

浅谈实验室样品管理过程控制

陈珊珊^{*}, 林 丽

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘 要: 随着社会的不断发展, 很多食品或者保健食品类生产公司为了公司长久发展, 建立内部实验室, 用于检测公司内部生产所需的原料、包材以及生产过程中的中间体、环境验证和最后的成品检测或者研发检测。因此如何规范车间或者其他部门, 使送检的样品具有代表性、有效性和溯源性至关重要。同时样品是检测工作的对象, 样品的接收、流转、处置、保护、存储、保留、清理或者归还等都直接影响检测的结果。为防止样品的代表性、有效性、完整性和可追溯性受到影响, 保证检测结果准确可靠, 应使样品在各环节得到有效的控制, 这样既有利于保密和安全工作, 也符合保障实验室与客户利益的需要。本文从实验室样品管理过程着手, 综述实验室样品管理的过程控制, 对保证样品的代表性、有效性、完整性和可追溯性有实践应用价值, 供检验检测机构参考。

关键词: 检验检测; 样品管理; 过程控制

Discussion on the process control of laboratory sample management

CHEN Shan-Shan^{*}, LIN Li

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: With the continuous development of society, many food or health food production companies have established internal independent laboratories for the long-term development of the company, which is used to detect the raw materials, packaging materials intermediates, environmental verification and final product testing or R & D testing required by the company's internal production. Therefore, it is very important to standardize the workshop or other departments to make the samples representative, valid and traceable. Because the sample is the object of the inspection work, the receipt, circulation, disposal, protection, storage, retention, cleaning or return of the sample directly affect the inspection results. In order to prevent the representativeness, validity, completeness and traceability of the samples from being affected, and to ensure the accuracy and reliability of the test results, the samples should be effectively controlled in all aspects, which is conducive to confidentiality and safety work, and meets the needs of protecting the interests of laboratories and customers. In this paper, the process control of laboratory sample management was summarized from the process of laboratory sample management. It had practical application value for ensuring the representativeness, validity, integrity and traceability of samples, which could provide reference for inspection and testing institutions.

KEY WORDS: inspection and testing; sample management; process control

^{*}通讯作者: 陈珊珊, 工程师, 主要研究方向为保健食品安全管理。E-mail: 1170209465@qq.com

^{*}Corresponding author: CHEN Shan-Shan, Engineer, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 1170209465@qq.com

1 引言

在整个企业生产价值流程中,产品经过开发、试验、生产到销售整个过程中,企业内部实验室全程参与产品质量风险评估与监控,样品管理在实验室管理中扮演重要角色,其中样品反映的是整批产品或者物料的品质要求,具有代表性,是对整个公司品质的保证。

实验室样品管理工作是样品进入实验室的第一步,也是食品检测的关键步骤。样品管理员规范、高效、准确、安全地进行样品接收工作,能够使检测结果得到保障^[1]。因此实验室应对专门人员进行授权,禁止其他未授权人员进入授权区域。

在实验室样品管理过程中,关键控制点包括检测委托单的受理、样品的识别、检测任务的下发与执行、样品的保管、样品的处理与保密及一些注意事项。本文通过实践上述过程控制点,样品管理员不断的反思与总结经验,可有效的提高样品管理效率和水平,避免样品变质、污染、丢失、损坏,并负责对样品贮存、流转和处置过程进行控制。

2 样品管理过程控制

根据 CNAS-CL 01:2018《检测和校准实验室能力认可准则》^[2]:样品接收时,应记录与规定条件的偏离。当样品的检测方法有疑问,或当样品不符合所提供的描述时,实验室在开展实验之前询问客户,以得到进一步说明,并记录询问的结果。当客户知道已经偏离了规定条件仍要求检测,实验室应在报告中作出免责声明,并指出偏离可能影响的结果。

2.1 检测委托单的受理

委托方在 LIMS 上的“检测委托单”填写检测相关的样品名称、样品量、样品性状、样品批号、生产日期、物料代码、规格型号、包装方式、储存条件、检测项目、方法、结果评定、联系人等信息,并注明特殊服务要求等,可直接打印成检测委托单。经确认签字后随样品一起交给样品管理员予以受理。

样品管理员在受理委托单时,应根据委托人的要求,查看样品基本信息(样品名称、包装、数量、型号、规格、性状供应商、生产批号、生产日期等)与委托单的一致性、所提供的资料的完整适宜性。初步判断实验室是否具备开展的检测条件。所有接受委托单的样品,实验室均应该记录样品的基本信息及相应的沟通、变更情况,并形成记录。

样品管理员在受理过程中,若发现样品偏离了其他规定,例如没有按照要求存储,应作记录。当发现样品包装、性质或其他信息与委托单不一致,或者对检测项目、方法存在疑问,或者收到的信息资料不完整、不适宜,或

实验室不具备检测条件等情况,应及时与委托人予以沟通,得到进一步说明或者达成共识,沟通应形成记录,写在委托单备注栏。

对于不符合检测要求的检测委托单或样品,样品管理员有义务告知委托方相关情况,让其考虑取消项目检测或者采用其他措施。当委托方仍要求检测时,实验室应在报告中作出免责声明,并指出可能影响的结果^[2]。最后填写沟通记录,方便日后追溯。

对委托方要求协助分包的项目、实验室不具备检测条件、仪器设备故障、缺少耗材或者仪器使用频次低,费用贵等而需要分包的检测项目,样品管理员应该按照要求填写分包申请单,并报给技术负责人审批。然后确定拟定分包实验室,并收集资料,经客户同意后,实施分包。

《检测委托单》(如图 1)上的编号为唯一性标号,由 LIMS 自动生成,编号方式为 XXXX+年号(2 位)+月(2 位)+流水号(4 位),样品管理员在系统上点击受理、接收和提交委托单,并在纸质版委托单签名签日期,同时填写《样品及检测工作签收表》,受理完成。

2.2 样品的识别

样品的代表性、唯一性、完整性和有效性直接影响到检测结果的准确性。故样品管理员在受理客户委托检测时,负责对送检样品的完整性和对应于检测要求的适宜性进行验收,记录接收样品的状态,做好样品的唯一性标识并负责将样品及其数据传送到各科室及做好检测分包的实施。

收到样品后,针对委托单的检测项目,判断样品量是否足够,样品的基本信息是否与委托单一致,然后对样品进行标示。样品的识别包括不同样品及不同检测状态的识别,样品管理员通过粘贴检品标签的方式对样品进行识别。检品标签内容包括样品编号、到样日期、检验科室、检验状态、储存条件。检品标签需粘贴在样品明显位置上。

样品编号与检测物体的编号同样由系统自动生成,相对应并具备唯一性,具体方式为:XX+年(2 位)+月(2 位)+流水号(4 位)+样品号(3 位),仅有 1 个样品时,样品号为 001,有多个样品时,001 对应《检测委托单》样品列表里的第 1 个样品,002 对应的是第 2 个样品,以此类推。注意的是,样品编号与委托单编号的“年(2 位)+月(2 位)+流水号(4 位)”一致。

在整个检测过程中,检品标签都应该保留,保证样品在流转过程中其编号在不同原始记录、报告、仪器使用维护记录等文件中不被混淆。

2.3 检测任务下发及执行

样品管理员根据委托方在 LIMS 上提交《检测委托单》内容制作相应的《检测工作表》(如图 2)、在检品标签上标识样品流转状态(储存条件、检验状态等),并分发《检测工作表》和样品^[3]。

JS-04 第 1 页, 共 1 页

检测委托单

常规委托
样品名称
委托单编号: ...20050100

委托方信息	委托方			联系电话	
	委托方联系人				
样品信息	样品名称	鱼油软胶囊			
	样品批号		样品生产日期	-	
	型号/规格		样品量		
	物料代码		批数量		
	供应商		厂家批号	-	
	生产商	-			
	样品性状及包装方式	性状:			
色异:					
包装方式:	室温				
余样处理	由服务方处理				
委托检测项目和检测方法	检测项目	限量指标	检测方法		
检测时限	标准时间				
报告要求	GMP报告		结果评定:	是	判定依据: **
说明	1. 标准时间: 原辅料9天, 成品10天, 多种维生素类为12天, 其他为9天。				
	2. 如委托方未明确检测方法及判定依据, 则默认为按股份下发的对应最新版质量标准进行。				
	3. 委托检验对所送样品负责, 委托方保证对所提供的样品和资料的真实性负责。				
	4. 带*栏目为委托方必填项目, 如没有该项, 可用"/"表示, 其它未尽事宜, 请在备注栏标明。				
备注					
委托方经办人			本中心经办人		

图 1 检测委托单
Fig.1 Test order

*******检测中心**

****-** (文件编码) 第*页/共*页

检测工作表

委托单编号: ****20040501		分析组: ****				
样品编号: ****20040501001	受理日期: 2020/05/01	要求完成日期: 2020/05/06				
样品名称: *****	样品批号: *****	样品规格: ***mg/粒***粒/瓶				
序号	检测项目	规定指标	检测方法	检测结果	结果评定	备注
1	干燥失重	≤5.0	《中华人民共和国药典》 2015年版 四部		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	
2	灰分, %	≤ 2.0	GB 5009.4-2016		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	
3	酸价, (KOH) mg/g	≤4.0	GB 5009.229-2016		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	
4	过氧化值, g/100g	≤ 0.25	GB 5009.227-2016		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	
5	黄曲霉毒素B1, μg/kg	≤10	GB 5009.22-2016		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	
6	净含量及允许偏差	符合JJF1070的规定	JJF1070		<input type="checkbox"/> 合格 <input type="checkbox"/> 不合格	

图 2 检测工作表
Fig.2 Detection worksheet

各检测科室在 LIMS 系统接收到待测试项目, 检测人员到接样室领取样品及《检测工作表》, 并在《样品及检测工作签收表》中签字确认, 同时依据委托单检测要求开展检测工作。进入检测状态的样品, 其储存、管理由各科室负责。进入检测状态的样品, 由首次开启样品的检测人

员在“在检”栏内划勾。

检测结束后, 由检测人员在“已检”栏内划勾并将样品归入样品柜“已检区”, 按照样品性状保存在适当的环境中。

检测结束后, 由检测人员在样品“检毕”栏内划钩并将

样品归入样品柜的“检毕区”，按照样品的性质保存于适当的环境中。根据检测中心的工作量及样品性质，样品保留时间一般为 15 d。特殊样品可以适当延长保存时间，例如用于方法适用性、物料筛选或稳定性研究的样品。

2.4 样品的保管

因为样品具有特殊性，保管样品的区域应具备防火、防水、防霉、防盗功能。实验室应根据样品特性配备专门的样品储存设备，例如常温样品柜、冷藏箱、冷冻柜等，并定期监控相应环境条件是否满足样品在保存过程中其检测特性不发生变化。样品管理员在保管样品的时候须注意以下方面。

对于简易包装样品的一些检测特性易发生变化的项目如水质及新鲜食材微生物检测、酸价、过氧化值，实验室应在 8 h 内开展检测，如不能及时开展，应根据要求密封并置于冰箱冷藏柜中储存，最长时间不得超过 72 h。

对于有特殊要求的样品如：需冷藏、冷冻、避光、干燥等特殊要求的样品，实验室应按要求储存，并监控和记录环境条件。

其他样品：委托方无特殊存储要求且检测特性不易发生改变的样品，实验室可将样品存放于样品柜中，开展时取用，但最长时间不宜超过 30 d。

实验室样品标签可以设置不同颜色进行区分：对于常规检测样品，样品上贴上白色检品标签；对于样品量少，需要各组共用的，样品放在指定样品柜，并贴上共用绿色检品标签，方便检验员找样品检测；对于客户要求归还检测剩下的样品，贴上黄色检品标签，提示检验员归还检测完毕的样品到接样室；对于客户要求的加急样品，贴上红色标签，提示检验员优先安排检测。

在样品流转过程中，样品如果发生损坏，应立即分开，贴上明确标识，填写《样品损坏报告表》，与检测结果相关时由检验员向科室负责人说明原因，并采取相应措施。

2.5 样品的保密与安全

实验室严格按照委托方签订的协议与有关规定进行样品的检测、储存和处理，严格执行《保护委托方机密及所有权程序》，对委托方的样品、技术数据及有关信息负有保密责任。

为保证样品的安全及保密要求，实验室对进入储存室的人员进行控制。样品管理员应给予授权，并有资源履行职责。

对特殊样品，应做出相应安排，包括样品接收、流转、贮存、处置及技术数据的管理，采取安全防护措施，保障样品的完好和机密性。

对于微生物检测出致病菌的样品及使用于实验对照的阳性样品经过 121 °C，灭菌 30 min 处理后才能丢弃。

对实验室不能检测且委托方同意分包的样品，在分包时，应注意防止委托方机密信息及所有权泄露造成损失。

3 样品接收与受理过程注意事项

在日常送检过程中，样品管理员反复沟通客户关于样品量问题、检测项目方法问题、以及委托单填写问题；在接收过程中，样品标识不清晰，与其他样品或者记录产生混淆；检测项目不明确，无法准确安排检测任务给到实验室。针对目前现状进行了相关归纳整理。

3.1 取样量计算

针对部分实验室内部特殊检测项目，对取样量进行了梳理，具体见表 1。

3.2 特殊项目检测注意事项

实验室有些特殊项目，检测它们时，需要检测其他项目才能得到最后的结果，样品管理员在受理过程中很容易忽略，常见的有如下情况，具体见表 2。

表 1 部分检验项目取样量要求
Table 1 Sampling requirements for some inspection items

组别	检测类别	项目类型	样品需求量
		液态类样品粘度	≥ 500 mL
		松装密度/振实密度/休止角	300 g
		冷冻试验	300 g
		酸价、过氧化值(蛋白棒、饼干、杏仁粒等提油类) ^[4]	250 g
理化样品量	特殊项目的检测	相对密度(GB 5009.2) ^[5]	50 g
		白砂糖的色泽、浑浊度、蔗糖检测 ^[6]	350 g
		酒精全检 ^[7]	≥ 2000 mL
		磁性金属物(GB/T 5509-2008) ^[8]	3 kg
		明胶类样品全检 ^[9]	300 g
		粒度(激光粒度法)/粒径分布 ^[10]	150 g

续表 1

组别	检测类别	项目类型	样品需求量
单检测净含量及装量差异的量		净含量(各种常见规格) ^[11]	2 个独立包装
		装量差异(条装) ^[10]	至少 10 条
		重/装量差异(片状、硬胶囊) ^[10]	至少 20 片/粒
微生物	单样检测(单项单样检测)	色谱/光谱	20 g+(n-1)*10 (n 表示项目数)
		功效成分/重金属类	
		含螨量检测(目前主要是砂糖)	300 g
		常规项目(菌落、霉菌、酵母、大肠) ^[12]	50 g
		致病茵项目(金葡/沙门/志贺/溶血)	单个 50 g*n 个项目
五样法样品量		双歧杆菌、乳酸菌等 ^[13]	50 g
		菌落、大肠、金葡、沙门检 5 样 ^[14]	5 个独立包装(每份 100 g)

表 2 部分检测项目需加测其他检测项目
Table 2 Some testing items need additional testing

序号	检测项目	加测项目
1	** (以干基计)	水分
2	反式脂肪酸 ^[15]	脂肪
3	碳水化合物 ^[16]	水分、灰分、脂肪、蛋白质(液体需多推一个密度)
4	肽含量 ^[17]	酸溶蛋白
5	比旋度	水分
6	浸出物	水分
7	氯化钠(GB 5009.42) ^[18]	钙镁钾
8	膳食纤维(GB/T 22224 的方法) ^[19]	可溶膳食纤维+不可溶性膳食纤维+总膳食纤维
.....

部分特殊项目需要进行系数的换算, 受理过程中需注意委托单要求。例如: 维生素 A 视黄醇的单位换算公式为: 1 μg 维生素 A 视黄醇=1 μg RE 维生素 A 视黄醇当量; 硫胺素和盐酸硫胺素的换算公式为: 硫胺素=盐酸硫胺素/1.121; 吡哆醇和盐酸吡哆醇的换算公式为: 吡哆醇=盐酸吡哆醇/1.215。

4 结束语

样品接收和委托单受理工作是样品管理至关重要的步骤, 样品管理工作贯穿检测工作的整个过程, 样品管理的有效性直接影响样品检测的准确性^[20]。本文对样品管理流程过程控制进行明确的阐述, 同时结合实际样品管理过程控制, 从细节入手, 不断地反思与积累经验, 确保样品的可靠性、准确性、代表性, 有助于后续检测流程的进行, 从而提升实验室管理水平, 供其他机构参考。

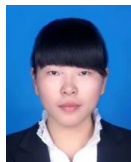
参考文献

- [1] 刘璐, 黄亚娟. 食品检验中用品管理的流程[J]. 现代食品, 2019, 23(13): 38-40.
Lu L, Huang YJ. Process of supplies management in food inspection [J]. Mod Food, 2019, 23(13): 38-40.
- [2] CNAS-CL 01:2018 检测和校准实验室能力认可准则[S].
CNAS-CL 01:2018 Accreditation criteria for the competence of testing and calibration laboratories [S].
- [3] 王天新. 管理信息系统发展[J]. 现代情报, 2007, (6): 18-19.
Wang TX. Development of management information system [J]. Mod Inform, 2007, (6): 18-19.
- [4] GB 5009.229-2016 食品安全国家标准食品中酸价的测定[S].
GB 5009.229-2016 National food safety standard-Determination of acid value in food [S].
- [5] GB 5009.2-2016 食品安全国家标准 食品相对密度的测定[S].
GB 5009.2-2016 National food safety standard-Determination of relative density of food [S].

- [6] GB/T 317-2018 白砂糖[S].
GB/T 317-2018 White sugar [S].
- [7] GB/T 394.2-2008 酒精通用分析方法[S].
GB/T 394.2-2008 Alcohol general analysis method [S].
- [8] GB/T 5509-2008 粮油检验 粉类磁性金属物测定[S].
GB/T 5509-2008 Inspection of grain and oil-Determination of magnetic metal of powder [S].
- [9] GB 6783-2013 食品安全国家标准 食品添加剂明胶[S].
GB 6783-2013 National food safety standard-Food additive gelatin [S].
- [10] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
National Pharmacopoeia Committee. Pharmacopoeia of the People's Republic of China [M]. Beijing: China Pharmaceutical Science and Technology Press, 2015.
- [11] JJF 1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规则[S].
JJF 1070-2005 Rules for the measurement of net content of quantitatively packaged goods [S].
- [12] GB 4789.2-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定[S].
GB 4789.2-2016 National food safety standard-Food microbiological testing-Determination of total bacterial count [S].
- [13] GB 4789.35-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 乳酸菌检验[S].
GB 4789.35-2016 National food safety standard-Food microbiological inspection-Inspection of lactic acid bacteria [S].
- [14] GB 24154-2015 食品安全国家标准 运动营养食品通则[S].
GB 24154-2015 National food safety standard-General rules for sports nutrition food [S].
- [15] GB 5413.36-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中反式脂肪酸的测定[S].
GB 5413.36-2010 National food safety standard-Determination of trans fatty acids in foods for infants and young children and dairy products [S].
- [16] GB/Z 21922-2008 食品营养成分基本术语[S].
GB/Z 21922-2008 Basic terms for food nutritional ingredients [S].
- [17] GB/T 22492-2008 大豆肽粉[S].
GB/T 22492-2008 Soy peptide powder [S].
- [18] GB 5009.42-2016 食品安全国家标准 食盐指标的测定[S].
GB 5009.42-2016 National food safety standard-Determination of salt index [S].
- [19] GB/T 22224-2008 食品中膳食纤维的测定 酶重量法和酶重量法 液相色谱法[S].
GB/T 22224-2008 Determination of dietary fiber in foods-Enzyme gravimetric method and enzyme gravimetric method-Liquid chromatography [S].
- [20] 高明, 李文俏, 高凤慧. 浅谈检验检测机构样品处置[J]. 中国检验检疫, 2019, 6(23): 68.
Gao M, Li WQ, Gao FH. Talking about the sample disposal of inspection and testing institutions [J]. Chin Inspect Body Lab, 2019, 6(23): 68.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



陈珊珊, 工程师, 主要研究方向为保健食品安全管理。
E-mail: 1170209465qq.com