

乳粉中菌落总数、大肠菌群检测能力验证 技术分析报告

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

2020年10月

组织单位:新疆维吾尔自治区市场监督管理局

实施单位:新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

项目计划实施负责人:阳胜

技术专家: 李强、吴海江

统计专家: 吴海江、付晓静

计划联络人:付晓静、范田丽、刘丽英

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

目 录

一、前言.....	2
二、能力验证的概况.....	2
1、能力验证目的及意义.....	2
2、参加检验检测实验室概述.....	3
3、方案设计.....	3
4、测试项目和要求.....	4
5、样品均匀性和稳定性.....	4
6、补测工作.....	4
7、保密性要求.....	5
8、时间进度.....	5
三、统计分析能力评价原则.....	5
1、初测结果评价.....	5
2、复测结果评价.....	5
四、检测结果统计和能力评价.....	6
（一）初测结果评价.....	6
1. 统计量.....	6
2. 结果评价.....	6
（二）复测结果统计.....	8
五、技术分析和建议.....	8
六、附录.....	1
附录 A 实验室的检测结果和结果评价.....	1
附录 B 实验室 Z 值柱状图.....	1
附录 C 样品均匀性和稳定性检验.....	5
附录 D 相关文件.....	8

一、前言

乳粉中的菌落总数、大肠菌群的检测能力验证是由新疆维吾尔自治区市场监督管理局组织(以下简称自治区局),新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院(以下简称自治区质检院)承担并实施。本计划旨在了解自治区食品检验检测实验室在该领域的整体水平,通过能力验证结果识别实验室间存在的差异,不断提升实验室能力和水平,保证获证实验室检测数据的准确、可靠,督促其保持和提高该项目的检测能力。

自治区局在《自治区市场监管局关于开展2020年自治区级检验检测机构能力验证工作的通知》中指出:具备本次能力验证项目检测能力并通过自治区级资质认定的检验检测机构必须参加。因故不能参加的,须在收到本通知之日起10日内提交书面说明,由所属地市场监管部门核实、确认后分别报送自治区市场监督管理局认证认可监督管理处和项目承担单位。未取得上述项目资质认定的检验检测机构,可自愿报名参加本次能力验证。本次能力验证,对于初测结果为可疑、不满意的检验检测机构,可允许其在完成整改的基础上自愿参加一次补测,最终结果以补测结果为准。未参加补测的,最终结果以初测结果为准。

本次能力验证的结果较客观地反映了我区食品检验检测机构微生物菌落总数、大肠菌群测定能力的基本状况。

本报告由自治区质检院编制,报告的“技术分析和建议”向检验检测实验室提供有益的信息,希望对提高技术水平有所帮助。

二、能力验证的概况

1、能力验证目的及意义

本次能力验证实施的目的在于评价参加实验室对乳粉中的菌落总数、大肠菌群的检测结果的一致性和各实验室的检测能力。实验室可通过此次能力验证活动了解自己的技术能力,如果出现不满意结果可以通过查找原因达到提高实验室相应的检测能力的目的。

2、参加检验检测实验室概述

本次向 44 家具备资质的检验检测实验室发放样品。初测评审过程中，共 42 家实验室参加并反馈结果；第二轮复测评审过程中，有 11 家实验室参加（9 家实验室为初测结果可疑或不满意实验室，2 家仅参加第二轮复测）。

参加实验室按所属辖区分布情况见表 1。

表 1 参加能力验证检验实验室的所属辖区分布情况

所属辖区	参加实验室数量	所占比例%	所属辖区	参加实验室数量	所占比例%
乌鲁木齐	17	38.63	巴州	4	9.09
克拉玛依	2	4.55	伊犁	5	11.36
昌吉州	3	6.82	博州	1	2.27
吐鲁番	1	2.27	喀什	4	9.09
阿克苏	2	4.55	克州	1	2.27
沙湾	1	2.27	哈密	2	4.55
塔城	1	2.27			

上报结果的 44 家实验室中，市场监督系统 10 家、食品药品系统 7 家、疾病预防控制中心 12 家、其它检测实验室 15 家，具体情况见表 2。

表 2 参加实验室的行业分布

系统	参加实验室数量	所占比例%
市场监督系统	10	22.73
食品药品系统	7	15.91
疾病预防控制中心	12	27.27
其它行业检测	15	34.09

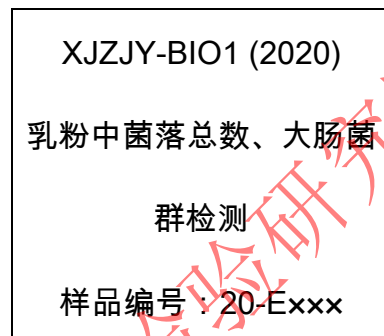
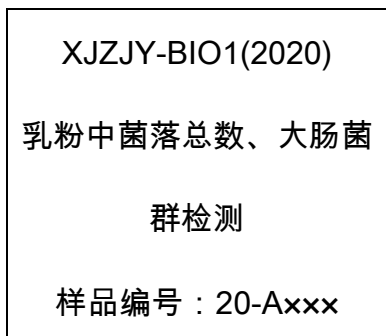
3、方案设计

按照自治区局《自治区市场监管局关于开展 2020 年自治区级检验检测机构能力验证工作的通知》要求，本次能力验证计划重点考查检验检测机构对于食品微生物的菌落总数、大肠菌群的测定能力。方案设计遵循 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》、GB/T28043-2011《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》、CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》。

能力验证样品由新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院准备。本次初测试样能力验证共 2 个检测项目，即乳粉中菌落总数和大肠菌群的定量检测，共发送 2 个样品，2 个样品均需检测所报名的项目并反馈结果。本次初测试样能力验证共制备了 2 个组别的样品，样品为人工污染的食品样品，采用真空冷冻

干燥方式制备，呈白色冻干块状，西林瓶真空包装。

初测试样：样品标识如下图，其中“20”代表年度，字母“A”和“E”用于区分两个样品，“×××”代表三位随机数字，每个样品的标识均具有唯一性，详见样品瓶。



本次能力验证，对于初测结果为可疑、不满意的检验检测机构，可允许其在完成整改的基础上自愿参加一次补测。样品的均匀性、稳定性经验证后，以快递的方式邮寄至各检测实验室，并同时附上参试作业指导书、样品状态确认函、测试结果报告单等文件。

4、测试项目和要求

检测项目为乳粉中的菌落总数、大肠菌群的测定能力，检测方法 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》，GB 4789.3-2016 《食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数》，并按作业指导书要求提交检测结果。

5、样品均匀性和稳定性

按照 CNAS-GL003：2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》的要求进行，实验结果表明样品的均匀性和稳定性能够满足能力验证样品的要求。详见附录 C。

6、补测工作

按照《自治区市场监管局关于开展 2020 年自治区级检验检测机构能力验证工作的通知》要求，本次能力验证，对于初测结果为可疑、不满意的检验检测机构，可允许其在完成整改的基础上自愿参加一次补测，最终结果以补测结果为准。未参加补测的，最终结果以初测结果为准。本次能力验证活动中，我们向第一次测试结果不满意的 9 家实验室发出了补测通知，均自愿参加了补测。

7、保密性要求

出于保密需要，本次能力验证中对每个参加实验室赋予了一个代码。在本报告中，凡说明实验室的检测结果和能力评价时均以代码表示，补测活动中的代码与初测给定的实验室代码一致。

8、时间进度

本次能力验证从 2020 年 4 月开始设计方案，6 月 3 日开始向参加实验室分发样品，10 月 16 日前回收实验室初检和复测结果，随后对结果进行汇总、分析和编制本报告，10 月 31 日之前上报技术分析报告。

三、统计分析及能力评价原则

1、初测结果评价

对参加者的检测结果经对数转换后，按下式计算 z 值：

$$z = (x - X) / \sigma$$

式中： x -参加者检测结果；

X -指定值；

σ -能力评定标准差。

本计划以下列准则评价参加者的结果，即：

$|z| \leq 2.0$ 为满意结果；

$2.0 < |z| < 3.0$ 为有问题结果，警告信号；

$|z| \geq 3.0$ 为不满意结果（离群值），行动信号。

本次能力验证共设置 4 个组别样品，均采用稳健（Robust）统计技术中的算法 A 确定指定值和能力评定标准差，即采用稳健平均值作为指定值；采用稳健标准差作为能力评定标准差。

本计划涉及的统计量有结果数、指定值、能力评定标准差 σ 和稳健变异系数。有关统计量的意义及相关计算方法参 CNAS-GL002：2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》。

2、复测结果评价

按照自治区局要求，对初测样品检验结果为不满意的实验室可进行复测。由于复测所用样品与初测样品为同批次产品，且在稳定范围内，因此采用同组样品初测结果进行 Z 值法评价。

四、检测结果统计和能力评价

(一) 初测结果评价

1. 统计量

本次能力验证结果服从近似正态分布。统计量见表 3 和表 4。

注:为便于统计和实验室查看，在本报告表 3、表 4、附录 A 中将样品标识赋予不同颜色区别，其中绿色对应第 I 组样品，黄色对应第 II 组样品。

表 1 菌落总数检测项目统计量汇总

检测项目	样品组别	结果数 (个)	指定值 X (对数形式) Log ₁₀ CFU/g	能力评定标准 偏差 σ Log ₁₀ CFU/g	稳健变异系 数 (%)
菌落总数	I 组	42	2.80	0.18	6.4
	II 组	42	3.04	0.18	5.9

表 2 大肠菌群检测项目统计量汇总

检测项目	样品组别	结果数 (个)	指定值 X (对数形式) Log ₁₀ CFU/g	能力评定标准 偏差 σ Log ₁₀ CFU/g	稳健变异系 数 (%)
大肠菌群	I 组	42	2.37	0.25	10.5
	II 组	42	2.33	0.23	9.9

2. 结果评价

2.1 参加者满意情况综述

本次能力验证初测共 42 家实验室参加并反馈结果，总体来看，42 家实验室参加菌落总数项目，37 家结果满意，占总体的 88.1%；42 家实验室参加大肠菌群项目，35 家结果满意，占总体的 83.3%。具体结果详见附录 A 中表 A-1。

本次能力验证每个实验室随机发送 2 个样品，菌落总数项目共 42 个结果大肠菌群共 42 个结果。从样品组别来看，具体情况如下：

菌落总数项目:I组样品共42个结果,37个结果满意,占比为88.1%;II组样品共42个结果,40个结果满意,占比为95.2%。

大肠菌群项目:I组样品共42个结果,38个结果满意,占比为90.5%;II组样品共42个结果,36个结果满意,占比为85.7%。

本次能力验证中各项目及各组样品评价为满意的结果情况见表3和表4;结果可疑和离群实验室代码见表5和表6。

表3 各检测项目检测结果满意情况

检测项目	结果数(个)	满意结果数(个)	满意率(%)
菌落总数	84	77	91.6
大肠菌群	84	74	88.1

表4 各组样品检测结果满意情况

检测项目	样品组别	结果数(个)	满意结果数(个)	满意率(%)
菌落总数	I组	42	37	88.1
	II组	42	40	95.2
大肠菌群	I组	42	38	90.5
	II组	42	36	85.7

2.2 初测结果可疑、离群参加者实验室代码汇总

表5 各检测项目检测结果可疑情况

检测项目	可疑数(家)	实验室代码
菌落总数	1	XJZJY-BI01(2020)-041
大肠菌群	3	XJZJY-BI01(2020)-019
		XJZJY-BI01(2020)-024
		XJZJY-BI01(2020)-033

表6 检测结果不满意(离群)实验室汇总表

检测项目	不满意数(家)	实验室代码
菌落总数	4	XJZJY-BI01(2020)-011
		XJZJY-BI01(2020)-018
		XJZJY-BI01(2020)-032
		XJZJY-BI01(2020)-046
大肠菌群	4	XJZJY-BI01(2020)-018
		XJZJY-BI01(2020)-026
		XJZJY-BI01(2020)-032
		XJZJY-BI01(2020)-041

2.3 统计图表

为了清晰表示各实验室参加能力验证计划的结果,将Z值按大小顺序排列作柱状图(见附录B),每一个柱条标有该实验室的代码。从该柱状图上,每一个

实验室很容易将其结果与其他参加实验室进行比较,了解其结果在本次计划中所处的水平。

(二) 复测结果统计

本次能力验证共有 9 家实验室初测结果为可疑或不满意,均参加了复测;此外,2 家实验室参加了本轮复测。11 家实验室均按期提交了结果,8 家满意,占总体 72.7%,3 家为可疑,占总体 27.3%。其中菌落总数结果 14 个,满意结果为 12 个,占总体 85.7%,大肠菌群结果 16 个,满意结果为 15 个,占总体 93.8%。具体结果详见附录 A 中表 A-2。

五、技术分析和建议

本次能力验证活动对参加实验室在乳粉中菌落总数和大肠菌群检测方面结果的一致性方面和检测能力及检测水平方面进行评价。同时,参加实验室通过评价可以了解自己技术能力。因此,此次能力验证活动已达到预期目的。本次能力验证共 44 家实验室参加,全部实验室反馈菌落总数、大肠菌群结果。

从实验室反馈的结果及记录等信息来看,出现可疑或不满意结果的原因可能有:

- 1、没有按照参试指导书操作,如样品打开后没有立即进行再水化或水化后没有立即进行检测,影响准确计数;
- 2、倍比稀释时未充分振荡混匀;
- 3、未按照方法规定计数,菌落总数检测方法中规定选取菌落数在 30CFU~300CFU 之间、无蔓延菌落生长的平板计数,个别实验室没有选择适宜稀释度的平板计数;
- 4、未严格按照规范操作,方法要求取 25mL 样品加入到 225mL 磷酸盐缓冲液或生理盐水中,而个别实验室直接取 1mL 样品进行 10 倍稀释;
- 5、本次能力验证共设置 2 组样品,2 组样品中目标菌的含量具有一定的差异,而有些实验室反馈数据与本组别数据相比偏离较大,不排除串通数据的可能。

6、由于检测人员微生物基础知识不够扎实、责任心不强，对检验方法熟悉程度不够等原因，造成待测溶液稀释倍数过多；实验操作手法不当；适宜稀释度选择等问题的出现。

建议各检验检测实验室加强质量管理，由于影响检测结果的因素很多，要取得令人满意的检测结果，需要对检测过程中各个环节，包括人员素质，检测方法，仪器设备，环境设施等相互联系和相互制约的各项要素进行全过程的管理和控制，才能确保检测结果的准确可靠。

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

六、附录

附录 A 实验室的检测结果和结果评价

表 A-1 初测乳粉中菌落总数和大肠菌群的检测结果和评价

实验室代码	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值
XJZJY-B101(2020)-001	20-A893	I 组	600	-0.71	550	0.52	20-E684	II 组	860	-0.59	640	1.07
XJZJY-B101(2020)-002	20-A549	I 组	1000	0.53	310	-0.48	20-E092	II 组	1200	0.22	440	0.36
XJZJY-B101(2020)-003	20-E165	I 组	810	0.02	510	0.39	20-A934	II 组	1200	0.22	370	0.04
XJZJY-B101(2020)-004	20-A310	I 组	1220	1.01	756	1.07	20-E897	II 组	1800	1.20	408	0.22
XJZJY-B101(2020)-006	20-E525	I 组	780	-0.08	410	0.01	20-A556	II 组	1100	0.01	250	-0.70
XJZJY-B101(2020)-007	20-E365	I 组	1200	0.94	640	0.78	20-A328	II 组	1400	0.59	550	0.78
XJZJY-B101(2020)-008	20-A399	I 组	840	0.08	270	-0.71	20-E839	II 组	1200	0.22	500	0.60
XJZJY-B101(2020)-009	20-E041	I 组	960	0.40	770	1.11	20-A661	II 组	1200	0.22	420	0.27
XJZJY-B101(2020)-010	20-A772	I 组	630	-0.61	250	-0.85	20-E436	II 组	1200	0.22	160	-1.55
XJZJY-B101(2020)-011	20-E463	I 组	225	-3.10	160	-1.62	20-A491	II 组	508	-1.86	140	-1.80
XJZJY-B101(2020)-012	20-A265	I 组	1200	0.94	490	0.32	20-E506	II 组	1600	0.91	410	0.23

实验室代码	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值
XJZJY-B101(2020)-013	20-A986	I 组	800	-0.04	370	-0.17	20-E864	II 组	630	-1.34	410	0.23
XJZJY-B101(2020)-014	20-A954	I 组	1100	0.73	416	0.04	20-E392	II 组	1100	0.01	627	1.03
XJZJY-B101(2020)-015	20-E244	I 组	1200	0.94	460	0.21	20-A497	II 组	1100	0.01	300	-0.36
XJZJY-B101(2020)-016	20-E850	I 组	1100	0.73	360	-0.21	20-A801	II 组	1200	0.22	450	0.41
XJZJY-B101(2020)-017	20-E192	I 组	720	-0.29	310	-0.47	20-A403	II 组	1100	0.01	340	-0.12
XJZJY-B101(2020)-018	20-A485	I 组	32	-7.80	21	-5.15	20-E765	II 组	83	-6.23	15	-6.02
XJZJY-B101(2020)-019	20-E686	I 组	490	-1.22	170	-1.52	20-A421	II 组	1200	0.22	120	-2.09
XJZJY-B101(2020)-020	20-A121	I 组	1100	0.73	560	0.55	20-E284	II 组	1500	0.76	390	0.14
XJZJY-B101(2020)-021	20-E690	I 组	1200	0.94	850	1.28	20-A030	II 组	1800	1.20	750	1.37
XJZJY-B101(2020)-022	20-A349	I 组	730	-0.26	670	0.86	20-E189	II 组	1300	0.41	630	1.04
XJZJY-B101(2020)-023	20-E946	I 组	1300	1.13	900	1.38	20-A616	II 组	1200	0.22	800	1.49
XJZJY-B101(2020)-024	20-E874	I 组	930	0.32	405	-0.01	20-A301	II 组	1100	0.01	100	-2.43
XJZJY-B101(2020)-025	20-E599	I 组	600	-0.73	460	0.21	20-A785	II 组	1100	0.01	580	0.88
XJZJY-B101(2020)-026	20-E612	I 组	630	-0.61	180	-1.42	20-A875	II 组	1100	0.01	60	-3.40
XJZJY-B101(2020)-027	20-A183	I 组	590	-0.77	230	-0.99	20-E986	II 组	1100	0.01	126	-2.00
XJZJY-B101(2020)-028	20-E243	I 组	1200	0.94	510	0.39	20-A282	II 组	1100	0.01	300	-0.36

实验室代码	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值
XJZJY-B101(2020)-029	20-A279	I 组	1100	0.73	340	-0.31	20-E631	II 组	1100	0.01	310	-0.30
XJZJY-B101(2020)-030	20-E449	I 组	1000	0.50	460	0.21	20-A662	II 组	1100	0.01	360	-0.02
XJZJY-B101(2020)-031	20-E225	I 组	880	0.19	440	0.13	20-A262	II 组	1400	0.59	420	0.27
XJZJY-B101(2020)-032	20-E550	I 组	70	-5.92	70	-3.06	20-A809	II 组	90	-6.03	20	-5.47
XJZJY-B101(2020)-033	20-E532	I 组	490	-1.22	87	-2.68	20-A819	II 组	1050	-0.10	315	-0.27
XJZJY-B101(2020)-034	20-E137	I 组	700	-0.36	220	-1.07	20-A788	II 组	1000	-0.22	190	-1.22
XJZJY-B101(2020)-035	20-A027	I 组	700	-0.36	320	-0.42	20-E323	II 组	1100	0.01	430	0.32
XJZJY-B101(2020)-038	20-A898	I 组	750	-0.19	430	0.09	20-E611	II 组	1300	0.41	360	-0.02
XJZJY-B101(2020)-039	20-E720	I 组	800	-0.04	400	-0.03	20-A074	II 组	1200	0.22	440	0.36
XJZJY-B101(2020)-040	20-A289	I 组	1100	0.73	800	1.17	20-E151	II 组	1500	0.76	380	0.09
XJZJY-B101(2020)-041	20-A159	I 组	350	-2.03	32	-4.42	20-E859	II 组	960	-0.32	14	-6.15
XJZJY-B101(2020)-043	20-A870	I 组	920	0.30	440	0.13	20-E568	II 组	1100	0.01	210	-1.03
XJZJY-B101(2020)-044	20-E520	I 组	850	0.11	190	-1.32	20-A056	II 组	2000	1.45	620	1.01
XJZJY-B101(2020)-046	20-E085	I 组	120	-4.62	170	-1.52	20-A306	II 组	700	-1.08	300	-0.36
XJZJY-B101(2020)-047	20-A762	I 组	800	-0.04	560	0.55	20-E098	II 组	1300	0.41	230	-0.86

注：/表示未提供该组样品或未报该数据。 $|z| \leq 2.0$ 为满意结果； $2.0 < |z| < 3.0$ 为有问题结果； $|z| \geq 3.0$ 为不满意结果（离群值）。

表 A-2 第二轮复测测乳粉中菌落总数和大肠菌群的检测结果和评价

实验室代码	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值	样品编号	样品组别	菌落总数	Z 值	大肠菌群	Z 值
XJZJY-BI01 (2020)-011	20-C193	I 组	2000	2.79	170	-0.56	/	/	/	/	/	/
XJZJY-BI01 (2020)-018	20-F149	I 组	890	0.83	420	1.01	20-C092	II 组	1230	0.28	400	1.18
XJZJY-BI01 (2020)-019	/	/	/	/	/	/	20-F039	II 组	980	-0.27	535	1.73
XJZJY-BI01 (2020)-024	/	/	/	/	/	/	20-C328	/	/	/	380	1.09
XJZJY-BI01 (2020)-026	/	/	/	/	/	/	20-F149	/	/	/	650	2.10
XJZJY-BI01 (2020)-032	20-F041	I 组	810	0.60	510	1.35	20-C161	II 组	1200	0.22	430	1.32
XJZJY-BI01 (2020)-033	20-F063	I 组	620	-0.04	324	0.56	/	/	/	/	/	/
XJZJY-BI01 (2020)-041	20-C172	I 组	1600	2.25	390	0.88	20-F156	II 组	1100	0.01	600	1.95
XJZJY-BI01 (2020)-046	20-F112	I 组	970	1.04	510	1.35	/	/	/	/	/	/
XJZJY-BI01 (2020)-099	XJZJY-A098	I 组	890	0.83	590	1.60	XJZJY-B099	II 组	1100	0.01	490	1.57
XJZJY-BI01 (2020)-100	XJZJY-A100	I 组	970	1.04	570	1.54	XJZJY-B101	II 组	1360	0.52	550	1.78

注：/表示未提供该组样品或未报该数据。 $|z| \leq 2.0$ 为满意结果； $2.0 < |z| < 3.0$ 为有问题结果； $|z| \geq 3.0$ 为不满意结果（离群值）。

附录 B 实验室 Z 值柱状图

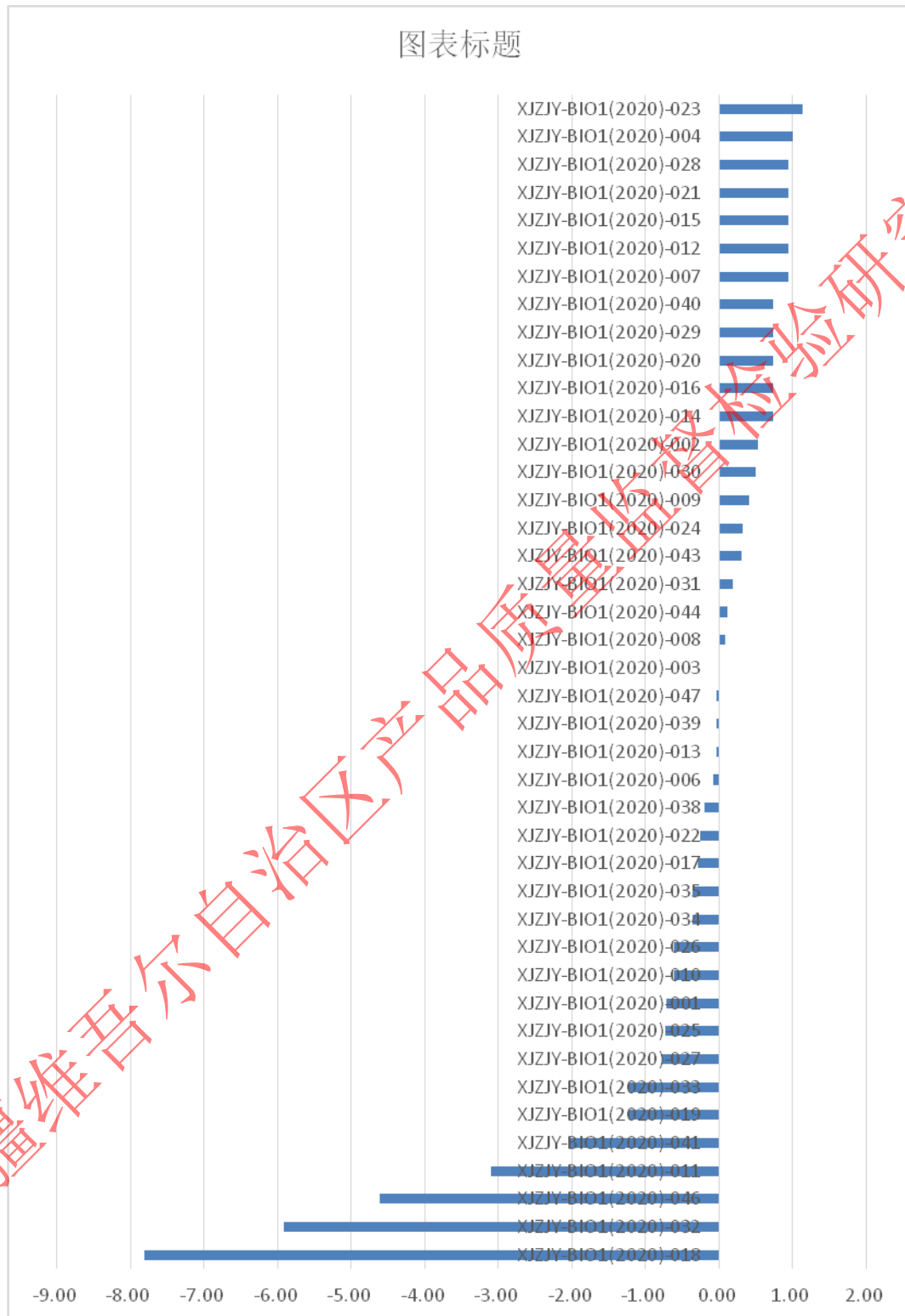


图 B-1 参加者结果 z 比分数柱状图-菌落总数（1 组样品）

图表标题

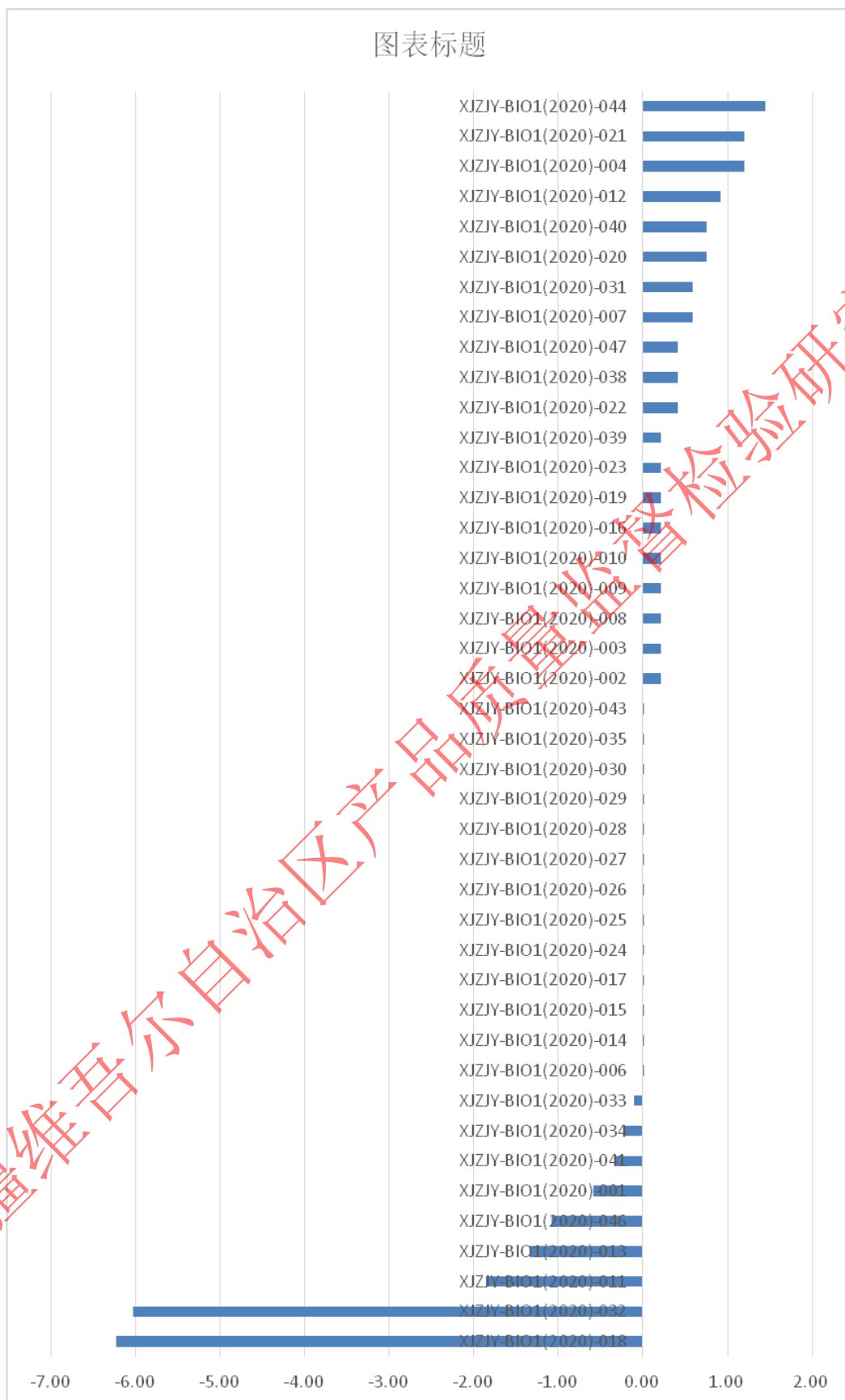


图 B-2 参加者结果 z 比分数柱状图-菌落总数 (II 组样品)

图表标题

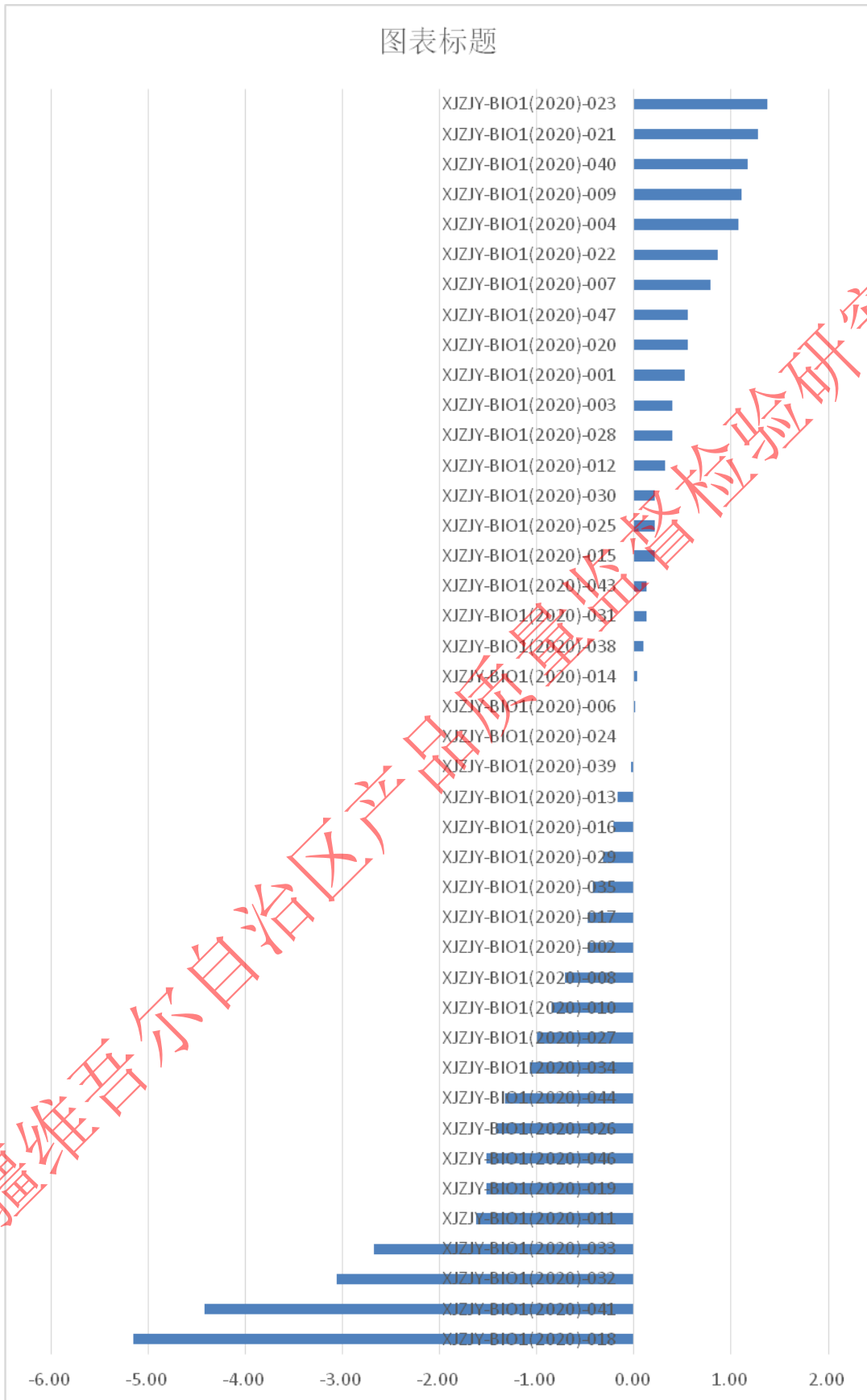


图 B-3 参加者结果 z 比分数柱状图-大肠菌群 (I 组样品)

图表标题

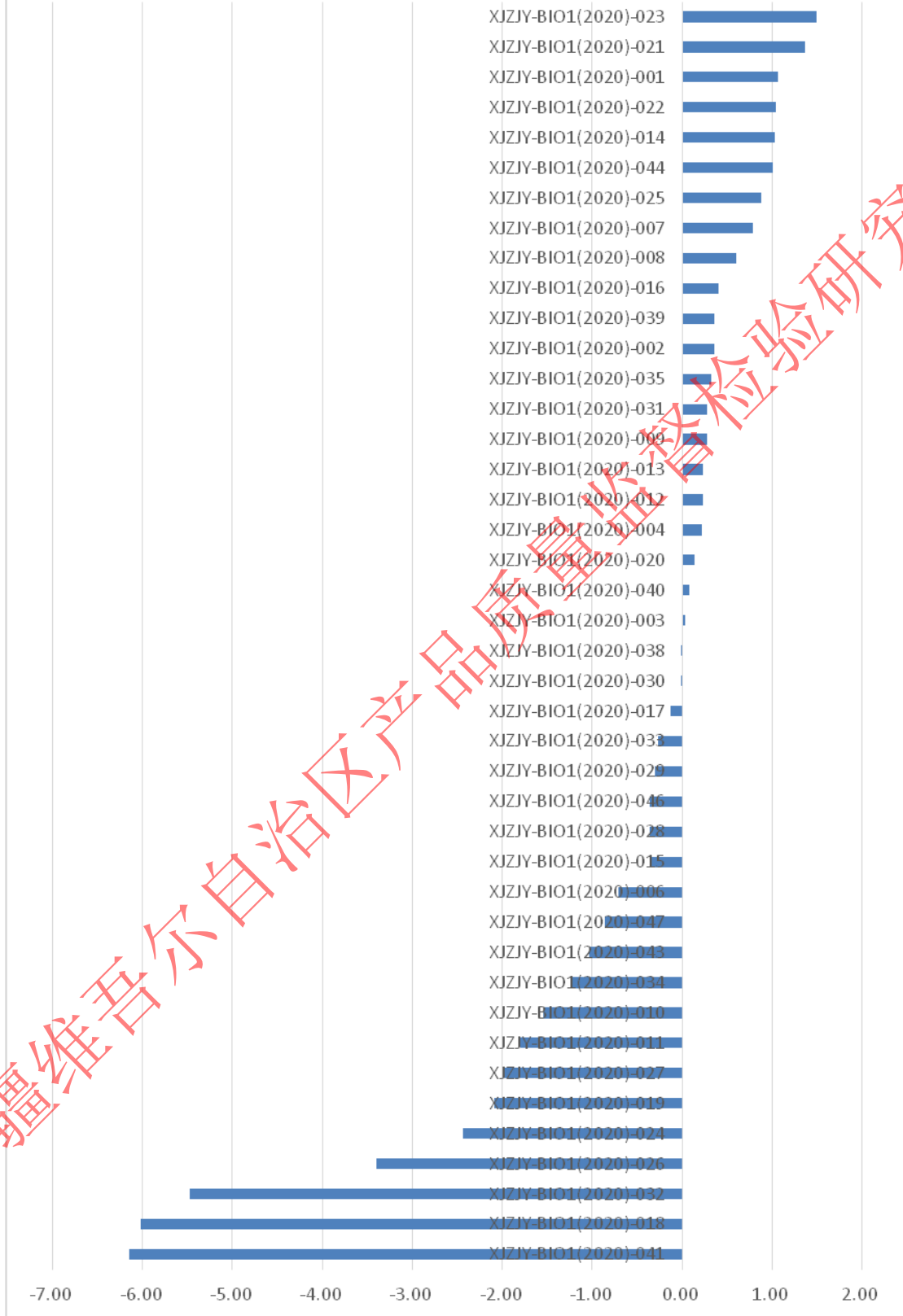


图 B-4 参加者结果 z 比分数柱状图-大肠菌群 (II 组样品)

附录 C 样品均匀性和稳定性检验

附录 C1 样品均匀性检验

从样品中随机选取 10 个样品，按照《参试指导书》中样品测试的要求，按照方法 GB 4789.2-2016 和 GB 4789.3-2016 第二法，在重复条件下，即在同一实验室中由相同的人员使用相同的测试方法和仪器在较短时间内测试 2*10 份样品。

判定原则：

1、样品发送前，依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》，结果数据用单因素方差分析（one way ANOVA）进行统计处理，按如下公式进行计算：

样品间自由度： $v_1=m-1$ ；

样品内自由度： $v_2=N-m=m(n-1)$ ；N 为测试的总次数。

样品间平方和： $SS_1=\sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$ ；均方： $MS_{\text{among}}=Q_1/V_1$

样品内平方和： $SS_2=\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$ ；均方： $MS_{\text{within}}=Q_2/V_2$

统计量： $F=MS_{\text{among}}/MS_{\text{within}}$

若 $F < F_{\alpha}(v_1, v_2)$ 及给定显著性水平 α （通常 $\alpha=0.05$ ）的临界值 $F_{\alpha}(v_1, v_2)$ ，则表明样品内和样品间无显著性差异，样品是均匀的。样品可作为能力验证样品发送。

2、参加实验室检测数据回收之后，采用 $S_s \leq 0.3\sigma$ 进行均匀性检验。其中，回收的检测结果经统计分析后算得该次计划的能力评定标准差 σ ， S_s 为均匀性测试结果得到的样品间标准差，若 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，则表明样品间无显著性差异，样品是均匀的。

通过对样品均匀性检验数据的统计分析，表明样品之间不存在显著性差异，证明样品是均匀的。菌落总数样品均匀性检验数据见附表 C1-1~C1-2，大肠菌群样品均匀性检验数据见附表 C1-3~C1-4。

表 C1-1: 菌落总数样品均匀性试验方差分析结果 (I 组)

变差源	平方和SS	自由度(ν)	均方MS	F值	F临界值	置信概率	S_s	0.3σ
组间	0.0200	9	0.0022	1.9566	3.0204	0.95	0.023	0.054
组内	0.0114	10	0.0011					

表 C1-2: 菌落总数样品均匀性试验方差分析结果 (II 组)

变差源	平方和SS	自由度(ν)	均方MS	F值	F临界值	置信概率	S_s	0.3σ
组间	0.0147	9	0.0016	2.3132	3.0204	0.95	0.022	0.054
组内	0.0071	10	0.0007					

表 C1-3: 大肠菌群样品均匀性试验方差分析结果 (I 组)

变差源	平方和SS	自由度(ν)	均方MS	F值	F临界值	置信概率	S_s	0.3σ
组间	0.0972	9	0.0108	2.6236	3.0204	0.95	0.058	0.075
组内	0.0411	10	0.0041					

表 C1-4: 大肠菌群样品均匀性试验方差分析结果 (II 组)

变差源	平方和SS	自由度(ν)	均方MS	F值	F临界值	置信概率	S_s	0.3σ
组间	0.0690	9	0.0077	2.4442	3.0204	0.95	0.048	0.069
组内	0.0314	10	0.0031					

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

附录 C2 样品稳定性检验

依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》，对样品采用两种类型的稳定性试验：一种是贮存温度（-20℃）下的稳定性试验分别在第 3、6、9、12 月时每次检测 3 份；另一种是在高的温度（模拟样品的运输条件和实际运输条件）下的稳定性试验，模拟样品的运输条件在 30℃下分别在第 3、7 天时每天检测 3 份。

将针对不同温度点、不同保存时间测试的 3 个样本数据，2*3 份样本结果的均值（对数转换后）与均匀性测试结果比较，之间的绝对差值除以测试计划中能力评价用稳健标准偏差 σ ，以比值小于 0.3 为原则确定在不同温度条件下符合能力验证样品要求的最长保存时间。同样的方法测试异地返回的样品。依据的统计公式如下（依据 CNAS-GL003:2018 5.3 中的内容）：

$$|\bar{X}-\bar{Y}| \leq 0.3\sigma$$

式中： \bar{X} —均匀性检测的对数值的总平均值；

\bar{Y} —2*3 份样本的对数值的平均值；

σ —能力验证计划中能力评价用稳健标准偏差

稳定性检验结果表明，样品在测试期间是稳定的，能够满足能力验证样品的要求。

附录 D 相关文件

乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证

技术方案

项目名称：乳粉中的菌落总数、大肠菌群的检测

组织单位：新疆维吾尔自治区市场监督管理局

承担单位：新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

实施日期：2020 年 5~7 月

乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证技术方案

一、目的

- 1.加强对检验检测机构资质认定周期内的监督管理，督促检验检测机构持续保持和提升检验检测技术能力。
- 2.确保已获资质检验检测机构出具的数据准确、可靠。

二、依据

1.工作依据

GB/T 27043-2012 合格评定 能力验证的通用要求

GB/T 28043-2019 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法

CNAS-GL002:2018 能力验证结果的统计处理和评价指南

2.检验依据

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》

GB 4789.3-2016 《食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数》

三、程序

1.参加单位的确定

具备本次能力验证项目检测能力并通过自治区级资质认定的检验检测机构必须参加。未取得上述项目资质认定的检验检测机构，可自愿报名参加本次能力验证。

2.样品的选择与制备

能力验证样品由新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院准备，本次能力验证共 2 个检测项目，即菌落总数和大肠菌群的定量检测，共发送 2 个样品，需检测报名项目并反馈结果。本次能力验证样品为人工污染的食品样品，采用真空冷冻干燥方式制备，呈白色冻干粉状，真空包装。样品随机编号，通过均匀性、稳定性评价。

5.检验项目和检验方法

序号	检验项目	检验方法
1	菌落总数	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》
2	大肠菌群（定量）	GB 4789. 3-2016 《食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数》

6.试样的发放

本次能力验证实验样品外包装贴有样品的唯一性编号。每个实验室发送 2 个样品，样品为冷藏运输，收到样品后应立即进行检测，如不能立即检测，请放在-20℃冰箱中保存。

7.统计方法及评价原则

7.1 统计方法

本次能力验证统计分析采用稳健 (Robust) 技术处理，即采用稳健统计的中位值作为指定值，标准化 IQR 为变动性度量值 (目标标

准偏差)，计算各实验室结果的 Z 比分数 (Z 值)。

对参加者的检测结果经对数转换后，按下式计算 z 值：

$$Z=(x-X)/\sigma$$

式中：x-参加者检测结果；

X-指定值；

σ -能力评定标准差。

本次能力验证涉及的统计量有结果数、中位值、标准化 IQR、稳健的变异系数 (C_v)、最小值、最大值和极差等。

7.2 评价原则

1) 本计划以下列准则评价参加者的结果，即：

$|z| \leq 2.0$ 为满意结果；

$2.0 < |z| < 3.0$ 为有问题结果，警告信号；

$|z| \geq 3.0$ 为不满意结果 (离群值)，行动信号。

本次能力验证均采用稳健 (Robust) 统计技术中的算法 A 确定指定值和能力评定标准差，即采用稳健平均值作为指定值；采用稳健标准差作为能力评定标准差。

本计划涉及的统计量有结果数、指定值、能力评定标准差 σ 和稳健变异系数。有关统计量的意义及相关计算方法参见

CNAS-GL002：2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》。

2) 对本次能力验证结果评价中出现的有疑问结果 (可疑值)，由检测机构自行分析原因，采取预防措施并形成整改报告报自治区市

场监督管理局认监处备案。出现不满意结果的实验室需查找原因，采取纠正措施，进行整改。

8.结果处理

承担单位负责结果的统计汇总，编制能力验证评价报告，报自治区市场监督管理局认监处审批后发布。

四、费用

本次能力验证初测费用由自治区市场监督管理局承担，各参加机构无需缴费。初测结果为可疑、不满意，自愿申请补测的机构需要缴纳费用 1200 元，请各参加单位在领取补测样品时缴纳。

收款人全称：新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

开 户 行：招行乌鲁木齐西虹东路支行

行 号：308881029083

账 号：991903366510903

汇 入 地 点：新疆乌鲁木齐市

附加信息用途：食品技术服务费

五、工作进度安排

工作阶段	工 作 内 容	时 间
一、准备阶段	1、完成能力验证项目技术方案制定及作业指导书的编写工作 参加单位：自治区市场监督管理局认监处、自治区产品质量监督检验研究院等。	4 月 20 日前
	2、准备样品 承担单位：自治区产品质量监督检验研究院	5 月 15 日前
二、布署阶段	1、发文通知 自治区市场监督管理局认监处向参加单位发文，通知验证实验有关工作，要求其做好验证实验准备。	5 月 1 日前

	2、样品发放 自治区产品质量监督检验研究院按区局文件要求分发初次检验样品。	6月1日前
三、检验阶段	参加单位进行检测，上报初次检验结果。	6月30日前
	参加单位初次结果不满意，领取复测样品，上报复测检验结果。	9月30日前
四、统计汇总阶段	对初次检测结果进行统计分析，并进行评价。	6月12日前
	对复测检验结果进行统计分析，并进行评价。	10月10日前
五、总结反馈阶段	1 分析误差原因，提出解决措施，编制能力验证结果分析评价报告。	10月20日前
	2、自治区市场监督管理局认监处通报本次能力验证实验工作情况，提出后处理措施。	10月30日前
区局认监处 审批意见		年 月 日

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

附件 1：

乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证 参试作业指导书

欢迎参加由新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院组织和实施的乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证。贵方实验室参加本次能力验证的实验室代码为，在以后的联系信函和结果报告等文件中均使用该代码代表贵参试实验室。

一、样品接收及保存

- 1.每个实验室发送 2 个样品，样品为冷冻运输，收到样品后应立即进行检测，如不能立即检测，请放在-20℃冰箱中保存。
- 2.样品呈白色冻干粉状，包装于真空西林瓶内。
- 3.样品标识如下图，其中“20”代表年度，字母“A”和“E”用于区分两个样品，“xxx”代表三位随机数字，每个样品的标识均具有唯一性，详见样品瓶。

XJZJY-BIO1(2020)

乳粉中菌落总数、大肠菌
群检测

样品编号：20-Axxx

XJZJY-BIO1 (2020)

乳粉中菌落总、大肠菌群
检测

样品编号：20-Exxx

4.收到样品当日，请首先确认样品包装状态是否完好，并及时填写《样品接收状态确认函》，并于当日发 E-mail 到指定邮箱 934955728@qq.com 如发现包装破损等情况时，请及时与承担单位联系。

三、检验项目及方法

本计划推荐的检测方法：

序号	检验项目	检验方法
1	菌落总数	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》
2	大肠菌群(定量)	GB 4789.3-2016 《食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数》第二法

四、检测要求

1、样品处理:将样品从冷冻室中取出后放在室温下平衡 30min，在生物安全柜中用镊子将铝皮盖和胶塞打开，样品开启后立即加入 1.5mL 稀释液，待溶解后振荡均匀，取 1mL 加入 225mL 稀释液中，然后将同编号的配套奶粉加入上述稀释液中，此溶液即是待测样品 10 倍稀释液。分别吸取 1mL 进行梯度稀释，选取合适稀释度按照 GB 4789.2-2016 和 GB 4789.3 (第二法) 进行检测。操作各环节应保证无菌和充分混匀。

请务必按以上样品处理要求进行实验。

五、注意事项

1.从冰箱中取出的样品应使其达到室温方可开启使用；

- 2.西林瓶内样品处于高真空状态，开启时要小心；
- 3.从开启样品到测试结束均应按照无菌操作进行；
- 4.冻干粉状的样品为一个样品单元，是不可分割的整体，勿取其中一部分测试；
- 5.用 1.5mL 无菌水溶解样品时，必须在西林瓶中进行，不允许将西林瓶中的样品(白色冻干物)倒出西林瓶再水化；
- 6.样品中含有活的微生物(可能含有致病微生物)，请不要直接用手接触西林瓶内样品，请在符合生物安全规定的条件下操作。

六、检测结果报告

1.请严格按《乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证实验结果报告单》格式和要求填报检测结果，以便于承担单位及时对结果进行统计分析。

2.请各参加单位在收到样品后 7 个工作日内将《乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证实验结果报告单》发送至指定电子邮箱 934955728@qq.com，并将测试结果报告单邮寄至承担单位。对未按时上报结果和上报结果不符合要求的单位，其能力验证结果将视为不满意。

七、保密

1、本次能力验证实验，所有样品均按序号随机进行编码，各参加单位收到的样品只标识编码，不再标识其他任何记号。

2、严禁实验室相互串通检验结果，或上报其他实验室的检验结果。对弄虚作假的实验室，经查证属实的，其提交的检验结果按不满

意结果处理。

3、承担单位对参加实验室的上报结果严格保密，所有结果信息由自治区市场监督管理局认监处批准发布。

八、费用

能力验证实验费用由自治区市场监督管理局承担，各参加单位无需缴费，初测不满意，申请复测的单位需要缴纳费用 1200 元，请各参加单位在领取复测样品时缴纳。

收款人全称：新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

开户行：招行乌鲁木齐西虹东路支行

行号：308881029083

账号：991903366510903

汇入地点：新疆乌鲁木齐市

附加信息用途：食品技术服务费

九、联系方式

承担单位：新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院

地址：乌鲁木齐市河北东路 188 号

邮编：830011

联系人：李强 吴海江

电话：0991-3191212、31911211

传真：0991-3191171

样品、结果报送联系人：付晓静 范田丽 刘丽英

电话：0991- 31911211

电子邮箱：934955728@qq.com

注意：收到样品后，请仔细填写样品检查确认记录，如有疑问请与样品发放人联系，电话 0991- 31911211，邮箱 934955728@qq.com。收到样品后 7 个工作日内上报检测结果。

附件 2：

乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证

样品状态确认函

根据乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证计划的程序安排，我们已通过特快专递方式发送样品。

请贵单位收到样品后核对所发样品，并立即填写本确认函，于当日反馈给联系人邮箱 934955728@qq.com，若样品异常，需同时发送异常样品照片。

参加实验室名称：

实验室代码：

收到样品日期：

收到样品标识：

本地区当天天气预报最高温度：

经检查，所收到的样品是否有破损： 有 无

如有破损或其他情况，请描述：

填写人签名：

日期：

附件 3 :

乳粉中的菌落总数、大肠菌群测定能力验证项目测试结果报告单

(实验室代码:)

实验室名称: (实验室盖章处)

资质认定证书批准号:

有效期:

样品收到日期: 年 月 日

样品检测日期: 年 月 日- 年 月 日

项目名称		乳粉中的菌落总数、大肠菌群 (定量) 的测定	
样品编号			
测试结果	菌落总数	检验结果 (CFU/g)	
	大肠菌群 (定量)	检验结果 (CFU/g)	
测试方法	项目	菌落总数	大肠菌群 (定量)
	测定方法		
	仪器设备名称/型号规格/ 厂家		
	培养基名称/生产厂家/ 生产批号/		
	对照实验结果		
	培养时间/温度		
	检测方法编号: 是否为实验室常用方法?	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否	<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否
测试过程中出现的问题或异常现象:			
实验室负责人 (签字): 实验室 (盖章): 年 月 日			