

控制图等多种质量控制方法在大豆粉检测能力验证中的应用

陈科*, 章锦涵, 周忆莲, 张佩霞, 蔡展帆, 熊欣, 刘鹏展, 陈尊俊, 骆晓敏
(广东省食品检验所, 广州 510435)

摘要: **目的** 对 FAPAS 07322 大豆粉中铝、总砷、镉、铅和总汞能力验证结果的准确性和可靠性进行验证。**方法** 分别采用方法比对、仪器比对、加标回收试验及绘制控制图等方式进行质量控制。**结果** 方法相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 0.9%~2.4%, 仪器比对 RSD 在 0.9%~2.3%, 加标回收率在 98.9%~107.4%, 测定结果均在警告限范围, 控制图可靠。能力验证|Z|在 0.2~0.4。**结论** 控制图等多种质控方法相结合在能力验证中的应用, 可以为同行检验检测机构提供技术参考及方法学依据。**关键词:** 控制图; 能力验证; 质量控制; 大豆粉

Application of control chart and multi-control methods in soybean powder proficiency testing

CHEN Ke*, ZHANG Jin-Han, ZHOU Yi-Lian, ZHANG Pei-Xia, CAI Zhan-Fan, XIONG Xin, LIU Peng-Zhan, CHEN Zun-Jun, LUO Xiao-Min
(Guangdong Institute of Food Inspection, Guangzhou 510435, China)

ABSTRACT: Objective To verify the accuracy and reliability of proficiency testing results of aluminum, total arsenic, cadmium, lead and total mercury in FAPAS 07322 soybean powder. **Methods** Quality control was carried out by method comparison, instrument comparison, spiked recovery and control chart. **Results** The relative standard deviation(RSD) of the method comparison was 0.9%–2.4%, the RSD of the instrument comparison was 0.9%–2.3%, and the recovery rate was 98.9%–107.4%. The results were within the warning limit, and the control chart was reliable. The ability verification result |Z| was in the range of 0.2-0.4. **Conclusion** The combination of multiple quality control methods can provide technical references and methodological applications for peer inspection and testing institutions to carry out capability verification.

KEY WORDS: control chart; proficiency testing; quality control; soybean powder

1 引言

质量控制是 CNAS-CL01: 2018《检测和校准实验室能力认可准则》^[1]中“7.7 确认结果有效性”和 RB/T 214-2017《检验检测机构资质认定能力评价-检验检测机构通用要

求》^[2]中“4.5.19 结果有效性”中的要求, 包括但不限于: 定期使用标准物质或质控样品、运用工作标准与控制图、留样复测等内部质控方法。能力验证是外部的质控方式, 参加能力验证是补充实验室认证认可现场评审技术评价和监督实验室能力维持状况的有效手段, 为监管部门对检验检

*通讯作者: 陈科, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品检测与质量控制。E-mail: 651192042@qq.com

*Corresponding author: CHEN Ke, Master, Senior Engineer, Guangdong Provincial Institute of Food Inspection, Guangzhou 510435, China. E-mail: 651192042@qq.com

测机构能力水平提供客观依据。机构可通过实验室间比对来确定持续的检测能力, 保证检验检测活动的有效性和结果的准确、可靠。

控制图是一种评估过程是否已经达到或持续处于统计控制状态的方法^[3], 可用于监测数据的准确度、精密度以及评定测定结果的不确定度^[4]。运用控制图是质量管理的有效工具之一, 实验室可根据控制图发现存在的波动情况并加以控制, 具有实施时间短、过程简单、费用低等特点^[5]。实际检测过程, 若仅利用控制图作为单一的质控方式, 会容易出现统计异常或结果错判等情况^[6]。因此, 检验检测机构可结合多种质量控制方法, 进行多维度、系统性分析, 迅速排查和快速响应检验过程出现的异常情况并及时纠正, 实现对结果的有效控制。国外亦有研究报道控制图法在食品检测、食品销售以及食品包装过程中的应用^[7,8]。

本研究通过参加英国 FAPAS 组织的 07322 大豆粉中铝、总砷、镉、铅和总汞测定的能力验证, 利用方法比对、仪器比对、加标回收试验以及绘制控制图等质控方法, 对结果的准确性和可靠性进行验证, 以期为同行检验检测机构提供理论参考及方法学依据, 同时也为实现类似分析方法的质量控制和提升整个实验室质量管理水平提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

2.1.1 实验试剂

硝酸、盐酸(优级纯, 上海安谱实验科技股份有限公司); 10%磷酸二氢铵溶液、硝酸钡溶液(优级纯, 美国 PerkinElmer 公司); 氢氧化钾、重铬酸钾、硼氢化钾(分析纯, 广州化学试剂厂); 待测元素标准储备液: 铝、砷、镉、铅、汞标准溶液、内标元素标准储备液: 铈、铋标准溶液(1000 mg/L, 美国 Inorganic Ventures 公司); 锆、铊标准溶液(1000 mg/L, 国家有色金属及电子材料分析测试中心)。

2.1.2 质控样品

大米粉成分分析标准物质: 钢铁研究总院分析测试研究所; 贻贝组织冻干粉标准物质: 美国国家标准与技术研究院, 具体参数见表 1。

2.1.3 测试物质

大豆粉能力验证样品(07322), 由 FAPAS 提供。

2.1.4 仪器与设备

Agilent 7800 电感耦合等离子体质谱仪、ICP-OES 5110 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国安捷伦科技有限公司); NexION 300Q 电感耦合等离子体质谱仪、PinAAcle 900T 原子吸收分光光度计(美国 PerkinElmer 公司); ICE 3500 原子吸收分光光度计(美国 Thermo 公司); AFS-8230 原子荧光光谱仪(北京吉天仪器有限公司); DMA-80 直接测汞仪(意大利莱伯泰克有限公司); Multiwave PRO 微波消解仪(奥地利安东帕公司); LE104E 万分之一电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); Milli-Q Advantage A10 型超纯水系统(德国 Merck 公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

电感耦合等离子体质谱仪法(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)和石墨炉原子吸收分光光度法(graphite furnace atomic absorption spectrometry, GFAAS)样品前处理: 称取样品约 0.4 g(精确至 0.001 g), 置微波消解内罐, 加入 5~10 mL 硝酸, 按照微波消解仪器操作步骤消解。将消解罐放置控温电热器中, 100 °C 加热 30 min, 用水定容至 50 mL, 混匀备用^[9,10]。

原子荧光光谱法(atomic fluorescence spectrometry, AFS)测定总汞前处理: 称取样品约 0.4 g(精确至 0.001 g), 置于微波消解内罐, 加入 6 mL 硝酸, 加盖放置过夜。次日进行微波消解, 待消解罐冷却后缓慢打开, 置于 90 °C 下赶酸至棕色红烟消散, 用超纯水定容至 25 mL, 混匀备用。

直接测汞法采用固体自动进样器直接进样, 无需进行样品前处理^[11]。

2.2.2 标准溶液配制

(1) ICP-MS 法

分别吸取铝、砷、镉、铅元素标准储备液, 用 5%硝酸(V/V)溶液配制成混标标准储备液, 再逐级稀释配制成 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、2.0 μg/mL 铝标准工作溶液; 0.0、2.0、4.0、8.0、16.0、24.0、40.0 μg/L 总砷标准工作溶液; 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0 μg/L 镉标准工作溶液; 0、1.0、2.0、4.0、8.0、12.0、20.0 μg/L 铅标准工作溶液。分别用 2%硝酸配制成铈、锆、铟、铋、铊内标溶液。

表 1 质控样参数

Table 1 Quality control sample parameters

元素	质控样品编号	基质	标准值	单位	含量值范围
总砷	GBW(E)100348	大米粉	0.23	mg/kg	0.23±0.03
镉	GBW(E)100348	大米粉	0.24	mg/kg	0.21±0.01
铅	GBW(E)100348	大米粉	0.12	mg/kg	0.12±0.02
总汞	NIST2976	贻贝组织	61.0	μg/kg	61.0±3.6

(2) GFAAS 法

分别用 2% 的硝酸将镉、铅标准储备液稀释配制成 3.0 $\mu\text{g/L}$ 的镉标准工作溶液和 25.0 $\mu\text{g/L}$ 的铅标准工作溶液, 1% 磷酸二氢铵(V/V)溶液作为基体改进剂, GFAAS 分别自动稀释成 0.0、0.6、1.2、1.8、2.4、3.0 $\mu\text{g/L}$ 的镉标准工作曲线点和 0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 $\mu\text{g/L}$ 的铅标准工作曲线点。

(3) 汞标准溶液的配制

AFS 法:吸取汞标准溶液 100 μL , 用 5% 硝酸定容至 10 mL, 配制成 10 $\mu\text{g/mL}$ 中间储备液, 再用 5% 硝酸将储备液稀释成浓度为 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作溶液。

直接测汞法:吸取汞标准溶液 100 μL , 用固定液 (0.5 g/mL 重铬酸钾-5% 硝酸溶液) 定容至 10 mL, 配制成 10 $\mu\text{g/mL}$ 的中间储备液, 再用固定液将储备液稀释成 0、5、10、20、30、40、50、100、200、300 ng/mL 的标准系列溶液。

2.2.3 仪器分析条件

ICP-MS 和 AAS 仪器条件, 分别见表 2、3。ICP-OES 5110 等离子体气体流量 12.0 L/min, 载气流量 0.7 L/min, 辅助气体流量 1.0 L/min, 观察方式: 径向; AFS-8230 光电倍增管负高压 270 V, 灯电流 30 mA, 载气流量 300 mL/min, 原子化器高度 8 mm, 注入量 0.5 mL, 读数时间 20 s; DMA-80 干燥温度为 200 $^{\circ}\text{C}$, 时间 60 s, 齐化温度 850 $^{\circ}\text{C}$, 加热时间 12 s, 载气流量 100 mL/min。

2.2.4 质量控制方法

(1) 不同方法比对

选用 2 种不同方法分析待测元素, 以评价方法的可靠性和稳定性。同一操作人员, 选择 ICP-MS 法、ICP-OES

法、GFAAS 法、AFS 法以及直接测汞仪法分别测定铝、镉、铅、总汞的含量, 计算各元素的平均值 \bar{Y} 、相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)以及相对相差。

(2) 仪器性能比对

同一操作人员, 分别使用 7800 和 300Q 不同型号的 ICP-MS, 调节好仪器状态, 检测铝、总砷、镉和铅的含量, 计算各元素的平均值 \bar{Y} 、RSD 以及相对相差。

(3) 加标回收实验

样品中加入预实验得到各元素含量值的标准物质, 成为加标样品。使用 ICP-MS 法测定铝、总砷、镉和铅, AFS 法测定总汞, 本底样品和加标样品重复测定 10 次, 分别计算 RSD 和加标回收率。

(4) 控制图的绘制

按照上述加标回收实验方法, 收集 10 次铝加标回收率数据, 绘制回收率 \bar{X} -图, 观察铝测试过程的稳定性、系统偏差及其趋势。

根据质控样品的标准值, 绘制质控样 \bar{X} -图对测试过程的质量控制。调节 ICP-MS 和 AFS 最佳工作条件, 分别测定质控样品中总砷、镉、铅和总汞的含量, 累计测定 10 次, 计算质控样品含量平均值 \bar{X} 和标准偏差 S 。

以回收率或参考值为中心线(center line, CL), $X \pm 2S$ 为警告上下限, $X \pm 3S$ 为行动上下限, 分别绘制质量控制图^[12]。根据控制图数据分布趋势判定和调控试验过程操作人员、仪器设备、试剂耗材及环境条件, 及时发现存在的问题并纠正。

2.2.5 FAPAS 能力验证评价方法

通过计算 Z 比分数来评价实验室分析能力, Z 是参加者结果与指定值的差值与能力评价标准差的比值^[13]。

表 2 电感耦合等离子体质谱仪仪器条件

Table 2 Inductively coupled plasma mass spectrometer instrument conditions

仪器	射频功率/W	等离子体气体流量/ (L/min)	载气流量/ (L/min)	辅助气体流量/ (L/min)	氦气流量/ (L/min)	分析模式	待测元素	内标元素
Agilent 7800	1550	15.0	1.02	0.9	5.0	氦气 模式	铝 砷	钪 锆
NexION 300Q	1200	16.0	0.95	1.2	0.0	常规 模式	镉 铅	铈 铋

表 3 原子吸收分光光度计仪器条件

Table 3 Atomic absorption spectrophotometer instrument conditions

仪器	波长/nm	狭缝/nm	灰化温度/ $^{\circ}\text{C}$	原子化温度/ $^{\circ}\text{C}$
PinAAcle 900T	镉(228.8)	0.7	850	1800
ICE 3500	铅(283.3)	0.5	300	1150

3 结果与分析

3.1 线性关系及相关系数

将标准溶液注入仪器,以待测元素的浓度为横坐标,待测元素与所选内标元素响应信号值的比值或光度值为纵坐标,分别绘制标准曲线。由表 4、5 可知,检测结果均在标曲浓度范围,线性关系良好, r^2 在 0.9958~1.0000 之间,满足相关系数不低于 0.99 的要求^[14],符合元素分析的条件。

3.2 方法比对结果

由表 4 可知,不同方法比对测定结果 RSD 在 0.9%~2.4%。待测元素 RSD 均小于 10%,满足实验室内变异系数小于 15%的要求,表明用不同方法分析铝、镉和铅

和总汞的含量,方法选择差异性不大,数据可靠。

3.3 仪器比对结果

由表 5 可知,分别使用 7800 和 300Q 测定铝、总砷、镉和铅的含量,RSD 在 0.9%~2.3%。测定结果 RSD 均小于 10%,表明用不同型号的 ICP-MS 对元素含量分析影响不大,仪器精密度良好。

3.4 回收率结果

铝、总砷、镉、铅、总汞回收率结果分别为 105.2%、98.9%、107.4%、102.6%和 100.7%。待测元素 RSD 在 0.8%~3.7%,回收率在 98.9%~107.4%,结果见表 6,满足被测组分含量 0.1~100 mg/kg,回收率范围在 80%~110%的要求。

表 4 方法比对结果($n=6$)
Table 4 Results of method comparison ($n=6$)

待测元素	方法比对	线性方程	相关系数 r^2	平均值 \bar{Y}	单位	RSD/%
铝	ICP-MS 法	$Y=0.7491X+0.0167$	0.9996	49.4	mg/kg	0.9
	ICP-OES 法	$Y=2237.72X+532.39$	0.9998	48.8	mg/kg	1.2
镉	GFAAS 法	$Y=0.14329X+0.0178$	0.9951	426	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.1
	ICP-MS 法	$Y=0.0863X+0.0000$	0.9998	437	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.7
铅	GFAAS 法	$Y=0.00206X+0.0025$	0.9998	518	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.3
	ICP-MS 法	$Y=0.0730X+0.0029$	1.0000	507	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.8
总汞	AFS 法	$Y=1556.8153X+110.6775$	0.9958	309	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.4
	直接测汞法	$Y=0.0008147464X+0.0025$	0.9996	318	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.6

表 5 仪器比对结果($n=6$)
Table 5 Results of instrument comparison($n=6$)

待测元素	仪器比对	线性方程	相关系数 r^2	平均值 \bar{Y}	单位	RSD%
铝	7800	$Y=0.7491X+0.0167$	0.9996	49.4	mg/kg	0.9
	300Q	$Y=0.00165X+0.0000$	0.9999	49.0	mg/kg	1.3
总砷	7800	$Y=0.0485X+0.0000$	0.9999	936	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.3
	300Q	$Y=0.1844X+0.0000$	0.9995	948	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.9
镉	7800	$Y=0.5424X+0.0011$	0.9992	431	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.3
	300Q	$Y=0.0863X+0.0000$	0.9998	437	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.7
铅	7800	$Y=0.0730X+0.0029$	1.0000	507	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.8
	300Q	$Y=0.000684X+0.0000$	0.9999	513	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.2

表 6 待测元素回收率结果($n=6$)
Table 6 Results of element recovery rate ($n=6$)

待测元素	本底样品平均值	加标量	加标样品平均值	单位	RSD/%	回收率/%
铝	49.4	49.5	101.7	mg/kg	1.1	105.2
总砷	948	619.0	1560.1	$\mu\text{g}/\text{kg}$	3.7	98.9
镉	436	400.0	865.7	$\mu\text{g}/\text{kg}$	0.8	107.4
铅	507	485.8	1005.3	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.6	102.6
总汞	309	308.8	620.1	$\mu\text{g}/\text{kg}$	2.1	100.7

3.5 质控样品测定结果及 X-图

分别测定质控样品中总砷、镉、铅及总汞的含量, 结果见表 7。根据测定结果, 绘制控制图。

由图 1~5 可得, 铝、总砷、镉、铅和总汞的测定结果

均在警告限范围内, 结果稳定。控制图可靠, 所测数据在可控范围。通过控制图考量实验的稳定性和准确性, 表明本次能力验证铝、总砷、镉、铅和总汞的测定方法受控, 实验室具备良好的质量控制能力。

表 7 回收率及质控样品测定结果($n=10$)
Table 7 Results of recovery rate and quality control samples testing ($n=10$)

待测元素	平均值	参考值	单位	标准偏差	警告上限	警告下限	行动上限	行动下限
铝	105.2	/	%	1.1	107.4	103.0	108.5	101.9
总砷	235.3	230.0	$\mu\text{g}/\text{kg}$	9.0	248.0	212.0	257.0	203.0
镉	240.6	240.0	$\mu\text{g}/\text{kg}$	6.4	252.8	227.2	259.2	220.8
铅	123.7	120.0	$\mu\text{g}/\text{kg}$	3.6	127.2	112.8	130.8	109.2
总汞	60.4	61.0	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1.0	63.4	59.1	63.9	58.1

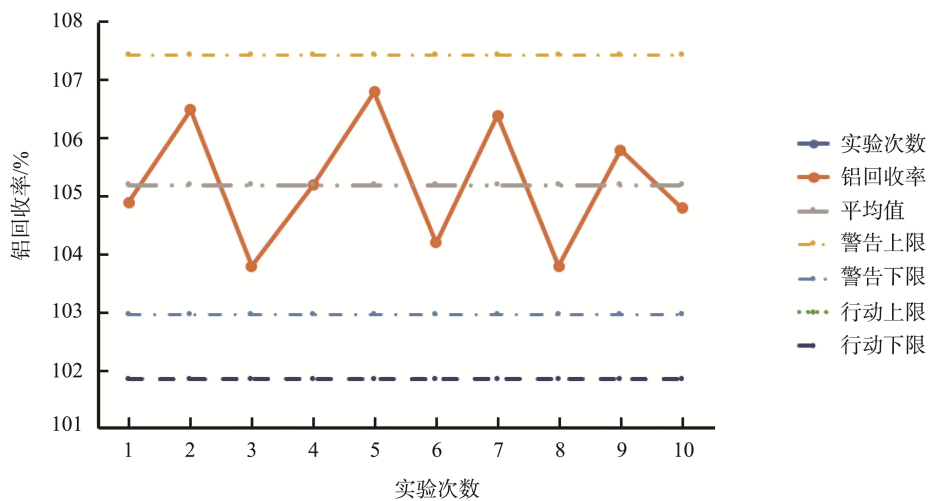


图 1 铝控制图

Fig.1 Aluminum control chart

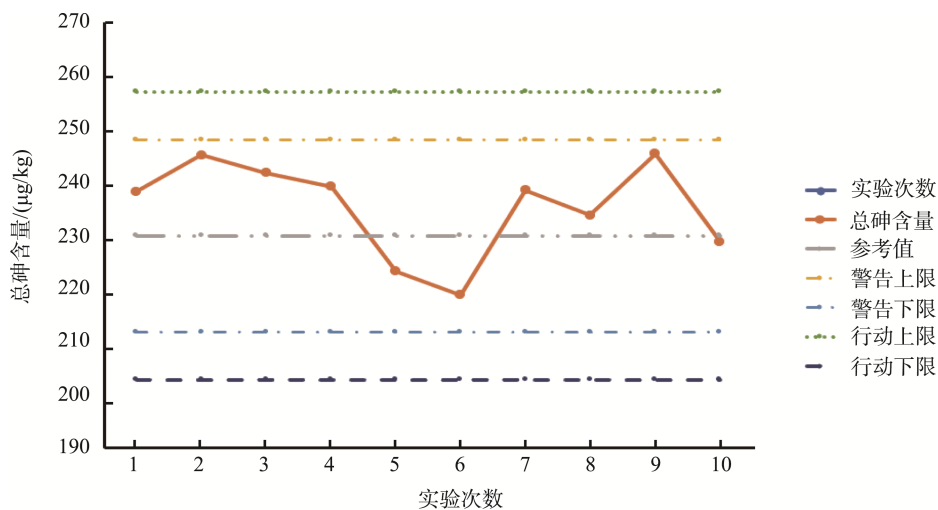


图 2 总砷控制

Fig.2 Total arsenic control chart

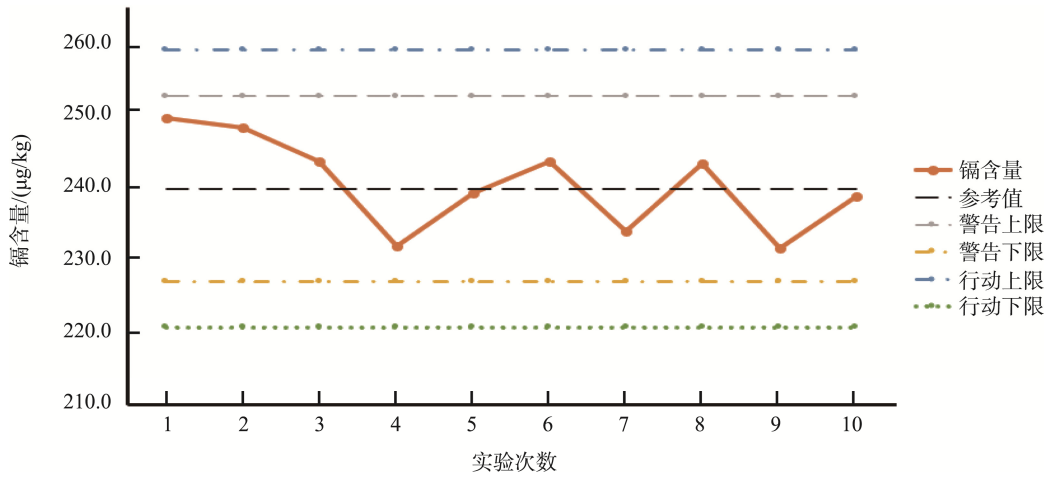


图 3 镉控制图

Fig.3 Cadmium control chart

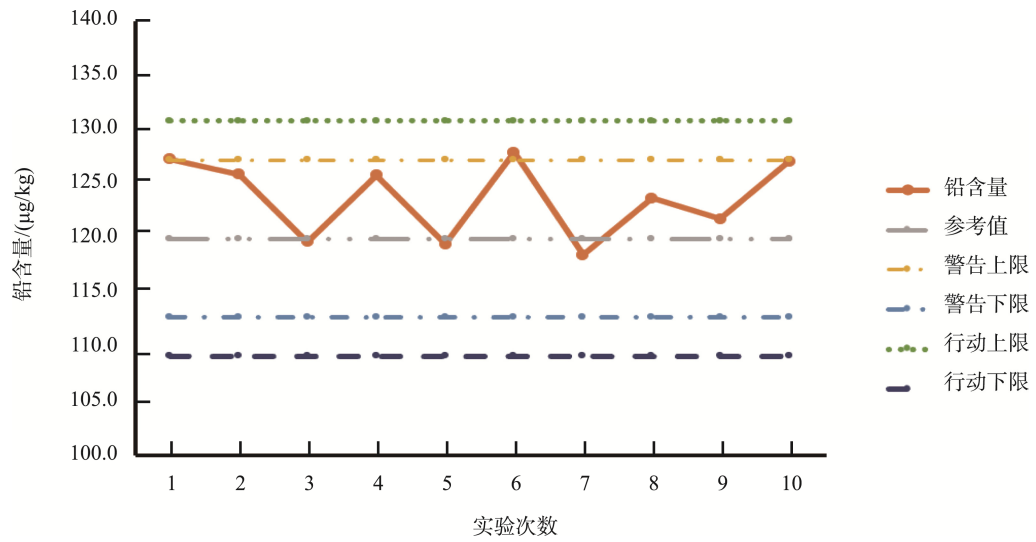


图 4 铅控制图

Fig.4 Lead control chart

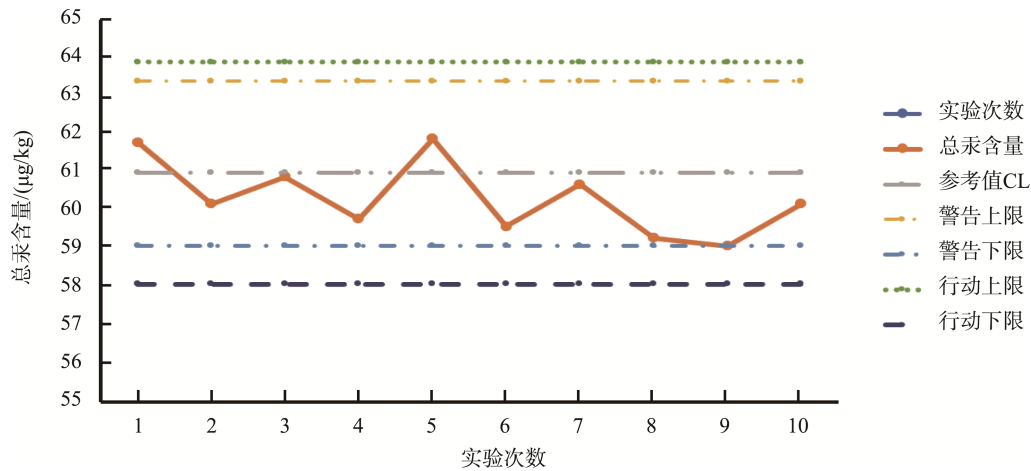


图 5 总汞控制图

Fig.5 Total mercury control chart

3.6 能力验证结果分析

此次能力验证考核了实验室元素痕量分析的水平,要求分析方法有较高的灵敏度和分辨率,且操作人员具有丰富的检测经验和良好的技术水平^[15]。国内外 111 家实验室参加了本次能力验证,本实验室代码 89,报送结果见表 8。FAPAS 用 Z 比分数进行能力评定, $|Z| < 1$ 表示“优秀”, $|Z| \leq 2$ 表示“满意”, $2 < |Z| < 3$ 表示“有问题”, $|Z| \geq 3$ 表示“不满意”^[16]。本实验室 Z 在 -0.2~0.4,表明能力验证结果均为优秀。从其他实验室 $|Z| \leq 2$ 的结果看,各元素分析能力水平从高到低分别为:镉、总砷、铅、总汞和铝,本实验室分析能力水平从高到低分别是:铝、铅、总汞、镉和总砷,表明铝和铅元素分析水平更为突出。

4 结 论

本研究采用控制图等多种质量控制方法应用于大豆粉检测能力验证,结果发现测定结果均在警告限范围,证明方法准确可靠,说明控制图等多种质控方法相结合的方法可以应用于能力验证中的应用,可以为同行检验检测机构提供技术参考及方法学依据。

开展能力验证要求检验机构在规定时间内完成结

果报送,尤其在时间紧迫,样品量不多、检测任务大的情况下,实验室更应做好充分的准备和设计周全的方案。试验方案可采取多种质控方式,包括选择不同方法、不同仪器性能、更换不同操作人员等,利用加标回收或相同质控样品、标准物质试验,结合控制图发现和排除样品分析过程中的异常,必要时进行不确定度评定等,多种质控手段相结合从而实现检验环节的过程控制,减少实验过程的系统误差^[17,18],确保检验检测结果的准确性和可靠性。

能力验证是日常检验检测工作的缩影,尤其对于首次进行测定的样品或检测参数、不合格或问题样品复检环节以及复检样品的检验过程,更应加大对操作人员的专业素质、方法的正确选择、实验环境条件的控制以及仪器设备的维护等质量控制的力度^[19]。因此,选择比对试验、质控样品、加标回收以及绘制质控图等多种质控方法联合应用的方式,实现了检测环节的全过程控制,为检验检测机构开展人员监督、测试结果的不确定度评定提供参考意义^[20],同时也为实验室开展能力验证和盲样考核等实验室间比对常态化检测以及实验室质量管理提供了方法学依据和技术支撑。

表 8 能力验证结果及 Z 比分数
Table 8 Results of proficiency test and Z ratio score

元素	本实验室结果	指定值	单位	Z 比分数	实验室 $ Z \leq 2$ 数量/个	实验室数量/个	$ Z \leq 2$ /%
铝	49.4	49.0	mg/kg	0.1	47	55	85
总砷	948	885	$\mu\text{g}/\text{kg}$	0.4	94	97	97
镉	437	411	$\mu\text{g}/\text{kg}$	0.3	103	104	99
铅	506	489	$\mu\text{g}/\text{kg}$	0.2	99	102	97
总汞	309	323	$\mu\text{g}/\text{kg}$	-0.2	78	81	96

参考文献

- [1] CNAS-CL 01-2018 检测和校准实验室能力认可准则[S]. CNAS-CL0 1-2018 The criteria for accreditation of testing and calibration laboratories [S].
- [2] RB/T 214-2017 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用[S]. RB/T 214-2017 Evaluation of the qualifications of inspection and testing institutions-General inspection and testing institutions [S].
- [3] GB/T 17989.2-2020 控制图 第 2 部分:常规控制图[S]. GB/T 17989.2-2020 Control chart Part 2: Conventional control chart [S].
- [4] 李滢舟, 禹伟腾, 梁澄波, 等. 质量控制图在实验室质量控制中的应用[J]. 检验检疫学刊, 2019, 29(5): 108-110. Li YZ, Yu WT, Liang CB, et al. Application of quality control charts in laboratory quality control [J]. J Inspect Quarant, 2019, 29(5): 108-110.
- [5] 周滢, 胡娴凤, 薛庆海, 等. 食品中镉测定的质控图应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(4): 1480-1484. Zhou Y, Hu XF, Xue QH, et al. Application of quality control charts for the determination of cadmium in food [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(4): 1480-1484.
- [6] 胡用军, 刘燕梅, 陈黎. 多个质量控制图在大米总砷含量测定中的联合应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(10): 2527-2531. Hu YJ, Liu YM, Chen L. Joint application of multiple quality control charts in the determination of total arsenic content in rice [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(10): 2527-2531.
- [7] Sophie M. An application of the control chart method to the testing and marketing of foods [J]. Publ Amer Stat Assoc, 2012, 40(230): 2280127.
- [8] Nihal E, Sevil S, Cengiz K, et al. Evaluating the packing process in food industry using fuzzy and control charts [J]. Int J Comput Intell Sys, 2011, 4(4): 509-520.
- [9] GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定[S]. GB 5009.268-2016 National food safety standard-Determination of multi-elements in food [S].
- [10] 张佩霞, 章锦涵, 蔡展帆, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定奶粉中镉

- 含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(13): 4125-4130.
- Zhang PX, Zhang JH, Cai ZF, *et al.* Determination of cadmium in milk powder by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(13): 4125-4130.
- [11] 章锦涵, 蔡展帆, 周忆莲, 等. 直接测汞仪测定食品中总汞[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(13): 4119-4124.
- Zhang JH, Cai ZF, Zhou YL, *et al.* Determination of total mercury in food by direct mercury analyzer [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(13): 4119-4124.
- [12] CNAS-GL 027:2018 化学分析实验室内部质量控制指南 控制图的应用[S].
- CNAS-GL 027:2018 Guidelines for internal quality control of chemical analysis laboratories-Application of control charts [S].
- [13] GB/T 28043-2019 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法[S].
- GB/T 28043-2019 Statistical methods for proficiency testing using inter-laboratory comparisons [S].
- [14] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
- GB/T 27404-2008 Laboratory quality control specifications-Food physical and chemical testing [S].
- [15] CNAS-GL 002-2018 能力验证结果的统计处理和评价指南[S].
- CNAS-GL 002-2018 Guidelines for statistical processing and capability evaluation of capability verification results [S].
- [16] 李肖菁, 刘丽萍, 岳兵, 等. 食品多元素检测质控图及国际比对结果在质量控制中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(3): 985-990.
- Li XJ, Liu LP, Yue B, *et al.* Application of multi-element detection quality control charts and international comparison results in quality control [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(3): 985-990.
- [17] 赵彤, 周慧敏. 食品检测过程质量控制要素[J]. 理化检验(化学分册), 2018, 54(5): 541-543.
- Zhao T, Zhou HM. Elements of quality control in food testing process [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2018, 54(5): 541-543.
- [18] 张健希. 质控图在食品理化检验中的应用研究[J]. 检验检疫学报, 2019, 29(4): 79-81.
- Zhang JX. Research on the application of quality control charts in food physical and chemical inspection [J]. *J Inspect Quarant*, 2019, 29(4): 79-81.
- [19] 周玮婧, 何平, 王澍, 等. 质控图在食用油中硫丹与多氯联苯残留检测国际比对中的应用[J]. 粮食与油脂, 2019, 32(2): 73-76.
- Zhou WJ, He P, Wang S, *et al.* The application of quality control charts in the international comparison of the detection of endosulfan and PCB residues in edible oils [J]. *J Cere Oils*, 2019, 32(2): 73-76.
- [20] 周瑞妮, 庞恩, 李庚. 质控图在电感耦合等离子体质谱法测定食品中 9 种重金属中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(19): 5242-5246.
- Zhou RN, Pang E, Li G. Application of quality control chart in the determination of 9 heavy metals in food by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(19): 5242-5246.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



陈 科, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品检测与质量控制。
E-mail: 651192042@qq.com