆类按习惯做法去皮。
土豆	去芽。用水将泥土洗净。去皮然后用水清洗。
叶类蔬菜	去掉脏的, 枯萎的, 腐烂和变质部分及茎, 如果可行则进行清洗。
茎类蔬菜	去掉脏的, 枯萎的, 腐烂和变质叶子。如果茎不吃, 则去掉。清洗样品, 不吃皮的样品如洋葱, 大头菜应去皮。
根类蔬菜	去掉叶子, 附属物, 脏的及腐烂部分, 然后用水清洗, 不吃皮的样品(如红甜菜)在冲洗前应该将皮刮掉或去皮。
处理过的蔬菜	没必要进行特殊制备, 浸在液体中的产品若液体不打算食用则倒掉, 如使用过滤器。如液体会食用, 则产品需与液体一起均质。
蘑菇	将所有腐烂和脏的部分去掉, 如果合适去掉盖子上的皮, 必要时, 用水冲洗。
水果和果类蔬菜	去掉茎, 萼片, 花瓣, 脏的及腐烂的部分, 如必要冲洗样品并去除种子。对不连皮吃的果蔬不应清洗而是去皮, 还要去除种子(如南瓜, 冬瓜)。
处理过的食品(罐头食品, 冷冻食品)	倾泻去掉通常不打算吃的酱, 盐水或其他填充介质, 若酱/果汁打算吃则一起制样。
干制食品	一般的干制食品, 如水果, 可以直接食用, 通常要求只选择可食用部分。
酒和酒精饮料	打开前去除所有的密封纸并用湿纸巾将瓶子或容器的顶部擦洗干净, 有明显沉淀的酒在取出测试样品或测试部分前应该小心倒出。对所有含 CO ₂ 的饮料, 在取测试样品或测试部分前应用超声波浴脱气。
矿泉水和饮料	采取测试样品或测试部分前用超声波浴脱气。

对汞和锡进行形态分析时, 推荐使用避光的硅硼酸玻璃容器。而对砷和铬进行形态分析时应避免使用玻璃容器, 因为待测物会从玻璃迁出, 如小瓶或玻璃吸管中迁出的砷酸盐可能会影响样品和溶液。

3.2.3.2 清洗

分析中使用的实验器具需在使用前清洗至去掉所有污染, 清洗程序通常包括以下几步: 用饮用水冲洗, 用洗

涤溶液(不包含任何目标元素)处理, 再次用饮用水冲洗, 在稀硝酸中静置过夜或浸更长时间。最后, 使用前用纯净水冲洗。

避免使用铬硫酸清洗玻璃器皿。

例如, 用硝酸蒸化学稳定性较高的容器(石英、含氟聚合物、玻璃制品)被认为是一种有效的清洗方法, 经常用于痕量元素分析。

3.2.4 仪器

如果地方允许, 测量设备放置的房间应与制备样品的房间分开。

3.2.5 实验室

使用含有大量的一种或多种待测元素的化学品和物质用作其他分析测定或作一般清洁用途时, 应避免在进行痕量元素分析的房间进行。

确保外部进入的空气含尘量比较低, 并且, 如果可能的话, 压力高过实验室外部。如果有必要, 使用无尘层流工作台或通风柜。

实验室定期清洁以去除污垢和灰尘, 这对避免设备和样品收到污染是有益的。

3.3 操作要求和特点

3.3.1 一般要求

(EC)No 333/2007^[5]委员会指令规定了铅、镉、汞和锡合适的操作规范。食品法典委员会程序手册^[6]介绍了相关分析方法辨别的更详细步骤。

3.3.2 检出限和定量限

可以从以下几个变量计算检出限(LOD)和定量限(LOQ):

a) 空白溶液中待测物的信号, 空白溶液指不含待测物或含量接近零的溶液。

b) 不含待测物的样品基体; 如果这种食品基体不容易找到, 可以用主要基体元素的模拟来代替。

空白需要经过整个分析过程, 包括分解、稀释和测定。LOD 是通过因子 $3 \times SD$, LOQ 是通过因子 6 或 $10 \times SD$ ^[5] 计算获得。

用来测定 LOD/LOQ 的待测物信号变量可以用不同的方法计算而得。

c) 使用足够数量空白平均值的标准偏差(SD)。空白的数量应该 ≥ 20 并且从不同天数用不同的校正曲线获得。需要强调的是, 由水或稀酸组成的空白溶液一般不代表食品基体, 但能代表基体矿物质含量低的食品, 如烈酒和糖。检出限会因样品质量和稀释体积不同而不同。

d) 对待测物含量呈阴性的样品进行期望 LOD 到 10 倍 LOD 加标回收试验。这种情况下, 会做成 10 个等矩阵浓度的不同加标, 也可以采用四浓度水平三平行添加测定^[7]。LOD/LOQ 会因基体不同而不同, 如牛奶、肉、鱼、蔬菜、水果等, 这取决于基体的类型和含量以及基于基体组分的测试方法灵敏度。常见的做法是在某一类基体中选择一个替代品然后测定该替代品的 LOD/LOQ。空白的标准偏差(σ)来自校准曲线截距的标准偏差, 见《分析实验室内部质量控制的国际统一准则》^[8]。

如果这些方法不适用, 其他用来测定检出限和定量限的变量也是允许的, 如形态分析中采用待测物保留时间上色谱图的背景噪音的标准偏差。

3.3.3 方法偏离和回收

痕量元素分析中, 待测物总量的测定通常是在有机基体破坏后进行的, 方法的准确性用 CRMs 方式进行确认, 通常用偏差来表示。一个 CRM 得来的结果通常反应了均质后的整个分析过程。一般来说, 明显偏离不应进行补偿, 因为它表明的是可以识别和补救的方法学问题。《NMKL 第 5 号程序 化学分析中测量不确定度的估计和表达》^[9]、《ISO/IEC 98-3:2008 指南》^[10]、《EURACHEM/CITAC CG 4 指南》^[11]中有几个方法可以用来计算偏离。

回收的一个操作特性为它通常用在含有萃取或预浓缩的方法中。用来测量元素总量的方法通常不受一些因素影响: 如萃取效率, 因此回收不能提供很有价值的信息。由程序中带来污染或元素损失造成的影响是随意或系统的, 所以可能不能用一个因子进行修正。在这些情况下, 回收是没有意义的, 不能用校正法。

对元素的化学形态进行提取时, 这种情况可以用回收进行校正, 表示目标形态提取不完全。只有进行形态分析才可以用回收对分析结果进行校正, 回收水平应该进行报告(更多详情请见《分析测量中回收信使用的统一准则》^[12])。

3.3.4 测量不确定度

测量不确定度应该涵盖所有影响最终结果不确定度的因素, 因此所有操作步骤, 如样品制备、均质、分解和检测等均应包括在测定不确定度的计算和评估过程中。

至于 EC 1881/2006 号条例^[4]中介绍的食品中污染物的最大限量, 建议计算最大标准测量不确定度以对是否超过最大限量进行客观的判定。在这种情况下, 可以基于(EC) No 333/2007^[5]法规中“适应度-目标”方法进行计算, 代表了有关方法适应性的最大测定不确定度, 依照公式 1 进行计算。

$$u_{\max} = \sqrt{\left(\frac{C}{b}\right)^2 + (\alpha \cdot C)^2} \quad (1)$$

其中:

u_{\max} ——指最大标准不确定度($\mu\text{g}/\text{kg}$);

C ——指目标物浓度($\mu\text{g}/\text{kg}$);

α ——指与 C 值有关的数学因子, 会用到的数值见表 3;

$b=10$, 浓度低于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$;

$b=20$, 浓度大于等于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

考虑到因子 b 的 LOD 应该小于最大限量的十分之一, 最大限量浓度小于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时应小于五分之一。

最大扩展测量不确定度 U_{\max} 由公式(2)进行计算:

$$U_{\max} = 2u_{\max} \quad (2)$$

表示置信水平约 95%。

当用上面的公式计算官方控制采用的方法所得结果不确定度时, 结果会较低。应记住, U_{\max} 只表示与测量相关的最大不确定度是否与欧洲有关污染物的法规保持一致。应对所使用的方法的不确定度进行正确的评估, 以检查它是否符合要求。

表3 公式(1)需要的与目标物浓度相关的常数 α
Table 3 Numeric values to be used for constant α in formula (1) depending on the concentration of interest

C μg/kg	α
≤50	0.20
51~500	0.18
501~1000	0.15
1001~10000	0.12
>10000	0.10

3.3.5 分析质量保证(AQA)

3.3.5.1 一般要求

实验室应证明他们处于受控中且操作熟练。实验室应按照 EN ISO/IEC 17025^[13] 要求建立分析质量保证的文件体系。

3.3.5.2 分析质量控制 (AQC)

AQC 和 AQA 是一个集成部分, 它用来保障该实验室有适当的程序来监控测试结果的有效性。它包括定期使用 RM 或 CRM, 及参与能力测试(PT)。它也包括对测试结果的判定, 以及决定是否需要用同样或不同的方法进行重新分析, 以及采用什么措施来保障结果的准确性。

3.3.5.3 内部质控控制

食品控制实验室应该能够证明他们有合适的内部质量控制程序。EN ISO / IEC 17025^[13] 和《分析实验室内部质量控制的国际统一准则》^[8] 给出了相关实例。

内部质量控制包括:

- 空白样品, 用来监控使用的酸和容器的污染。
- 标准物质(RM's), 代表方法和步骤的准确性。
- 样品的两个独立重复测试, 用来指示分析过程的污染、样品均质是否充分或损失等。

在整个分析过程(如分解, 稀释等)中对样品运行从 a) 至 c) 的操作是内部质量控制的重要要素。

有关内部质量控制更深层次的见解集中在《分析实验室内部质量控制的国际统一准则》^[8] 中。

3.3.5.4 CRMs 的使用

CRM 通常与测试样品用相同的处理方法并行分析。分析 CRM 的目的主要是获得方法偏离的评估。因此, 重要的是 CRM 应该在基质和分析物的含量水平上尽可能与测试样品相似, CRM 分析的结果从以下几个方面进行评估:

- 物质的水分含量(证书值通常指干样)。
- CRM 的置信区间(或类似的变量参数)。
- 所用方法的测量不确定度。

3.3.5.5 RMs 的使用

当使用 RMs 是首选时, 只要有可能, RMs 应可溯源到

CRMs。这可以通过按直接序列分析具有类似基质和待测物浓度的 CRM 实现, 如, Std(标准物质)-CRM-RM-空白-RM-CRM-Std。对结果进行核查, 如果两组结果间有显著差异, 采用合适的统计方法进行分析。然而请注意, 可接受的差异并不能将 RM 变为 CRM。

3.3.5.6 能力测试

实验室可通过参加能力测试(PT)获得在某一特定领域分析能力的独立评估。PT 测试样品的基质和分析物水平尽可能与测试样品相似是很必要的。许多认证机构要求实验室参加 PT 来获得或维持认证。然而, PT 程序并不适用于每一种待测物或样品基质。

3.4 结果的解释和表达

如果有要求, 所有的最终结果在报告时应包括预先建立的测量不确定度。

(EC) No 333/2007 指令^[5] 制定了官方控制目的结果的解释和表达的具体规定。

对于其他分析, 以下几种情况下建议在最终结果中报告最终扩展测量不确定度:

- 超过了一定限量。
- 将最终结果与其他实验室检测结果进行比较。

(EC)333/2007 指令^[5] 规定报告官方控制目的的结果时也包含扩展测量不确定度, 不局限于怀疑超过最大限量(MLs)的情况下需要报告。

最终检测结果在定量限以下时报告形式为: “<LOQ (mg/kg)” 或“小于 LOQ(mg/kg)”, 这里 LOQ 是数值, 如 <LOQ(0.010 mg/kg)或<0.010 mg/kg(LOQ)。

不建议以诸如 “<LOD”, “n.d.”, “n.b” 或类似的形式报告结果。

结果中数值和单位的表达应该与相关规定和精密度的要求保持一致(例如, 如果限量以 mg/kg 规定, 结果应该用同样的单位和相同位数的有效数字表达)。

对于某些食品, 通常要求浓度结果以元素质量对样品干基计。这种情况下应提供分析样品中水分含量信息以及测定湿度所采用的技术。

3.5 测试报告

测试报告应遵循 EN ISO/IEC 17025^[13]。一般情况下, 一份报告至少要考虑以下信息, 但视情况而定, 也可能需要额外信息。

- 完全识别样品所需要的必要信息。
- 分析测试部分及样品制备部分的描述。
- 参考此欧洲标准及所采用的测试方法。
- 获得的试验结果以及规定的单位。
- 分析完成日期。
- 是否达到重复性限的要求。

g)所有偏离本标准的或视为可选的细节, 连同操作该方法时发生的任何影响到检测结果的细节。

参考文献

- [1] Regulation (EC) No 882/2004 of the European parliament and of the council of 29 April 2004 on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules, Official Journal of the European Union. 2004, 1.
- [2] Council Directive 96/23/EC of 29 April 1996 on measures to monitor certain substances and residues there of in live animals and animal products, Official Journal of the European Union. 1996, 10-32.
- [3] Olivas RM, Quevauviller P, Donard OFX. Long term stability of organic selenium species in aqueous solutions [J]. Anal Bioanal Chem, 1998, 360(5): 512-519.
- [4] Commission regulation (EC) No 1881/2006 of 19 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs, Official Journal of the European Union. 2006, 5.
- [5] Commission regulation (EC) No 333/2007 of 28 March 2007 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of lead, cadmium, mercury, inorganic tin, 3-MCPD and benzo(a)pyrene in foodstuffs, Official Journal of the European Union. 2007, 29-38.
- [6] Procedural Manual of the Codex Alimentarius Commission, 17th edition, FAO, Rome, 2007.
- [7] DIN 32645:2008-11, Chemical analysis Decision limit, detection limit and determination limit under repeatability conditions terms, methods, evaluation.
- [8] International harmonised guidelines for internal quality control in analytical laboratories. Pure Applied Chemistry, 1995, 67, 649-666.
- [9] NMKL Procedure no. 5. Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis. Nordic Committee on Food Analysis, NMKL. C/o National Veterinary Institute, PB 750 Sentrum, N-0106, Oslo, Norway.
- [10] ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GMU:1995)
- [11] EURACHEM/CITAC Guide CG 4. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Second edition 2000.
- [12] Harmonized Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement, Pure Applied Chemistry, 1999, 71, 337-348,
- [13] EN ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO/IEC 17025)

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



卢 丽, 研究生, 工程师, 主要研究方向为食品及食品添加剂中元素的检测。
E-mail: luli7640005@163.com

邹志飞, 主任医师, 主要研究方向为食品毒理学与食品添加剂。
E-mail: zouzhifei@126.com