

小麦粉比对检验结果的分析

申炳慧*

(泰兴市产品质量监督检验所, 泰兴 225400)

摘要: **目的** 通过分析比对检验的结果, 找出企业在检验技术和管理等方面存在的差距和不足, 保证企业化验室数据的准确性, 防止在检验过程中由于系统误差、操作不当导致错误的检验结果, 确保企业化验室在控制食品质量安全中起到应有的作用。 **方法** 各实验室按照国家标准对小麦粉灰分进行测定, 提交检验的原始检验记录和检验报告, 对企业提交的报告进行数据汇总, 先利用格鲁布斯检验法对离群值进行剔除, 然后对数据用统计法进行分析和评价。 **结果** 运用统计方法对泰兴市小麦粉比对检验的结果进行分析, 有2个实验室数据离群。 **结论** 小麦粉生产企业检验方面存在一些问题, 对少数企业灰分检验结果偏离较大的现象进行了探讨, 对实验室在检测过程控制、检测结果评价等方面提出了改进建议。

关键词: 小麦粉; 灰分; 实验室比对; 分析

Analysis of wheat flour on the inspection test results

SHEN Bing-Hui*

(Taixing Quality Supervision and Inspection Institute, Taixing 225400, China)

ABSTRACT: Objective To find out the existing gaps and deficiencies in the aspects of inspection technology and management, by analyzing and comparing the test results, to ensure the data accuracy in the enterprise laboratory, thus to prevent the incorrect results due to system error and improper operation of the inspection process, to ensure that the laboratory of the control in enterprises can play its role in food safety.

Methods The laboratories determined the ash content in wheat flour in accordance with national standards, and submitted the inspection of the original test record and report to the company, then the reports were submitted to the Inspection Institute and the data were collected, the outlier was removed using Grubbs test method, and then the data were processed by statistical analysis and evaluation. **Results** Inspection results of wheat flour in the city of Taixing by using the statistical method above were analyzed, and 2 laboratory showed to be outlier. **Conclusion** Analysis of inspection to the major problems of wheat flour production enterprises was put forward, and the phenomenon of ash test results deviation in a few enterprises was discussed, and the suggestions for improving the laboratory control and the process of testing result evaluation were presented.

KEY WORDS: wheat flour; ash; laboratory comparisons; analysis

1 引言

根据国家质检总局《食品生产加工企业质量安全

监督管理实施细则》(79号令)、《食品生产加工企业落实质量安全主体责任监督检查规定》(2009年119号公告)的要求, 企业应建立出厂检验记录制度, 建

*通讯作者: 申炳慧, 工程师, 主要研究方向为食品化工检测与实验室管理。E-mail: txzjs2013@163.com

*Corresponding author: SHEN Bing-Hui, Engineer, Product Quality Supervising and Institute of Taixing City, Taixing 225400, China. E-mail: txzjs2013@163.com

立和保存出厂食品的原始检验数据和检验报告记录,企业自行进行产品出厂检验的,应按规定每年将样品送到质量技术监督部门指定的检验机构进行实验室测量比对,建立并保存比对记录。

实验室检验能力比对是按照预先规定的条件,由多个实验室对相同的样品进行检测的组织、实施和评价^[1]。目的是为保证实验室数据的准确性,防止在检验过程中的系统误差、操作不当导致错误的检验结果,确保企业化验室在控制食品质量安全中起到应有的作用。

灰分是我国面粉分等定级的主要指标之一,面粉灰分是衡量面粉加工精度的重要指标,面粉的加工精度越高,灰分含量就越低,面粉灰分的高低影响面粉的内在品质和使用性能,因此,灰分作为面制品使用性能的主要参考依据之一^[2]。灰分可作为评价生产工艺操作的一种方法,所以,灰分检验的准确与否对生产工艺的控制具有重要意义^[3],化验人员必须掌握灰分检验技能。我们将全市11家小麦粉生产企业与我所之间的灰分比对检验结果进行了分析。通过分析,了解全市小麦粉生产企业实验室的整体水平,识别实验室存在的问题以及实验室间存在的差异,找出企业在检验技术和管理等方面存在的差距和不足,对加强检验人员的专业培训,提升企业内部的质量管理水平。

2 材料与方法

2.1 材料

比对样品选用江苏三零面粉有限公司生产的小麦粉,用样品袋封装为12份,编号为1-12,每份100g左右,每个小麦粉生产企业随机收到1份样品。

2.2 实验方法

采用《粮油检验 灰分测定法》GB/T 5505-2008标准中的550℃灼烧法^[4]。称取试样于处理好的坩埚中,在电炉上加热使试样充分炭化,然后置于马福炉中,在550±10℃灼烧2~3h,取出,放入干燥器中冷却称量,再灼烧30min,冷却、称量直至恒重,计算灰分含量。

2.3 数据统计方法

实验室间比对数据数据的分析、处理及结果的评价,应按照预先制定的程序来进行^[5]。常用的统计方

法有经典统计法和稳健统计法,判别离群值时经常要采用格鲁布斯(Grubbs)检验法^[6]。本次比对检验参加实验室数量较少,群的特征不够明显,因此采用经典统计法^[7]。

格鲁布斯检验法,其计算过程为:先将数据从小到大排列为: x_1, x_2, \dots, x_n ,并求出平均值 \bar{x} 和标准偏差 s ,再根据统计量 T 进行判断。若 x_1 为可疑值,则 $T = (\bar{x} - x_1)/s$,若 x_n 为可疑值,则 $T = (x_n - \bar{x})/s$,将计算所得 T 值与表1中查得的 $T_{\alpha,n}$ (对应于某一置信度)相比较。若 $T > T_{\alpha,n}$,则应舍去离群值,否则保留。

经典统计法采用平均值作为公认值,用标准偏差 s 作为允许离散度,计算各参加实验室的 Z 比分数。 Z 比分数的绝对值小于(或等于)2的检测结果为正常值,说明实验室目前的检测能力状况尚属满意; Z 比分数的绝对值大于2且小于3的检测结果为可疑值,说明实验室目前的检测能力状况有问题; Z 比分数的绝对值大于(或等于)3的检测结果为离群值,说明实验室目前的检测能力状况不满意。

3 结果

全市11家小麦粉生产企业参加了与我所的样品比对,在规定的时间内提交了检验原始记录和检验报告,结果见表2。我们将12个数据首先按照格鲁布斯检验法(显著性水平 $\alpha = 0.05$)计算,发现 $T_{12} = 2.39 > T_{0.05,12}$,判定12号实验室数据离群,剔除,对剩余11个数据用格鲁布斯检验法(显著性水平 $\alpha = 0.05$)计算,发现 $T_4 = 2.58 > T_{0.05,11}$,判定4号实验室数据离群,剔除,剩余10个数据用格鲁布斯检验法(显著性水平 $\alpha = 0.05$)计算, $T_1 = 1.44 < T_{0.05,10}$, $T_9 = 1.88 < T_{0.05,10}$,无可疑值,用经典统计法对剔除可疑值后的10个数据进行计算,得到各实验室的 Z 比分数见表3,其给出的重要统计参数见表4。

从表3中可以看出实验室4和实验室12数据离群,说明实验室目前的检测能力状况不满意,存在较大问题。

4 讨论

4.1 小麦粉生产企业检验方面存在的主要问题

小麦粉生产企业的出厂检验工作不合格,主要存在以下几方面的问题^[8-11]:

(1)检验人员业务素质不高。由于部分企业领导对检验工作不重视,管理不严,食品检验人员的责任心不强,检验能力和综合业务素质不高,检验水平较低,导致比对检验报告结果超差现象严重。

表1 格鲁布斯检验法表 $T_{\alpha,n}$ 值表
Table 1 Critical value of Gubbs test

n	显著性水平 α		
	0.05	0.025	0.01
7	1.94	2.02	2.10
8	2.03	2.13	2.22
9	2.11	2.21	2.32
10	2.18	2.29	2.41
11	2.23	2.36	2.48
12	2.29	2.41	2.55
13	2.33	2.46	2.61
14	2.37	2.51	2.63
15	2.41	2.55	2.71

注:选取部分表格数据。

表2 小麦粉检验能力比对结果表
Table 2 The results of wheat flour inspection capability comparison

实验室代码	灰分结果(%)	实验室代码	灰分结果(%)
1	0.46	7	0.49
2	0.52	8	0.52
3	0.53	9	0.58
4	0.70	10	0.51
5	0.48	11	0.55
6	0.48	12	0.28

表3 剔除离群值后用经典统计法计算的各实验室的 Z 比分数

Table 3 Z-scores of every laboratory given by classical statistics after getting rid of the outlier

实验室代码	Z 比分数	实验室代码	Z 比分数
1	-1.44	7	-0.61
2	0.22	8	0.22
3	0.50	9	1.89
4	5.22§	10	-0.06
5	-0.89	11	1.06
6	-0.89	12	-6.44§

注:注“§”的数据表示结果离群。

表4 剔除离群值后用经典统计法计算的几个重要的统计参数

Table 4 The important statistical parameters given by classical statistics after deletion of the outlier

项目	平均值 \bar{x}	标准偏差 s	变异系数 C_v
灰分	0.512	0.036	7.0%

(2)出厂检验无原始记录。极少数企业未按规定的出厂检验项目提交原始记录。

(3)检验报告格式不正确。主要表现在检验报告信息不全,检验原始记录不规范,检验报告结果与原始记录不能对应。

(4)检验人员对标准不熟悉,不按标准进行检验。如灰分测定应采用 GB/T5505-2008《粮油检验灰分测定法》,部分企业仍使用 GB/T 5505-1985《粮食、油料检验灰分测定法》。

(5)检验设备检定或校准不规范。部分企业未提供在用检验设备的检定或校准信息,可能没有按规定的进行检定或校准。

4.2 灰分检验结果偏离较大的原因分析

理论上讲,面粉的灰分指标是个恒定值,同一样品在不受污染的情况下,检验得到的结果应该在误差允许范围内。然而在比对检验中,部分企业检验结果偏离较大。分析原始记录发现可能是以下几个方面的原因^[12-15]:

(1)空坩埚未处理至恒重。按标准要求,坩埚应反复灼烧、冷却、称量,直至前后两次质量差不超过 0.0002 g,记录恒重后的坩埚质量。

(2)由于天平未放平、称量误差较大等原因,造成结果出现偏差。

(3)未严格按照标准进行操作,碳化及灰化时坩埚上没有盖盖子,可能造成损失,导致结果偏低。

(4)灰化时马弗炉温度不符合标准要求。灰化温度过高,引起钾、钠等元素的挥发损失;灰化温度过低,则灰化速度慢、时间长,造成灰化不完全,结果偏离。灰分测定时用的温度是 $550^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$,部分企业仍使用 GB/T 5505-1985,测定温度为 $500\sim 550^{\circ}\text{C}$ 。

(5)灰化时间较短,灰化不完全,造成结果偏离。

(6)冷却时未放入干燥器中,导致吸潮,造成偏差。

(7)灰分结果是以干基计,水分测定的准确度影响灰分的结果,造成偏差。

4.3 改进建议

检验能力比对是评价实验室检验能力的重要方法,参加比对的实验室应严谨、科学地对待检验工作。出现异常结果的实验室在检测过程控制、检测结果评价等方面还存在问题,需要进一步改进。建议在今后检验工作注意以下几点^[16-18]。

(1)方法评价

对检验采用的方法进行客观评价,确定方法的回收率和精密度。对检验方法的标准发生变更时,应及时组织检验人员进行理论培训和操作培训。对所用仪器设备进行评价,确保其足以满足分析要求。对于可能用到的标准物质,要提前购买,最好有两种不同来源的有证标准物质互相对照,避免因标准物质影响结果。

(2)样品分析

对待测的样品进行分析,要充分考虑样品中可能存在的干扰物的影响,确定可行的检验方案。应尽量考虑采取标准中的仲裁法进行检验,避免出现系统误差。

(3)比对样品的检测

要安排至少2个有经验的检验人员,按照标准进行样品的检验,获得具有重现性的检测结果。

(4)规范检验原始记录

根据标准要求完善出厂检验项目的检验原始记录,尽可能反映检验全过程,对测定结果和试验过程的分析,剔除检验结果中的错误和粗大误差等不合理数据,按照统计学的方法确定最终的检验结果。

(5)检验人员加强培训和业务学习

加强对检验人员的培训和业务学习,明确检验人员的权利和责任,严格对照标准学习,熟悉检验业务,熟练进行检验操作,进一步规范出厂检验报告,提高产品质量,严把质量关,避免不合格食品流入市场。

参考文献

- [1] 贾春建, 关蕾, 杨月华, 等. 试述实验室比对工作是评价检验技术水平有效措施[J]. 中国医药指南, 2013(26): 295-296.
Jia CJ, Guan L, Yang YH, *et al.* The laboratory test work is the effective measure to evaluate the technical level of the inspection[J]. Guide China Med, 2013(26): 295-296.
- [2] 李树高. 面粉灰分含量对面制品的影响[J]. 粮食与食品工业, 2008, 15(5): 17-18.
Li SG. Influence of flour ash content on flour products[J]. Grain Food Ind, 2008, 15(5): 17-18.
- [3] 罗哲定. 浅谈现代面粉生产中的质检工作[J]. 现代面粉工业, 2012(5): 17-18.
Luo ZD. Modern flour production in the quality inspection work[J]. Mod Flour Milling Ind, 2012, (5): 17-18.
- [4] 中国国家标准化管理委员会. GB/T 5505-2008 粮油检验 灰分测定法[S].
Standardization Administration of People's Republic of China. GB/T 5505-2008 Inspection of grain and oils-Determination of the ash content by incineration[S].
- [5] 王承忠. 实验室间比对的能力验证及稳健统计技术第二讲[J]. 理化检验-物理分册, 2004, 40(8): 427-428.
Wang CZ. The proficiency testing by interlaboratory comparisons and robust statistical techniques lecture No. 2 [J]. Ptca(Part: A Phys Test), 2004, 40(8): 427-428.
- [6] 武汉大学. 分析化学(第五版)上册[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006: 67-68.
Wuhan University. Analytical chemistry(fifth edition)[M]. Beijing: Higher Education Press, 2006: 67-68.
- [7] 符颖操, 罗茜. 实验室间比对结果分析统计方法的探讨[J]. 理化检验-物理分册, 2006, 42(6): 295-299.
Fu YC, Luo Q. Discussion on the statistical methods in the analysis of the results of the inter-laboratory comparisons[J]. Ptca(Part: A Phys Test), 2006, 42(6): 295-299.
- [8] 杨志强, 徐静娴, 王欠. 小麦粉产品的质量现状及对策分析[J]. 计量与测试技术, 2013, 40(8): 99-101.
Yang ZQ, Xu JX, Wang Q. Analysis of the current situation and countermeasures of quality wheat flour products [J]. Metrol Meas Tech, 2013, 40(8): 99-101.
- [9] 许筱莉, 张晓国. 食品比对检验中的问题探究[J]. 品牌与标准化, 2011, (22): 12-13.
Xu XL, Zhang XG. To explore issues than inspection of food[J]. Enterp Stand, 2011, (22): 12-13.
- [10] 龚浩如, 陶曙华, 陈英姿, 等. 中小型食品加工企业产品检验工作中存在的问题及对策[J]. 粮食科技与经济, 2012, (3): 17-18.
Gong HR, Tao SH, Chen YZ, *et al.* Problems and Countermeasures of product inspection work in small food processing enterprises[J]. Grain Sci Tech and Eco, 2012, (3): 17-18.
- [11] 瞿春芳, 杨德利, 盛燕华. 中小企业食品出厂检验困难的原因分析及解决对策[J]. 湖南农业科学, 2012, (10): 26-27.
Qu CF, Yang DL, Yan SH. The small and medium-sized enterprise

- food factory reason analysis and the solution countermeasure inspection difficult[J]. Hunan Agri Sci, 2012, (10): 26-27.
- [12] 孙艳霞. 面粉灰分检测的操作要领[J]. 面粉通讯, 2008, (5): 30-31.
Sun YX. Test procedure for ash in flour[J]. Flour Milling, 2008, (5): 30-31.
- [13] 李耀帅. 对灰分指标出现偏差的分析[J]. 面粉通讯, 2006, (6): 28.
Li YS. Analysis on the indexes of wheat flour deviation[J]. Flour Milling, 2006, (6): 28.
- [14] 黄宜新. 面粉灰分测定中的一些问题[J]. 面粉通讯, 2004, (1): 41-42.
Huang YX. Some problems in measuring Flour Ash[J]. Flour Milling, 2004, (1): 41-42.
- [15] 赵立清. 采用 550℃灼烧法测定灰分的影响因素[J]. 面粉通讯, 2006(1): 37.
Zhao LQ. Factors affecting the determination of ash content by 550℃ calcination method[J]. Flour Milling, 2006, (1): 37.
- [16] 马国胜. 破解食品生产加工环节监管瓶颈的对策与建议[J]. 科技资讯, 2013, (17): 247-249.
Ma GS. Countermeasures and suggestions to break the bottleneck of the supervision of food production and processing link [J]. Sci Tech Infor, 2013, (17): 247-249.
- [17] 王福德. 加强食品出厂检验监管的几点建议[J]. 中国质量技术监督, 2010, (9): 56-57.
Wang FD. Some suggestions on strengthening the supervision of food factory inspection[J]. China Qual Supervision, 2010, (9): 56-57.
- [18] 白洁龄, 金建军. 简论如何进一步提升食品生产企业的检验能力[J]. 现代测量与实验室管理, 2009, 17(4): 48-50.
Bai JL, Jin JJ. How to improve the testing capability of food production enterprises[J]. Adv Meas Lab Manage, 2009, 17(4): 48-50.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



申炳慧, 工程师, 主要研究方向为食品化工检测与实验室管理。
E-mail: txzjs2013@163.com