



食品理化实验室认可评审不符合项统计分析

单 耕¹, 朱殷英²

(1. 中国合格评定国家认可中心, 北京 100062; 2. 中国检验认证集团测试技术有限公司, 北京 100028)

中图分类号: O65

文献标志码: B

文章编号: 1001-4020(2024)12-1301-05

食品理化实验室主要从事食品中常规理化项目、营养功效成分、添加剂、药物残留、毒素等领域的检验工作,是食品检测行业的重要组成部分。从每年食品安全领域质量抽查的项目来看,常规理化检验项目占据了绝大部分,说明政府和社会对食品安全的关注重点仍然在理化检验领域。食品理化实验室近年来的认可数量也在不断增加,从2012年认可700余家,到2022年底认可数量超过1 500家,10年时间认可数量翻倍,说明了我国食品检测行业的迅速发展以及社会各界对实验室认可的重视,而且已获认可的食品理化实验室只是我国食品检测行业的一个缩影,实际为社会经济发展服务的食品理化实验室远远不止1 500家。本工作通过调取近年来食品理化实验室的认可评审报告,统计分析这些实验室的不符合项分布情况,识别出食品理化实验室运行过程中的共性风险,并提出相应的控制措施,供食品理化实验室参考^[1-4]。

1 样本的抽取

从中国合格评定国家认可委员会(CNAS)实验室认可业务系统中随机抽取了100家食品理化实验室的评审档案,这100家实验室中既有政府所属的食品检测机构,也有民营社会第三方的食品检测机构,还包括食品企业内部检测实验室。检测对象主要包括蔬菜水果、粮食谷物、水产品、肉制品、豆制品、乳制品、调味品、酒水饮料、蜂蜜和茶叶等国内市场上常见的食品。这些实验室主要分布在我国从南到北的二十几个省市,既有北京、上海、广州、深圳等发达城市的实验室,也有欠发达地区的实验室。现场评审时间从2019年到2022年,评审依据是CNAS-CL01:2018《检测和校准实验室能力认可准则》及化学领域应用说明、CNAS-RL01:2019《实验室认可规则》、CNAS-RL02:2018《能力验证规则》等认可规范性文件^[5-6]。

收稿日期: 2023-06-02

2 不符合项的统计分析

通过统计分析发现,抽取的100份食品理化实验室评审报告中共有不符合项585个,涉及33个评审要素,不符合项的统计分析结果如表1所示。

由表1可知:食品理化实验室的不符合项分布

表1 不符合项的统计分析

Tab. 1 Statistical analysis of nonconformities

评审依据		评审条款	不符合项数量	比例 /%	
CNAS-CL01: 2018	4通用要求	4. 1公正性	6	1. 0	
		4. 2保密性	1	0. 2	
	5结构要求		16	2. 7	
	6资源要求	6. 1总则	1	0. 2	
		6. 2人员	77	13. 2	
		6. 3设施和环境条件	31	5. 3	
		6. 4设备	95	16. 2	
		6. 5计量溯源性	3	0. 5	
		6. 6外部提供的产品和服务	59	10. 1	
		7过程要求	7. 1要求、标书和合同评审	9	1. 5
			7. 2方法的选择、验证和确认	64	10. 9
			7. 3抽样	4	0. 7
7. 4检测或校准物品的处置	26		4. 4		
7. 5技术记录	36		6. 2		
	7. 6测量不确定度的评定		7	1. 2	
		7. 7确保结果有效性	32	5. 5	
		7. 8报告结果	10	1. 7	
		7. 9投诉	1	0. 2	
		7. 10不符合工作	2	0. 3	
		7. 11数据控制和信息管理	4	0. 7	

表 1(续)

评审依据	评审条款	不符合项数量	比例 / %
	8管理体系要求	8.2管理体系文件	50.8
		8.3管理体系文件的控制	325.5
		8.4记录控制	30.5
		8.5应对风险和机遇的措施	81.4
		8.6改进	10.2
		8.7纠正措施	40.7
		8.8内部审核	152.6
		8.9管理评审	162.7
	6申请受理要求	6.9检测经历	10.2
CNAS-RL01: 2019	9认可变更的要求	9.1获准认可实验室的变更	91.5
CNAS-RL02: 2018	4对合格评定机构的要求	4.2制定参加能力验证工作计划的要求	20.3
		4.3参加能力验证的最低要求	20.3
		4.4不满意结果的处理要求	30.5
		合计	585100

最多的要素是设备, 不符合项数量占不符合项总数的16.2%; 其次是人员占13.2%; 再次是方法的选择、验证和确认占10.9%, 外部提供的产品和服务占10.1%; 设施和环境条件、技术记录、确保结果有效性和管理体系文件的控制都占6.0%左右。这8个要素相关的不符合项数量占不符合项数量总数的72.9%, 其余25个要素占27.1%。

3 实验室常见不符合项及应对措施

3.1 设备

CNAS-CL01:2018中“6.4设备”不仅指实验室用到的仪器设备, 还包括食品检测工作中用到的标准物质和试剂耗材等。以下分两部分来讨论与此要素有关的不符合项。

3.1.1 仪器设备

食品理化实验室常用的仪器设备主要分为两类。第一类是直接给出测量结果的定量或者定性的检测设备, 如天平、酸度计、色谱、光谱、分光光度计等。对于这类仪器设备的校准和维护, 实验室一般都比较重视, 但容易疏忽的是色谱检测器的校准, 例如: 常用于有机氯农药残留分析的气相色谱

仪的电子捕获检测器(ECD), 常用于有机磷农药残留分析的气相色谱仪的火焰光度检测器(FPD); 针对不同的检测对象的液相色谱仪的紫外检测器(UVD)、示差折光检测器(RID)和荧光检测器(FD)等; 还有些检测方法中需要用到液相色谱-质谱联用仪的电喷雾离子源(ESI)。实验室在制定上述仪器的校准方案时应充分考虑仪器的预期用途, 需要用到哪些检测器, 以便送校时有针对性地提出溯源要求^[7-8]。第二类是辅助检测处理仪器设备, 也就是虽然不直接给出测量结果, 但是能保证检测过程符合方法要求的设备, 比如均质、提取、分离设备, 以及试验条件监控设备等^[9]。从不符合项的统计分析来看, 试验条件监控设备出现的问题较多。本工作总结了食品理化实验室常见辅助设备的校准要求, 见表2。

表 2 食品理化实验室常见辅助设备的校准要求

Tab. 2 Calibration requirements for common auxiliary equipments in food physical and chemical laboratory		
设备名称	校准要求	依据
恒温水浴	(20±0.1)℃	GB 5009.225—2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》
	(10±0.1)℃	GB 6783—2013《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》
电热恒温干燥箱	101~105℃	GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》
马弗炉	(550±25)℃,	GB 5009.4—2016《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》
	(900±25)℃	GB 5009.88—2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》

3.1.2 标准物质

通过相关不符合项的统计分析, 发现关于标准物质的不符合项主要集中在两个方面。

一是标准物质的保存条件不符合产品证书或者方法的要求。一般来说, 标准滴定溶液可以常温保存, 保存期为两个月, 但是某些容易跟空气接触发生化学反应的标准物质需要特别注意, 比如氢氧化钠标准滴定溶液要密封保存防止吸收空气中二氧化碳, 使用前还需要进行标定。农兽药残留和元素标准储备溶液配制好之后可以于0~5℃冰箱保存, 保存期为6个月, 稀释成标准工作溶液后保存期为3周到1个月。需要实验室格外注意的是, 一些容易分解的标准储备溶液需要于-20℃避光保存, 比如维生素、β-胡萝卜素、胆碱氧化酶、磷脂酶D、黄曲霉毒素(AFT)、展青霉素等, 这些物质的标准工作溶液应现用现配^[10-12]。

二是标准物质的溯源记录缺失。如仪器分析常用的化学标准物质,包括农残兽残标准品、元素标准溶液等,一般都要先配制成标准储备溶液,再稀释成为标准工作溶液,这个过程需应记录逐级稀释的数据,以保证试验结果的量值溯源过程有据可查。

3.2 人员

CNAS-CL01:2018与上一版认可准则相比,对实验室人员的要求更加细化,尤其是对特定人员的授权,如对开发、修改、验证和确认方法的人员的授权,以及审查报告和批准结果的人员的授权,是实验室经常容易忽略的^[13]。此外,实验室人员的管理应注意以下流程:(1)人员的选择,应该符合实验室体系文件中规定的岗位任职资格;(2)人员的培训,应该包括法律法规、体系文件、安全防护、质控方法、检测技术原理和实际操作等方面的培训;(3)人员的考核,应该至少包括培训的内容;(4)人员的授权,考核合格后由实验室管理层对人员的综合情况进行评估并授权,考核不合格的则需要重新参加培训;(5)人员的监督,对已获授权的实验室

人员,应结合实验室日常的质量控制措施,如人员比对、仪器比对、留样复测、实验室间比对等措施进行人员监督,人员监督宜适当侧重于新进人员,同时兼顾原有人员,确保实验室人员的能力都能得到持续保持。

3.3 外部提供的产品和服务

本条款所涉及的不符合项,主要集中在外部供应商的评价和试剂耗材的验收这两个方面。

外部供应商提供的不仅有产品,还包括服务。很多实验室重视外部的仪器设备、标准品、试剂耗材等产品供应商的评价,却容易忽视校准和能力验证等服务供应商的评价^[14-15]。

食品理化实验室检测工作中用到的试剂耗材很多,并不是所有的试剂耗材都需要技术验收,否则实验室的负担太重,也影响日常工作的效率。但是从风险管理的角度出发,对于那些可能影响到检测结果的关键试剂耗材,还是需要实验室重点关注。通过分析相关的不符合项,本工作总结了食品理化实验室常见试剂耗材的验收要求,如表3所示。

表3 食品理化实验室常见试剂耗材的验收要求

Tab. 3 Acceptance requirements for common reagent consumables in food physical and chemical laboratory		
试剂耗材名称	验收要求	验收方法
试验用水	按照一级水、二级水和三级水的分类要求指标验收	GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》
盐酸、硝酸	未检出重金属	稀释后按照相应的检测方法做空白试验
乙醚、石油醚	沸程符合方法要求,蒸发残渣和过氧化物含量不能干扰检测结果	GB/T 12591—2002《化学试剂 乙醚》、GB/T 15894—2008《化学试剂 石油醚》
热稳定 α -淀粉酶、蛋白酶、淀粉葡萄糖苷酶	符合GB 5009. 88—2014附录A规定的活性要求和判定标准	GB 5009. 88—2014附录A
蔗糖酶溶液、果聚糖酶溶液	蔗糖酶活力不小于300 U,果聚糖酶活力不小于10 000 U	GB 5009. 255—2016《食品安全国家标准 食品中果聚糖的测定》附录B
无水乙醇	不能含有醛类物质	GB 5009. 82—2016《食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定》附录A.1
乙醚	不能含有过氧化物	GB 5009. 82—2016附录A.2
黄曲霉毒素B族和G族免疫亲和柱	AFTB ₁ 柱容量、回收量均不小于160 ng, AFTG ₂ 柱交叉反应量不小于80 ng	GB 5009. 22—2016《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定》附录B
黄曲霉毒素M族免疫亲和柱	AFTM ₁ 柱容量、回收量均不小于80 ng, AFTM ₂ 柱交叉反应量不小于80 ng	GB 5009. 24—2016《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素M族的测定》附录B
脱氧雪腐镰刀菌烯醇免疫亲和柱	柱容量不小于1 000 ng	GB 5009. 111—2016《食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》附录A.2
黄曲霉毒素试剂盒	加标回收率在50%~120%内	GB 5009. 24—2016附录E
杂质度过滤板	过滤杂质溶液前后干燥恒重质量差不小于10 mg	GB 5413. 30—2016《食品安全国家标准 乳和乳制品杂质度的测定》附录A
镉柱	还原效率不小于95%	GB 5009. 33—2016《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》条款11. 6. 5

3.4 方法的选择、验证和确认

食品理化实验室关于检测方法的不符合项主要集中在开展方法的验证和确认方面。常见的不符合项有:(1)方法验证材料中缺少检出限、测定下限、准确度、精密度、测量范围等关键的参数指标,实验室若开展新方法的检测工作应该全面验证方法的特性;(2)方法验证未能包含方法适用的不同类别的样品基质,如对于同一种食品检测方法,蔬菜水果、肉类、粮食和乳品等不同类别的样品基质的预处理和提取方法可能不一样,实验室应根据方法的预期用途开展方法的验证和确认工作。

此外,方法偏离的风险也应该引起食品理化实验室的重视。食品检测一般来说要严格按照食品安全国家标准或者其他行业标准和规范来执行,不允许方法偏离。如果遇到特殊样品因为基质或者成分含量等问题,不得不偏离标准方法时,应该由技术负责人组织对偏离进行技术判断,形成文件,确认对检测结果没有影响并且通知客户后才能实施。食品检测工作中的方法偏离多发生在样品的预处理和提取阶段,随意偏离标准方法可能造成检测结果不准确,这一点需要实验室格外慎重。

3.5 设施和环境条件

食品理化实验室对设施和环境条件的要求比较严格,因为如果设施环境不满足检测工作要求,不仅会对检测结果造成影响,还有可能造成安全事故,所以必须引起实验室的重视。本工作总结了食品理化实验室常见的一些设施环境问题:(1)实验室的动仪器与静仪器分开,精密仪器(如天平、比色计、酸度计等)应该与振动仪器(如振荡器、搅拌器等)分开,精密仪器还应避免正对空调出风口;(2)常温与热源设备分开,热源设备(如恒温干燥箱、水浴锅、电炉等)与其他设备分开,避免影响其他设备的正常使用;(3)危险化学品用品(易燃、易爆、易腐蚀、剧毒等)应该有专门的存储间并由专人负责管理,根据危险品的特点设置存储条件;(4)实验室内应设置强制排风系统,及时排出试验过程中产生的对人体有危害的气体;(5)食品中维生素的测定需要避光操作;(6)毒素类检测项目(比如黄曲霉毒素)的操作过程应在指定的区域内进行,该区域应避光、具备相对独立的操作台和废弃物存放装置,在整个实验过程中,操作者应按照接触剧毒物的要求采取相应的保护措施;(7)实验室应定期检查洗眼器、灭火器等设施的功能,气瓶应带有固定装置,有毒、易燃气体

应放置在有独立通风的气瓶柜中,并安装气体泄漏报警器^[16]。

3.6 技术记录

技术记录的信息不全是食品理化实验室普遍存在的一个问题,由于食品理化检测过程相对比较繁杂,实验室在收到样品后,需要完成制样、分样、前处理、上机检测、结果报告等工作,技术记录的目的是记录和追溯整个检测工作的过程。常见的技术记录的不符合项包括:(1)未记录样品的状态、唯一性标识等信息;(2)未记录样品的前处理过程、检测方法依据、标准物质、仪器条件等信息;(3)未记录检测过程中必要的环境条件信息;(4)修改记录时,缺少修改人员签名、修改日期和修改内容等信息。

3.7 确保结果有效性

实验室确保结果有效性主要是指合理的开展检测质量控制工作,一般分为外部质控和内部质控。外部质控主要是参加能力验证、测量审核或者实验室间比对;内部质控主要包括人员比对、仪器比对、留样复测、使用质控样品监测结果的准确度等。制定质控工作计划时,应覆盖实验室所有的检测领域,食品理化检测一般采用容量法、重量法、仪器分析法等,分析仪器又分为分光光度计、色谱仪、光谱仪、质谱仪等。如果实验室的检测工作涉及上述领域,那么质控计划也应该覆盖相应的检测领域。

此外,根据风险管理的原则,对于日常工作中检测频率较低的项目,以及检测过程比较复杂、容易出问题的项目,制定质控工作计划时应重点关注。质控工作应事先制定判定准则,如果质控工作中发现数据结果超出预定的准则时,应分析原因,及时采取措施防止实验室报告不准确的结果。

3.8 管理体系文件的控制

根据来源,实验室的管理体系文件分为内部文件和外部文件。内部文件是指实验室自己制定和发布的文件,如手册、程序、作业指导书、记录表格、计划等;外部文件是由实验室以外的机构制定和发布,实验室使用的文件,比如法律法规、规章、标准、规范、图纸、制造商的说明书、客户提供的方法和资料等。这些文件都要按照管理体系文件的要求来控制。在管理体系文件控制方面常见的不符合项有:(1)实验室的内部文件发布时缺少授权人员的审查和批准;(2)管理体系文件缺少唯一性标识;(3)实验室没有定期审查文件,未能识别并使用外部文件的最新有效版本。

4 不符合项的整改

实验室发现不符合项后,应该冷静地调查分析,找出不符合项发生的原因,确定不符合事实并评估相关风险,从而判断是否需要采取纠正措施。

原因分析是不符合项整改中非常重要的环节,原因分析是否透彻、是否深刻往往反映了实验室对于不符合项整改工作的态度。很多实验室提交的不符合项原因分析都是由于对认可准则的某条款理解不到位,导致了不符合项的发生。这样的原因分析虽然没有错,但是显然不够深刻,比如说理解不到位是不是因为相关的培训和宣贯工作没有做好,培训工作有效性有没有及时评价等,这些问题都值得实验室深思。

经过原因分析,实验室应基于不符合项的风险水平采取相关的纠正措施,纠正措施应能显著减少不符合项的负面影响并且防止不符合项的再次发生,当不符合项涉及检测结果的准确度时,还应该追溯之前的检测结果是否准确。纠正措施既不能简单敷衍,也不应该夸张苛求,应坚持适度和有效的原则。

5 结论

本工作对CNAS实验室认可业务系统中随机抽取的100家食品理化实验室的评审不符合项进行统计分析,发现食品理化实验室的共性风险主要存在于设备、人员、外部提供的产品和服务、检测方法(方法的选择、验证和确认),以及设施和环境条件、技术记录、确保结果有效性和管理体系文件的控制这8个评审要素中,说明传统意义上的“人、机、料、法、环”依然是食品理化实验室的主要风险。针对这些风险,本工作提出了相应的风险控制措施,在仪器设备的校准、标准物质的存储和使用、实验室人员管理、常见的外部供应品验收要求、方法的选择和确认、实验室设施环境等方面提出了具体的风险控制措施,对食品理化实验室的风险管理和控制具有积极意义,也有助于实验室进一步理解和灵活运用认可规则文件,提高实验室的质量管理水平。

参考文献:

- [1] 贾巧莉,刘贺,陈雪霞,等.关于CNAS实验室不符合项分析及改进的探讨[J].中国检验检测,2020,28(5):71-73.
- [2] 苗翠玲,黄宸,郭鹤.食品企业实验室认可现状及常见不符合项分析[J].中国检验检测,2020,28(6):72-75.
- [3] 杨红娟,陈雄裕.食品药品检验实验室在资质认定评审中的不符合项分析[J].海峡药学,2022,34(8):167-169.
- [4] 单耕,李宏,富宏坤.食品实验室认可发展现状分析及建议[J].中国认证认可,2015(5):47-49.
- [5] 张娜,毕玉春,杨晓婷.实验室认可常见不符合项分析[J].中国检验检测,2019,27(5):39-44.
- [6] 王海蓉,符文杰,叶灵.实验室质量管理体系不符合项分析[J].中国卫生检验杂志,2020,30(5):638-640.
- [7] 李联联.CNAS认可实验室设备校准管理探析[J].中国检验检测,2022,30(2):85-86.
- [8] 何晖,朱建晖.浅谈设备检定/校准及其确认[J].中国检验检测,2021,29(6):75-78.
- [9] 王成军,于艳娟.食品检验实验室仪器设备的检定校准需求探讨[J].食品工程,2020(4):1-3.
- [10] 黄海霞,陆柔,韦植元,等.食品检验中标准物质管理及改进措施的探讨[J].食品安全质量检测学报,2020,11(18):6297-6303.
- [11] 王祥,耿熠博,袁利杰,等.食品检验实验室标准物质规范化管理探讨[J].现代食品,2022,28(3):36-39.
- [12] 彭荣飞,黄聪.CNAS评审中标准物质相关不符合项及原因分析[J].中国卫生检验杂志,2016,26(13):1968-1969.
- [13] 黄淑娟,曾庆阳.检测和校准实验室人员管理体系化研究[J].广船科技,2022,42(2):72-74.
- [14] 张雨,孟宪伟,王立臣,等.化学检测实验室如何做好服务和供应品的采购[J].中国检验检测,2017,25(5):62-63.
- [15] 董江.浅析如何做好实验室服务和供应品的采购[J].中国检验检测,2018,26(3):49-50.
- [16] 丁立,郭英姿,江永亨,等.从风险管理的角度促进实验室气瓶安全管理[J].实验技术与管理,2017,34(12):264-267.