

食品添加剂检测实验室质量控制刍议

苏志明¹, 项海波², 闫爽¹, 王乐^{3*}

(1. 中国合格评定国家认可中心, 北京 100062; 2. 青岛海关技术中心, 青岛 266000; 3. 济南海关技术中心, 济南 250014)

中图分类号: O65

文献标志码: B

文章编号: 1001-4020(2024)12-1297-04

《中华人民共和国食品安全法》指出食品添加剂是“为改善食品品质和色、香、味以及为防腐、保鲜和加工工艺的需要而加入食品中的人工合成或者天然物质, 包括营养强化剂”^[1]。由于食品工业的快速发展, 食品添加剂已经成为现代食品工业的重要组成部分, 并且成为食品工业技术进步和科技创新的重要推动力。在食品添加剂的使用中, 除保证其发挥应有的功能和作用外, 保证食品的安全卫生也是十分重要的。

食品添加剂的质量关系着食品安全, 更关系着健康中国建设、经济高质量发展、社会稳定, 代表着国家形象, 一直是全社会关注的焦点。目前存在的问题主要有两方面: 一是食品添加剂超范围、超限量使用, 质量指标与标签标示值不符^[2], 滥用非食品添加剂, 使用劣质和过期添加剂^[3]; 二是因相关产品质量问题造成的患者伤害^[4]、外贸纠纷^[5]等。为此, 我国先后制定了GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》、GB 9685—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准》、GB 2762—2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》、NY/T 392—2023《绿色食品 食品添加剂使用准则》等标准。

食品添加剂检测实验室的检测结果是衡量产品质量的重要依据, 又是提升产品质量的强大动力。强化食品添加剂检测实验室的质量控制, 对于保证检测质量、提高实验室风险管理水平、推动食品添加剂行业科学发展等具有积极作用。本工作主要从检测行业的质量控制研究现状、食品添加剂检测活动中存在的问题、中国合格评定国家认可委员会(CNAS)的相应规范要求和食品添加剂检测实验室的应对措施等方面对食品添加剂检测实验室质量控制工作进行了探讨。

1 检测行业的质量控制研究现状

1.1 文献

文献[6]提出“采用合理有效的质量控制手段, 可监控检定、校准和检测工作过程, 预见到可能出现问题的征兆, 或及时发现问题的存在, 使实验室可有针对性地采取纠正措施, 避免或减少不符合工作的发生”。文献[7]从空白试验、标准物质监控、加标回收、重复分析、分析批质量控制、不合格验证等方面阐述了检测过程的质量控制。文献[8]提出理化检测活动的质量控制可通过有证标准物质试验、空白试验、平行双样试验、加标回收试验、人员比对试验、质量控制图绘制等方式开展, 微生物检测活动的质量控制可通过控制培养基、标准菌株质量等方式开展。文献[9]提出的内部质量控制方法包括重复检测、内部比对、监督员监督、质控图绘制、内部审核和管理评审、期间核查, 外部质量控制方法包括客户监督、实验室间对比、外部审核。文献[10]提出可通过空白试验、质量控制图绘制、重复试验、比对试验等方式来提升实验室土壤肥料检测活动的质量。

1.2 标准

当不同实验室的检测活动面临共同或类似的问题或风险, 且这类问题或风险可通过同样、类似或能形成共识的应对办法来处理时, 为了使得检测过程的质量控制活动更加科学化、规范化、标准化, 便形成了各种质量控制标准或规范。

欧美国家相继发布了检测行业的质量控制标准或规范。如英国标准学会发布了BS 5701-4:2003《使用定性(属性)数据的质量控制和绩效改进指南 属性检测性能控制与改进》、BS 5700:2015《统计过程控制用制图方法和能力评估的选择指南》等; 美国材料与试验协会(ASTM)发布了ASTM D6809:20a《芳香烃和相关材料的质量控制和质量保证程序标准指南》、ASTM C 1210:21《核工业内分析化学实验室建立测量系统质量控制程序的标准指南》、ASTM D5847:22《水分析标准试验方法质量控制规

收稿日期: 2023-10-09

基金项目: 国家市场监督管理总局技术保障专项项目(2023YJ39)

*通信联系人。dingshenyong@163.com

范的编写》等。

我国也先后发布了一些检测行业的质量控制标准或规范,包括NY/T 1896—2010《兽药残留实验室质量控制规范》、GB/T 27413—2012《石油产品检测实验室质量控制与质量评估》、SN/T 3590—2013《化学分析实验室中的职责和质量控制指南》、GB/T 31429—2015《煤炭实验室测试质量控制导则》、SN/T 4617—2016《国境口岸卫生检疫实验室质量控制技术规范》、GA/T 1704—2019《法庭科学 DNA实验室质量控制规范》及系列标准GB/T 27401—2008《实验室质量控制规范 动物检疫》、GB/T 27402—2008《实验室质量控制规范 植物检疫》、GB/T 27403—2008《实验室质量控制规范 食品分子生物学检测》、GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》、GB/T 27405—2008《实验室质量控制规范 食品微生物检测》、GB/T 27406—2008《实验室质量控制规范 食品毒理学检测》等。

从发表的文献与发布的标准来看,检测实验室的质量控制工作已经取得了不少成果,为食品添加剂检测实验室开展质量控制活动提供了重要的参考资料。但是,食品添加剂检测领域的质量控制工作还存在系统研究不足、理论分析薄弱、具体质量控制措施研究有待进一步深化等问题。

2 食品添加剂检测活动中存在的问题

管理评审、专项监督与投诉调查是CNAS发现实验室食品添加剂检测活动中不符合的重要方式。

2.1 管理评审

食品添加剂检测实验室现场管理评审活动中发现的问题主要体现在环境、方法、原始记录等方面。

1)环境方面发现的主要问题是环境条件不满足检测标准的要求。如某实验室依据GB 5009.238—2016《食品安全国家标准 食品水分活度的测定》检测水分活度时,水分活度仪显示的温度为26.6℃,不符合该标准条款11.2.2规定的20~25℃的温度要求;在某实验室的食品中维生素A、E测定活动中,维生素A、E标准储备溶液没有避光保存,不满足GB 5009.82—2016《食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定》条款3.4.1、3.4.2的要求;某实验室黄曲霉毒素B₁的前处理区域没有设立相对独立的操作台,不符合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》的要求。

2)方法方面发现的问题主要有两类。一是没有

作业指导书,如某实验室未对试验用菌悬液配制操作和含量确认过程制定作业指导书,某实验室未能提供检测叶绿素铜钠限量值的作业指导书。二是没有按照方法要求开展活动,如某实验室针对发泡胶外卖碗中的高锰酸钾消耗量项目选用的测试温度为70℃,与GB 4806.7—2016《食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品》条款4.3.1规定的60℃不一致;内部质量控制原始记录显示,某实验室采用GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》第一法测量小麦粉中的水分时,使用的仪器设备为全自动水分灰分测定仪,与该标准条款4的规定不符。

3)原始记录方面主要体现为原始记录不全。如某实验室提供的大肠菌群原始记录中未见标准要求的空白对照试验信息;某实验室的维生素B₂检测的原始记录中缺少方法要求的标准溶液使用前浓度水平的校准记录;某实验室没有对检测维生素A所用的无水乙醇、石油醚试剂进行技术验收的记录等。

除此之外,现场管理评审还发现一些其他共性问题,如人员培训不到位、校准参数不符合标准要求、未对保存样品的环境条件进行监控、管理评审输入不全面等。

2.2 专项监督与投诉调查

认可委(秘)[2020]52号CNAS文件^[11]显示,个别实验室原始记录存在的严重问题有原始记录全部或部分缺失、原始记录与报告不一致、原始记录数据雷同、原始记录与实际不符等。认可委(秘)[2021]37号CNAS文件^[12]显示,2020年的实验室和检验机构专项监督及投诉调查发现的问题包括原始记录不真实、校准证书不真实、人员信息虚假、非授权签字人签发带有认可标识的报告、超认可范围使用认可标识、设备不满足要求等。

对于管理评审、专项监督与投诉调查中发现的不符合,食品添加剂检测实验室可纳入风险管理以及基于风险管理的质量控制计划编制与实施的考虑因素。

3 CNAS的相应规范要求

CNAS发布的认可文件对拟申请CNAS认可或CNAS认可的食品添加剂检测实验室开展质量控制活动提出了明确要求。

3.1 通用要求

CNAS-RL01:2019《实验室认可规则》^[13]条款7.9指出“对于申请的技术能力没有检测/校准/鉴定经历,或没有对检测/校准/鉴定结果的准确性、可靠性进行过评价、确认,或没有实施质量控制”,“实

实验室将不能获得认可”。CNAS-RL02:2018《能力验证规则》^[14]规定了合格评定机构参加能力验证活动的要求,包括制定参加能力验证工作计划的要求、参加能力验证的最低要求、不满意结果的处理要求、选择能力验证活动的要求等。GB/T 27025—2019《检测和校准实验室能力的通用要求》^[15](以下简称“27025”)条款7.7要求实验室编制确保结果有效性的程序,指出了实验室开展内部质量控制活动与外部质量控制活动的方式,要求实验室记录并分析质量控制活动数据,需要时应采取恰当措施以防止不符合工作发生。CNAS-CL01-G001:2018《CNAS-CL01〈检测和校准实验室能力认可准则〉应用要求》^[16](以下简称“G001”)要求“实验室对结果的监控应覆盖到认可范围内的所有检测或校准(包括内部校准)项目”,并指出“当检测或校准方法中规定了质量监控要求时,实验室应符合该要求”。

3.2 专业要求

拟申请CNAS认可的食品添加剂检测实验室的质量控制活动还需满足认可的参数所涉及的专业领域应用说明的要求,包括CNAS-CL01-A001:2018《检测和校准实验室能力认可准则在微生物检测领域的应用说明》^[17](以下简称“A001”)、CNAS-CL01-A002:2020《检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明》^[18](以下简称“A002”)等。A001要求“实验室应制订质量控制计划,对内部质量控制活动的实施内容、方式、责任人作出明确的规定;对内部质量控制活动,计划中还应给出结果评价依据。质量控制计划应尽可能覆盖实验室的所有检测项目和所有检测人员”。A002要求“实验室对检测结果进行监控时应综合考虑检测对象、项目/参数、样品基体及检测方法等的覆盖性以确保并证明检测过程受控以及检测结果的有效性”“监控实施时还应考虑监控频率。策划监控活动时,应在方案中明确每项监控活动数据分析结果可接受准则”。

4 食品添加剂检测实验室的应对措施

食品添加剂检测实验室可依据其活动现状、行业要求、认可要求等,采用认真对待公正与保密工作、强化内部审核、重视合同评审、加强风险和机遇管理、妥善处理不符合等办法来开展质量控制活动。

4.1 认真对待公正与保密工作

公正与保密是实验室正常开展活动的原则、前提和保障。为了做好公正与保密工作,实验室可结合公正与保密的相关内容,采用公示实验室承诺书、

发布实验室公正性与保密性声明及实验室工作人员个人申明,明确部门职责与员工岗位职责,规定奖励制度,开展风险管理活动、监督活动,保护员工合法合理合情权益,保证员工安全与健康等办法。

实验室需做好客户信息管理的公正与保密工作。具体而言,就是要确定信息保密人员与期限,披露客户信息要符合程序规定,从监管机构、投诉人等渠道获得的有关客户的信息不能随意告知其他客户,做好档案管理工作等。

4.2 强化内部审核

食品添加剂检测实验室可根据自身需要开展内部审核工作。一是在风险管理的基础上决定内部审核的内容、频次;二是选择合适的内审员,内审员须熟悉认可要求、实验室体系文件和实验室活动依据,且具有相关专业背景;三是选择合适的审核方法,如查阅体系文件、查阅记录和报告、核查仪器设备配置、核查设施和环境条件、现场提问、现场试验、现场演示等方法;四是做好记录,内容包括内审员姓名、内审时间、陪同人员姓名,查阅的文件、记录和报告等,提问的问题及回答,现场试验情况,现场演示情况,发现的不符合与风险等内容。

4.3 重视合同评审

合同评审主要是为了评估实验室的人员、设备、时间等资源能不能满足客户的需求。一是不同形式的合同均要评审,如政府部门以文件形式下发的任务、投标书等也要像日常委托检测合同一样开展评审工作;二是合同内容要完整。一般情况下,合同包括实验室活动范围与客户需求的符合性、风险与机遇、所需费用与时间、法律责任、变更与终止合同条件及活动结果判定依据、分包、偏离等内容。

4.4 加强风险和机遇管理

实验室需要主动开展风险管理工作。具体来说,就是实验室要识别风险并制定相应的应对措施,还需对应对措施进行评价。从历年评审结果来看,虽然开展食品添加剂检测活动的大部分实验室都开展了风险管理工作,如风险识别、风险分析和风险评价等,但是实施效果普遍不理想。实验室想要做好风险和机遇管理工作,需要从多方面努力:一是注重风险和机遇的信息来源,除了质量目标实现情况、日常监督、质量控制、内部审核、外部审核、投诉等,信息来源还包括监管部门发布的监督检查工作结果与公告、媒体报道的实验室活动情况、客户和外部供方情况、其他实验室面临的风险与机遇、新政策、新技术

等;二是结合GB/T 27921—2023《风险管理 风险评估技术》,选择适当的风险评估技术与方法;三是在风险和机遇的全过程中,要进行充分的交流与沟通,并做好记录工作;四是要有充分的监督和恰当的评价。要对风险和机遇信息来源的全面性、沟通的充分性、风险评估技术与方法的合理性、采取的措施的有效性等进行监督和评价,以保证风险和机遇管理的有效性、客观性。

4.5 妥善处理不符合

所谓“不符合”就是与“要求”不一致。这些“要求”来自法律法规、部门规章、标准、实验室体系文件、实验室与客户签订的合同等。不符合大致可分为体系文件不符合、活动过程不符合、活动结果不符合。体系文件不符合就是实验室编制的体系文件不符合认可要求,活动过程不符合是实验室的活动过程不符合体系文件的规定,活动结果不符合是活动结果与目标或客观实际不一致。对于不符合,需要分析原因,制定纠正措施,明确整改完成时间与责任人,开展跟踪验证工作,并将整改材料按要求归档。

除此之外,食品添加剂检测实验室还可从人员监督、方法验证、样品管理、审核检测报告等方面开展质量控制活动。

5 结语

本工作简要介绍了检测行业在实施质量控制时发表的文献以及发布的标准,总结了食品添加剂检测过程中存在的问题,并根据CNAS的规范要求提出了一些应对措施,可为食品添加剂实验室开展质量控制活动提供理论参考。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国食品安全法[EB/OL].(2015-04-25)[2023-10-01]. https://www.gov.cn/zhengce/2015-04/25/content_2853643.htm?eqid=e9b9e50a000209f80000000664781837.
- [2] 黑龙江抽检318批次食品6批次不合格[EB/OL].(2020-08-04)[2023-10-01]. https://www.samr.gov.cn/xw/df/art/2023/art_0f865e9ed8f746af8ecd9cf7e04f3b3c.html.
- [3] 黄兴. 食品添加剂应用及相关安全问题探讨[J]. 食品安全导刊, 2023(9): 16-18.
- [4] 张进丽. 浅谈食品添加剂对食品安全及人体健康的影响[J]. 食品安全导刊, 2019(33): 90-91.
- [5] 我国出口月饼检出二氧化钛[EB/OL].(2023-09-21)[2023-10-01]. <http://news.foodmate.net/2023/09/670708.html>.
- [6] 张绍华. 质量控制活动在实验室管理中的应用[J]. 中国检验检测, 2021, 29(2): 65-67.
- [7] 彭忠瑾. 地质测试实验室的质量控制和质量评估[J]. 科技与创新, 2020(23): 139-140.
- [8] 方建强. 基层疾病预防控制中心采样与实验室质量控制探讨[J]. 疾病预防控制通报, 2022, 37(4): 76-78.
- [9] 康红霄. 煤炭检测实验室质量控制分析[J]. 煤炭加工与综合利用, 2021(12): 74-77.
- [10] 赵海英, 张国强. 土壤肥料检测实验室质量控制要点及提升建议[J]. 农业技术与装备, 2021(12): 111-112.
- [11] CNAS关于个别实验室和检验机构原始记录存在严重问题的典型案例通报[EB/OL].(2020-09-11)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/zxtz/images/2020/09/21/E74DA4CD67C48085318135D4BC14A146.pdf>.
- [12] CNAS关于2020年实验室和检验机构专项监督及投诉调查典型案例的通报[EB/OL].(2021-06-07)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/zxtz/images/2021/06/11/1623400215737093969.pdf>.
- [13] 中国合格评定国家认可委员会. 实验室认可规则: CNAS-RL01: 2019[S/OL].(2020-01-09)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkgz/2020/01/901830.shtml>.
- [14] 中国合格评定国家认可委员会. 能力验证规则: CNAS-RL02: 2018[S/OL].(2020-09-08)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkgz/2018/03/889058.shtml>.
- [15] 中华人民共和国国家市场监督管理总局, 中国国家标准化管理委员会. 检测和校准实验室能力的通用要求: GB/T 27025—2019[S]. 北京: 中国标准出版社, 2019: 9.
- [16] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-CL01《检测和校准实验室能力认可准则》应用要求: CNAS-CL01-G001: 2018[S/OL].(2018-03-01)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkyzz/2018/03/889071.shtml>.
- [17] 中国合格评定国家认可委员会. 检测和校准实验室能力认可准则在微生物检测领域的应用说明: CNAS-CL01-A001: 2018[S/OL].(2022-12-26)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkyzz/2022/12/910348.shtml>.
- [18] 中国合格评定国家认可委员会. 检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明: CNAS-CL01-A002: 2020[S/OL].(2020-12-18)[2023-10-01]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkyzz/2020/12/904406.shtml>.