

质控图在乳粉蛋白质含量测定中的应用

丁红梅^{1*}, 赵蓓², 施炎炎¹, 朱云¹

(1. 南通市食品药品监督检验中心, 南通 226000; 2. 如东县综合检验检测中心, 南通 226000)

摘要: **目的** 分析质量控制图在实验室内乳粉中蛋白质含量检测中的应用。**方法** 选取稳定的标准奶粉样品, 利用 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》检测乳粉蛋白质含量, 绘制 2 种类型控制图来说明质控图手段在食品理化分析中的应用。**结果** 统计了 2016 年 1 月到 10 月标准奶粉样品中蛋白质含量的测定值, 绘制相对应的质控图。利用 $\bar{X}$ -图和 R -图的数据分布特点来判断这段时间检测数据的可靠性, 确定食品检测过程中是否有异常情况。**结论** 质控图成本低而且方便易于操作, 值得基层实验室推广, 可以及时发现检测过程中各阶段存在的波动情况并及时采取措施加以控制。

关键词: 质控图; 食品理化分析; 系统效应; 随机效应

Application of quality control chart in determination of protein content in milk powder

DING Hong-Mei^{1*}, ZHAO Bei², SHI Yan-Yan¹, ZHU Yun¹

(1. Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, Nantong 226000, China; 2. Rudong County Comprehensive Inspection and Testing Center, Nantong 226000, China)

ABSTRACT: Objective To analyze the application of quality control chart in determination of protein content in milk powder. **Methods** The stable standard milk powder samples were selected, and the protein content of milk powder was detected by GB 5009.5-2016 *National standards for food safety Determination of proteins in foods*. Two types of control charts were drawn to illustrate the application of quality control chart in food physical and chemical analysis. **Results** The statistical determination of protein content in the value of standard samples from January to October in 2016 was counted and quality control charts were draw. By using the data distribution characteristics of $\bar{X}$ - and R - diagrams, the reliability of the detection data was determined, and whether the food detection process was abnormal or not was determined. **Conclusion** The quality control chart is low cost, convenient and easy to operate, which is worth popularizing for primary laboratories. It can detect fluctuations in different phases of the detection process and to timely take measures to control.

KEY WORDS: quality control chart; physical and chemical analysis of food; system effect; random effect

1 引言

1924 年 Shewhart 博士将显著性统计原理应用于生产控制过程中, 提出了控制图理论。当一个控制值落在 $\pm 3s$

内而且只有正态偶然变差出现的体系中, 称为“控制中”的值; 若控制值落在相应控制限以外, 则说明存在大于偶然变差的因素, 称作“控制外”的值。 $\pm 3s$ 方法确定的质量控制图控制限, 这也是质控图的基础理论^[1-3]。质控图大体分

*通讯作者: 丁红梅, 工程硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品理化检测及实验室内部质量控制。E-mail: dhm7801@163.com

*Corresponding author: DING Hong-Mei, Senior Engineer, Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, Nantong 226000, China. E-mail: dhm7801@163.com

为这 4 种: 均值控制图($\bar{X}$ -图)、极差控制图(R -图)、准确度质量控制图($r\%$ -图)、均值-极差控制图($\bar{X}$ - R 图)。

质控样品在选择时应考虑与待测样品的基质接近或尽可能类似, 而且具备稳定性、数量充足、适合的分析浓度、以及方便保存等特点。但是食品检测对象比较多而且基质复杂, 想获得同时满足条件的质控样品时难度有点大, 我们可以用下面几种不同类型的质控样品来满足质量控制的需要。(1)有证标准物质: 针对这类质控品的质控图可以使用 $\bar{X}$ -图, 如果对其进行 2 个或 2 个以上平行样的重复分析, 也可以使用 R -图。(2)自制标准物质: 这类控制样品可以使用 $\bar{X}$ -图, 如果对控制样品进行了 2 个或 2 个以上的重复分析, 还可以使用 R -图。(3)空白样品: 此类控制样品通常使用 $\bar{X}$ -图或者使用 R -图^[4], 在食品理化分析中一些色谱、质谱、光谱仪器检测项目, 还有一些易污染、痕量项目, 如塑化剂、重金属检测需要利用空白样品做质量控制图。(4)待检样品: 针对这类质控品一般应使用 $r\%$ -图^[4-7]。

使用 $\bar{X}$ -图需要确定控制限和中位限(central limit, CL), 控制限一般计算某个时间段内控制值的标准偏差(s), 警告限为 $\pm 2s$, 行动限为 $\pm 3s$ ^[4]。选择 R -图或 $r\%$ -图, 因为极差总为正值, 故而极差图只有上控制限。控制限一般计算某个时间段极差的平均值, 一般食品检测进行双样平行分析时 $n=2$, s =极差的均值/1.128, 中位限(CL)为极差的均值, 警告限(warning limit, WL)为 $+2.833s$, 行动限(action limit, AL)为 $+3.682s$ ^[4]。

食品检测数据和结果的准确性是保护消费者生命健康的重要技术支撑, 整个检测过程是把握食品质量安全的重要环节。本文选用食品检验室里常检测的蛋白质作为案例, 证明食品理化实验室通过采用质控图手段, 能够很快发现检测过程中异常情况并及时采取预防及纠正措施, 以便减少乃至消除检测中发生的质量问题, 以达到保证检测结果符合要求的目的, 而且这种手段具有经济、可操作性强等优势。

2 材料与方法

2.1 材料与仪器

奶粉标准品(BW3831-2, 中国标准品中心); 2300 型全自动蛋白质测定仪(瑞士 FOSS 公司); AL204 型电子天平(英国梅特勒公司)

2.2 试验方法

2.2.1 方法选择

本文采用的检测方法根据 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准食品中蛋白质的测定》^[8]进行检测, 质控样品选择了中国标准品中心提供的编号为 BW3831-2 奶粉标准样品, 该样品标准物质证书上提供的标准值为 22.84%, 相对扩展不确定度($k=2$)为 6.0%, 对于那些经常检测的食品检

验项目一般选择半年以上时间的质控样品的数据, 所以我们选择的数据是在检测时间 2016 年 1 月 25 日至 2016 年 10 月 30 日的所有数据, 而且为双平行样测定。

2.2.2 控制图选择

因为本实验中是对标准物质进行平行样检测, 故而我们选择 $\bar{X}$ -图和 R -图, 根据已经选择的质控图类型分别计算出所有数据中的 7 个值: 平均值($\bar{X}$)、中心线(CL)、上警告限(upper warning limit, UPL)、下警告限(lower warning limit, LWL)、上行动限(upper action limit, UAL)、下行动限(lower action limit, LAL), 极差值(R), 以所有数据检测的时间为横坐标, 测定值或极差值为纵坐标, 绘制出这段时间内的质量控制图^[9-14]。

3 结果与分析

3.1 均值控制图

本文选取了稳定的标准奶粉样品检测乳粉蛋白质含量, 时间为 2016 年 1 月 25 日至 2016 年 10 月 30 日, 近 10 个月的时间, 共计 29 批次数据, 所有质控样检测为双平行样。具体检测数据见表 1。

表 1 奶粉中蛋白质测定
Table 1 Results of protein in milk powder

时间	测定值 1(%)	测定值 2(%)	平均值 $\bar{X}$ (%)	极差值 R (%)
2016-1-25	22.84	22.81	22.825	0.03
2016-2-16	22.74	22.79	22.765	0.05
2016-2-28	22.71	22.79	22.75	0.08
2016-3-12	22.74	22.82	22.78	0.08
2016-3-19	22.8	22.86	22.83	0.06
2016-3-28	22.8	22.86	22.83	0.06
2016-4-7	22.77	22.82	22.795	0.05
2016-4-18	22.78	22.81	22.795	0.03
2016-4-30	22.76	22.81	22.785	0.05
2016-5-7	22.77	22.82	22.795	0.05
2016-5-16	22.72	22.81	22.765	0.09
2016-5-25	22.73	22.8	22.765	0.07
2016-5-30	22.76	22.84	22.8	0.08
2016-6-5	22.73	22.79	22.76	0.06
2016-6-13	22.88	22.82	22.85	0.06
2016-6-22	22.9	22.85	22.875	0.05
2016-6-29	22.86	22.81	22.835	0.05
2016-7-4	22.88	22.84	22.86	0.04

续表 1

时间	测定值 1(%)	测定值 2(%)	平均值 $\bar{X}$ (%)	极差值 R(%)
2016-7-12	22.84	22.84	22.84	0
2016-7-21	22.86	22.85	22.855	0.01
2016-8-4	22.85	22.87	22.86	0.02
2016-8-12	22.87	22.82	22.845	0.05
2016-8-29	22.86	22.82	22.84	0.04
2016-9-7	22.87	22.81	22.84	0.06
2016-9-18	22.86	22.8	22.83	0.06
2016-9-29	22.88	22.84	22.86	0.04
2016-10-10	22.89	22.8	22.845	0.09
2016-10-22	22.78	22.88	22.83	0.1
2016-10-30	22.79	22.84	22.815	0.05

从上表可以计算出平均值中位限(CL)值为 22.818%, 标准偏差(s)=0.0357, 警告限 $WL(\%)=(22.818\pm2\times0.0357)\%=(22.818\pm0.0714)\%$ (其中 UWL 为 22.747%, LWL 为 22.889%), 行动限 $AL(\%)=(22.818\pm3\times0.0357)\%=(22.818\pm0.1071)\%$ (UAL 为 22.711%, LAL 为 22.925%)。

根据 CL、WL、AL 值我们绘制了乳粉中蛋白质测定的 $\bar{X}$ -图, 具体见图 1:

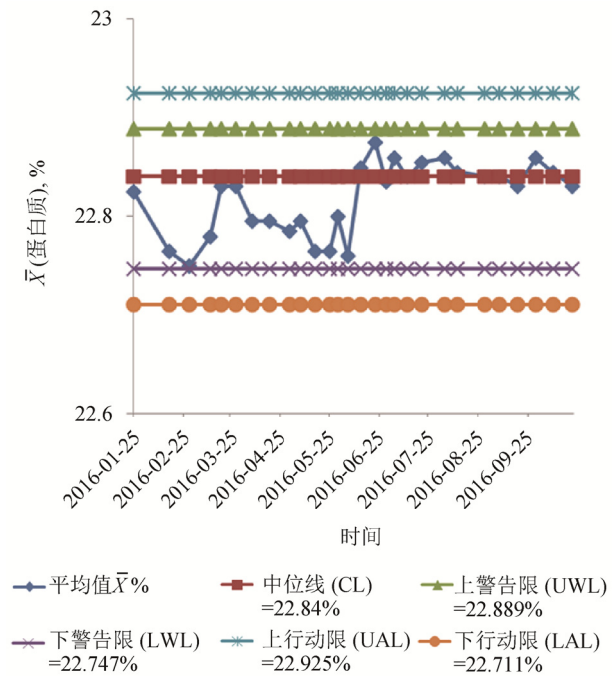


图 1 乳粉中蛋白质测定的 $\bar{X}$ -图

Fig. 1 $\bar{X}$ -diagram of determination of protein in milk powder

3.2 极差控制图

根据表 1 的数据可以计算出极差的平均值 (CL)=0.057%, $s=0.057\div1.128=0.0505$, $WL=2.833\times0.0505=0.143\%$, $AL=3.686\times0.0505=0.186\%$ 。根据极差的 CL、WL、AL 值我们绘制了乳粉中蛋白质测定的 R-图, 见图 2。

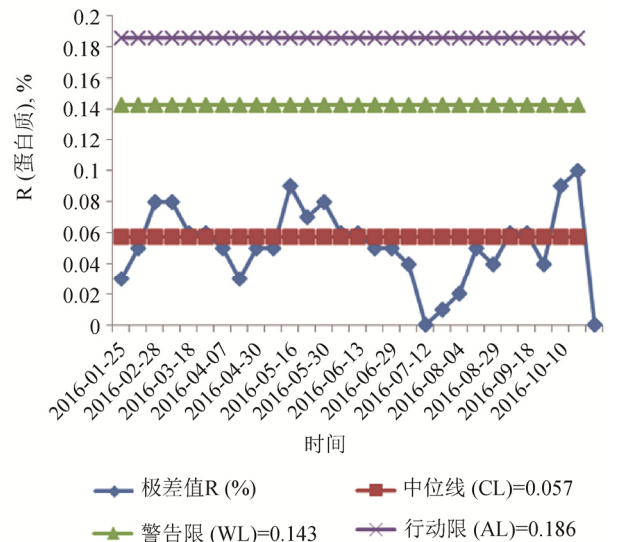


图 2 乳粉中蛋白质测定的 R-图

Fig. 2 R-diagram of determination of protein measured in milk powder

3.3 质控图分析

当质控图绘制完成后, 一般根据控制值落在区域考虑: 第 1 种情况是检测控制值全部落在警告限以内, 但是如果控制值在警告限和行动限之间, 而前 2 个控制值落在警告限以内, 说明该质控图显示方法受控, 这种情况实验室可以报告测试结果。第 2 种情况是所有控制值落在警告限以内(最后 3 个控制值只能有 1 个落在警告限和行动限之间), 而且出现连续 7 个控制值单调上升或单调下降, 或者 11 个连续控制值出现有 10 个落在同一侧, 这种质控图说明检测方法还受控但数据统计失控, 实验室这时还可以报告检测结果, 但实验室在数据统计方面可能有问题在发展。第 3 种情况是有控制值落在行动限之外, 或者控制值出现在警告限和行动限之间, 而且前 2 个控制值至少有一个也落在了警告限和行动限之间, 这时的质控图说明检测方法失控, 实验室不可以报告检测结果, 对于在上一个受控值之后分析样品全部重新分析^[15,16]。

根据这 29 批数据绘制的图 1 和图 2 我们可以看到, 2 张图显示数据属于第 1 种情况, 全部落在了上下警告限以内, 说明 GB 5009.5-2016 该检测方法在实验室运行体系中是受控的。

4 结 论

本试验通过测定乳粉中的蛋白质含量并在实验室内

绘制质控图,证明 GB 5009.5-2016 该检测方法在实验室运行体系中是受控的。在质控工作中我们通常还会使用实验室间比对、能力验证等其他质量控制手段,这些手段都存在操作成本高、不能持续关注实验室检测过程的缺点,而利用稳定的质控样品,在实验室内部和普通样品同时进行检测,经济适用,还能及时发现检测过程中各阶段存在的波动情况并及时采取措施加以控制,对于基层实验室应该大力推广这种简单、经济、可操作的质控手段。

参考文献

- [1] 质量控制图概述[J]. 中国卫生质量管理, 2015, 22(6): 32.
Quality control diagram overview [J]. China Health Qual Manag, 2015, 22(6): 32.
- [2] 孙公旭, 孙静. 质量工程师手册[M]. 北京: 企业管理出版社, 2002.
Sun GX, Sun J. Quality engineer handbook [M]. Beijing: Enterprise Management Press, 2002.
- [3] 聂富强, 杜丽丽, 李治亚, 等. 质量控制图在化学实验室检测中的应用[J]. 化学工程与装备, 2015, 23(5): 199–202.
Nie FQ, Du LL, Li ZY, *et al.* The application of the quality control chart in chemical laboratory tests [J]. Chem Eng Eq, 2015, 23(5): 199–202
- [4] CNAS-GL39:2016 化学分析实验室内部质量控制指南-控制图的应用[S].
CNAS-GL39:2016 Chemical analysis laboratory internal quality control guide-application of control charts [S].
- [5] GB/T 32464-2015 化学分析实验室内部质量控制利用控制图核查分析系统[S].
GB/T 32464-2015 Chemical analysis laboratory internal quality control and control chart verification analysis system [S].
- [6] GB/T 27407-2010 实验室质量控制利用统计质量管理和控制图技术评价分析测量系统的性能[S].
GB/T 27407-2010 Quality control in laboratories applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance [S].
- [7] Jardi R, Rodriguez F, Buti M, *et al.* Quantitative detection of hepatitis B virus DNA in serum by a new rapid-time fluorescence PCR assay [J]. J Viral Hepat, 2010, 8: 465–471.
- [8] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准-食品中蛋白质的测定[S].
GB 5009.5-2016 National standards for food safety Determination of proteins in foods [S]
- [9] 李红. 分析测试中质量控制图的绘制[J]. 广东化工, 2011, 38(1): 173–174
Li H. Analysis of quality control drawing in test [J]. Guangdong Chem Ind, 2011, 38(1): 173–174
- [10] 聂蕾, 陈水廷. 控制图在检测实验室设备期间核查中的应用[J]. 化学分析计量, 2013, (4): 83–86
Nie L, Chen ST. The application of the control chart in the detection of laboratory equipment [J]. Chem Anal Meas, 2013, (4): 83–86.
- [11] 丁红梅, 季葛振, 施炎炎, 等. 质量控制图在食品检测中的应用[J]. 粮食与食品工业, 2016, 23(4): 98–101.
Ding HM, Ji GZ, Shi YY, *et al.* Quality control diagram applied in food detection [J]. Cereal Food Ind, 2016, 23(4): 98–101.
- [12] 国家认证认可监督管理委员会. 实验室资质认定工作指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2010.
National Certification Accreditation Supervision and Management Committee. Laboratory qualification guidelines [M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 2010
- [13] 栗智. 质量控制图的原理和方法及在仪器分析中的应用[J]. 理化检验(化学分册), 2005, 41(5): 343–346.
Li Z. Principle and method of quality control diagram and application in instrumental analysis [J]. Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2005, 41(5): 343–346.
- [14] 周强, 陈念念, 刘晓琪, 等. 质量控制图用于石墨炉原子吸收光谱法检测海水中铅元素[J]. 化学分析计量, 2014, 15(5): 30–32.
Zhou Q, Chen NN, Liu XQ, *et al.* The quality control diagram issued for the detection of lead elements in seawater by the atomic absorption spectrometry of graphite furnace [J]. Chem Anal Meas, 2014, 15(5): 30–32.
- [15] 郭颀, 周易, 乔秀明, 等. 液相色谱响应因子控制图在标准物质质量控制中的应用[J]. 化学研究与应用, 2014, 26(6): 905–908.
Guo J, Zhou Y, Qiao XM, *et al.* Application of liquid chromatographic response factor control diagram in standard material quality control [J]. Chem Res Appl, 2014, 26(6): 905–908.
- [16] 焦叔斌. 质量与质量控制[M]. 北京: 中国人民大学出版社, 2010.
Jiao SB. Quality and quality control [M]. Beijing: China Renmin University Press, 2010.

(责任编辑: 姜 珊)

作者简介



丁红梅, 高级工程师, 主要研究方向为食品理化检测及实验室内部质量控制。
E-mail: dhm7801@163.com