

《食品分析基体标准物质研制-通用技术要求》

编制说明

一、任务来源及规范起草经过

本规范制定任务由国家市场监督管理总局于 2021 年12 月下达全国标准物质计量技术委员会（市监计量函〔2021〕2062 号），根据全国标准物质计量技术委员会关于制定《食品分析基体标准物质研制-通用技术要求》的工作安排，由中国计量科学研究院作为主要起草单位组织修订工作。

二、编写的必要性和重要性

随着我国食品质量安全检测体系的日益健全，检测市场规模越来越大，全面保障海量检测数据的准确可靠与互认可比，成为食品质量安全检测面临的巨大挑战。食品基体标准物质/样品作为检测结果准确性保障的“标尺”，日益成为各领域的研究热点之一，有极其广阔的发展前景。我国目前近3万家检测机构，系列标准物质的普及使用，将进一步保障和支撑各检测机构数据有效性和可比性。2020年NIST的“Harnessing Measurement Science to Advance Food Safety”（利用测量科学促进食品安全 NIST SP 1251-1252）报告指出“数百万的食品安全检测都需要基体参考/标准物质和能力验证以实现质量控制，目前主要受限于基体标物尤其是可以支持多分析物和多类别方法的基本标准物质的缺乏。NIST 在未来6+years计划里，布局食品安全测量的系列标准物质、测量标准、数据库等研发，致力于成为应对食品安全挑战的领导者。

按照国家食品安全监督抽检细则，食品基体分为34大类90小类，目标物涵盖无机元素、农药、兽药、毒素、污染物等多种类型。标准物质候选物原料来源、制备、均匀性稳定性控制、定值等涉及的技术多样，影响标准物质质量水平与适用性，急需进行规范化。目前我国在一些重要领域的专门的研制技术规范包括：JJF 1646-2017 地质分析标准物质的研制、JJF 1644-2017 临床酶学标准物质的研制、JJF 1718-2018 转基因植物核酸标准物质的研制、JJF1344-2012 气体标准物质研制（生产）通用技术要求等。目前还未发布食品基体标准物质研制的计量技术规范，有必要制定相关技术规范，规范我国食品基体标准物质的研制，满足食品基体标物的市场需求。

三、编写依据

本规范主要参考以下已发布的计量技术规范，并在要求方面保持系统协调与一致：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1005 标准物质通用术语和定义

JJF 1071 国家计量校准规范编写规则

JJF 1186 标准物质证书和标签要求

JJF 1218 标准物质研制报告编写规则

JJF 1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF 1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

JJF 1645 质量控制物质的内部研制

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 35655 化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南 色谱分析

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修订本）适用于本规范。

四、工作概况

本计量规范的主要时间节点的工作内容包括：

1. 2021年1月至2021年11月：收集相关信息和查阅相关技术资料、文献，为修订规范进行准备，完成立项征集表和技术规范框架。

2. 2021年11月10日，标准物质计量技术规范2022年立项论证会，并于12月15日通过了立项，作为2021年追加立项的国家计量技术规范制修订项目。

3. 2021年12月至2022年12月规范起草组经多次研讨，形成了规范草案稿。

4. 2023年4月25日起草组内部会，进一步修改和完善了规范的草案稿，7月15日提交给全国标准物质计量技术委员会秘书处。

五、规范的主要内容与技术关键

1、适用范围

本规范规定了成分分析用食品基体标准物质的分类体系，对命名及特性值表达、研制策划以及研制过程的候选物制备、互换性评估、均匀性评估、稳定

性评估、定值、不确定度评估、包装与贮存、研制报告及证书的基本原则和要求进行规定。

本规范适用于食品中有机成分分析用标准物质的研制，也可以用于相关质量控制样品的研制，无机成分、放射性物质分析用标准物质可参考本规范。

2、食品基体标准物质分类体系

食品基体标准物质主要用于分析方法的确认评价，因此食品基体的分类，必须考虑那些主要影响分析测量的差异，即食品在化学上是如何不同的，而不是它们在生物、美食学或作为商品方面的差异。决定食物基本化学组成的主要成分是脂肪、蛋白质、碳水化合物、灰分和水分。灰分含量的变化虽然可能影响矿物质的测定，但总体上对食品中其他成分的分析方法影响较小。水分的量，同时影响许多分析程序，一般可以通过干燥或在过程中添加水来控制。因此，影响分析性能的主要成分的分析样品中脂肪、蛋白质和碳水化合物的相对含量。

美国官定分析化学家协会（AOAC International）基于脂肪、蛋白质和碳水化合物含量，提出食品基体组成成分的分类体系，即 AOAC 食品成分三角。三角形的每个顶点和边分别定义为脂肪、蛋白质和碳水化合物三种食品成分归一化含量的 100 % 和 0 %。再根据蛋白质、脂肪和碳水化合物含量将三角细分为九个区域（图 1）。将来自美国农业部食品消费调查数据库的 6675 种食物的脂肪、蛋白质和碳水化合物的归一化含量数据绘制在以干重为基础的散点图（图 2）中。对 9 个区域中的每个区域的数据进行进一步分析，以确定平均值，并确定每种食品与平均值的距离。将平均值以及每个区域的项目数绘制在图 3 中。如图所示，第 5 区包含的食物种类最多（3006 种）。

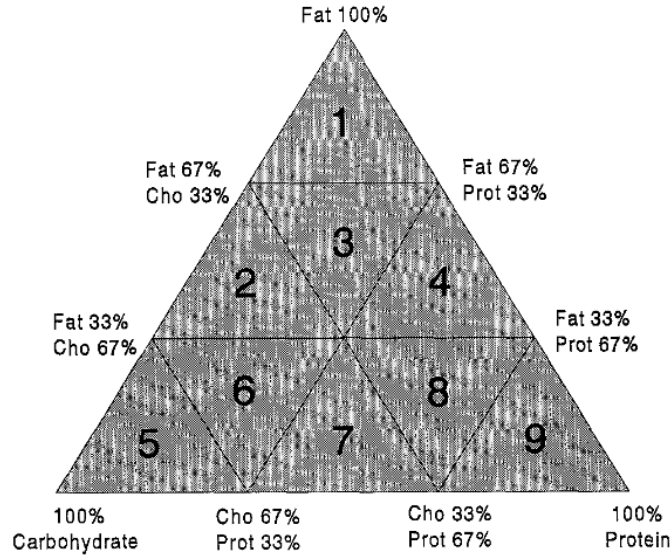


图 1 AOAC 食品成分三角 (基于脂肪、蛋白质和碳水化合物相对含量)

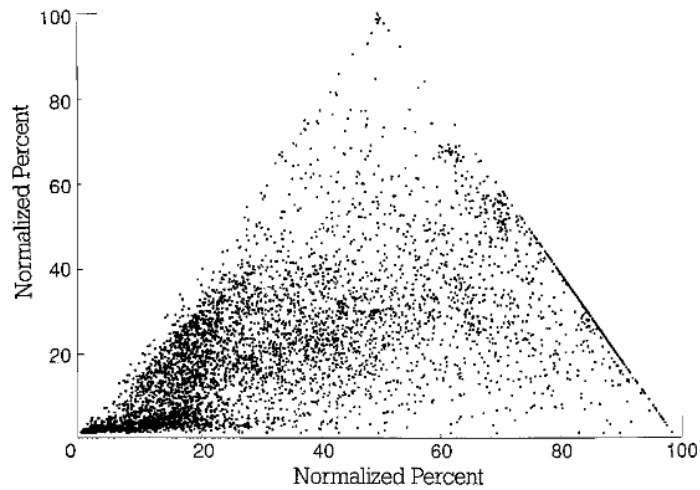


图 2 6675 种食物的脂肪、蛋白质和碳水化合物归一化含量散点图
(食物种类来自美国农业部食品消费调查数据库)

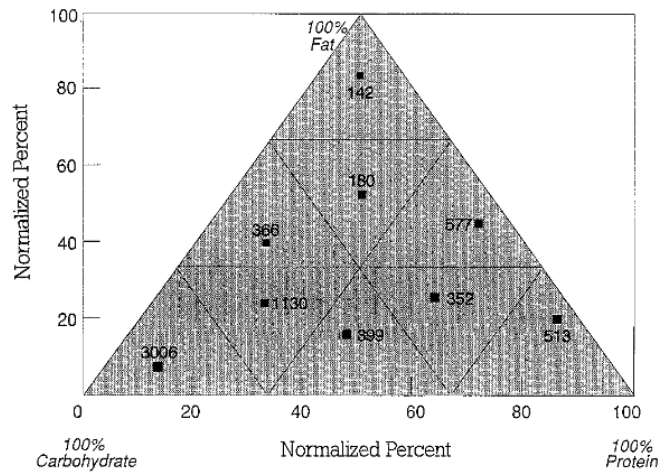


图 3 每个区域中食物种类和平均值

属于同一区域的食物在化学上是相似的，因此在分析方法上应该也是相似的。基于这种代表性，AOAC 营养标签方法国际工作组利用该分类体系在特定区域中选择一种或两种食物来代表该区域的大多数食物的属性，以方便进行分析方法验证，从而系统判断 AOAC 官方分析方法对一系列食物的适用性。

同样的方案可以用来选择一个或两个代表每个区域的食物基体，用于开发一系列代表所有食物的标准物质。在 20 世纪 90 年代和 21 世纪初，美国国家标准与技术研究院（NIST）采用了这一策略，开发了许多食物基质 CRM，特性量值覆盖有机和元素营养素以及相关成分等，以填充 AOAC 食物成分三角的 9 个部分，如多篇出版物所述 [4-9]。目前，国际计量委员会物质的量咨询委员会（CIPM-CCQM）也采用 AOAC 食物成分三角分类方法，规划食物领域有机成分分析国际计量比对与互认能力的建设。因此本规范采用国际上目前比较通用的食物基体分类系统，提出我国的食物标准物质分类体系。

3、互换性定义与评估方法

早在上世纪70年代，人们最先发现一些酶的质控品在不同的方法中的测试差异，与病人血清不同，由此提出互换性的概念，随后发现互换性的缺失也存在于非酶分析物中。物质的互换性是指“由两个测量程序测量一给定物质的特定量产生的测量结果间的数学关系，与测量常规样品的量得到的数学关系的一致程度。”

最常用的互换性评估方法为“比例法”，用两个测量程序测量一组实际病人样本，对测量结果进行拟合得到的回归关系曲线，通过测量结果与该曲线的距离计算残差SD；再用同样的两个测量程序测量参考物质，得到的量与该曲线的距离如在 $3SD$ 之内，认为改参考物质对于这两个程序具有互换性。该方法比较直观，可以同时评估多个物质，其缺点是只能在同一时间评估两种方法。

最理想的参考物质是实际样本，但从实际应用出发，常常对样本进行稳定化处理或采用替代物。经过处理后，这些参考物质的互换性很难预期，一般来讲，精密度越高的方法，对物质的互换性的要求也越高。

1) 分析物

采用动物来源的样本或添加外源性分析物的方法来制备参考物质，可能会因为分析物的不同导致互换性缺失。判断是否是分析物差异引起的互换性问题，

可以观察互换性与分析物浓度的关系。如互换性随着浓度的增大而变差，就可确认互换性缺失由分析物引起。

2) 基质效应

基质效应是影响互换性的最主要因素，它是指被测量以外的某种样品特性（以下简称为影响量）对测量及被测量的值的影响。基质效应的强弱通常与分析物浓度无关。在制备标准物质时，出于储存和运输等目的，常常添加外源性稳定剂，做冰冻或冰冻干燥等加工，经过处理的样本和新鲜样本的基质状态不一，不同程度存在基质效应。实际上，只要认可某一检测系统的基质效应可以忽略不计或由基质效应引起的误差在可接受的水平即可。基质效应有两种情况，一是影响量本身不产生测量信号，但它增大或减小被测量的测量值；另一种情况是影响量本身产生测量信号。可见，认识和解决基质效应问题需从标准物质和测量程序两方面入手，一方面使标准物质和实际样品尽量接近；另一方面，尽可能选择分析特异性较好、对基质不过分敏感的测量程序。

六、参考文献

1. Ikins W, De Vries J, Wolf WR, Oles P, Carpenter D, Fraley N, et al. A food matrix organizational system applied to collaborative studies. The Referee AOAC International. 1993;17:1-7.
2. Wolf WR. Reference materials. In: Methods of analysis for nutrition labeling. Arlington: AOAC International; 1993.
3. Wolf WR, Andrews KW (1995) A system for defining reference materials applicable to all food matrices. Fresenius J Anal Chem 352 (1-2):73-76. doi:<https://doi.org/10.1007/bf00322300>
4. Phillips MM, Sharpless KE, Wise SA. Standard reference materials for food analysis. Anal Bioanal Chem. 2013;405(13):4325-35. <https://doi.org/10.1007/s00216-013-6890-5>.
5. Sharpless KE, Colbert JC, Greenberg RR, Schantz MM, Welch MJ (2001) Recent developments in food-matrix reference materials at NIST. Fresenius J Anal Chem 370 (2-3):275-278. doi:<https://doi.org/10.1007/s002160100826>

6. Sharpless KE, Greenberg RR, Schantz MM, Welch MJ, Wise SA, Ihnat M. Filling the AOAC triangle with food-matrix standard reference materials. *Anal Bioanal Chem.* 2004;378(5):1161–7. <https://doi.org/10.1007/s00216-003-2384-1>.
7. Sharpless KE, Thomas JB, Christopher SJ, Greenberg RR, Sander LC, Schantz MM, et al. Standard reference materials for foods and dietary supplements. *Anal Bioanal Chem.* 2007;389(1):171–8. <https://doi.org/10.1007/s00216-007-1315-y>.
8. Sharpless KE, Welch MJ, Greenberg RR, Iyengar GV, Colbert JC (1998) Recent SRMs for organic and inorganic nutrients in food matrices. *Fresenius J Anal Chem* 360 (3–4):456–458. doi:<https://doi.org/10.1007/s002160050738>
9. Wise SA, Sharpless KE, Sander LC, May WE (2004) Standard reference materials to support US regulations for nutrients and contaminants in food and dietary supplements. *Accredit Qual Assur* 9 (9):543–550. doi:<https://doi.org/10.1007/s00769-004-0820-3>

国家标准物质计量技术委员会
规范编写说明