食品安全检测基体标准物质研究进展

郭玲玲[1]， 徐 慧[*2]， 匡 华[1]

（1. 江南大学 食品学院，江苏 无锡 214122；2. 江苏省理化测试中心，江苏 南京 210042）

摘要：食品基体标准物质是目标分析物和食品基体的结合，与真实检测样本的成分具有一致性，可以更好地保证测定结果的准确性和有效性。作者从食品基体标准物质的研制与分类、国内外食品基体标准物质的研制现状、存在的问题以及发展趋势进行综合阐述，以期为食品安全检测基体标准物质的研制及发展提供参考。

关键词：食品安全；食品基体；标准物质

中图分类号：TS 207.7 **文章编号：**1673-1689(2022)07-0071-13 **DOI：**10.3969/j.issn. 1673-1689.2022.07.007

Research Progress in Matrix Reference Materials for Food Safety Detection

GUO Lingling[1]， *XU Hui*[*2]， *KUANG Hua*[1]

（1. School of Food Science and Technology，Jiangnan University，Wuxi 214122，China；2. Jiangsu Physical and Chemical Testing Center，Nanjing 210042，China）

Abstract： Matrix reference materials for food safety detection are the combination of target analysis and food matrix, which is consistent with the real test sample, and can ensure the accuracy and effectiveness of the test result. In this paper, the development and classification of food matrix reference materials, its development status, current problems and the latest trends at home and abroad, were comprehensively described, which could provide a reference for the preparation and development of matrix reference materials of food safety detection.

Keywords: food safety, food matrix, reference material

标准物质(reference materials)是指具有一种或多种足够均匀和确定的特征值，用以校准测量装置、评价测量方法或给材料赋值的材料或物质[1]。作为准确量值的计量标准，标准物质在分析检测领域发挥着重要作用，用以确保检测方法以及检测数据的可靠性、可比性和可溯源性[2]。

食品分析标准物质大致可分为纯品标准物质和基体标准物质两大类。由于食品基体自身的复杂性以及目标分析物在食品中的存在形态等，采用纯品标准物质校准，往往不能有效避免基质效应等对检测结果的干扰。而将目标分析物与食品基质结合形成的基体标准物质，具有待测样本一致的物质特性，更能满足校准检测的实际需求，适用于食品分析方法的确认和质量控制，对于确保食品分析的准

收稿日期：2022-05-03

基金项目：国家重点研发计划项目(2019YFC1604803)；江苏省自然科学基金项目(BK20200598)。

作者简介：郭玲玲(1988—)，女，博士，助理研究员，主要从事食品安全快速检测研究。E-mail：guoling@jiangnan.edu.cn

*通信作者：徐 慧(1977—)，女，硕士，高级工程师，主要从事分析测试研究。E-mail：190919402@qq.com

确性和有效性具有重要意义[3-8]。

作者结合国内外食品安全检测基体标准物质的研制现状,将从食品基体标准物质的研制、分类、研究现状以及发展前景等进行综合阐述,以期为食品安全检测基体标准物质的研制及发展提供一定的参考。

1 食品基体标准物质的研制

1.1 研制路线

食品基体标准物质的研制一般包括:成分设计、候选基体制备、成分初测、均匀性评估、稳定性评估、定值、不确定度评定等步骤[9-12]。

1.2 关键技术

1.2.1 阳性样本的制备 一般采用天然阳性样本筛选或者阴性样本添加的方式进行制备。天然阳性样本筛选的工作量大,存在一定的盲目性。为了最大程度保证目标分析物的实际存在形态,往往采用模拟药物实际污染途径的方式进行制备[13-14]。如兽药基体标准物质可通过向基体动物饲喂、注射、药浴等模式,经过动物体代谢适当的时间后,进行匀浆、冷冻干燥、混匀、分装等获得,可真实反映兽药与动物基体的结合及代谢情况[15]。但由于机体吸收代谢等的差异,往往不能直接得到预期制备的浓度,需要重新制备高浓度阳性样本,或将已得到的高浓度阳性样本与空白样本按一定比例混合而得到[16-18]。

对于稳定性高且以原药自身形式存在的目标分析物,可直接通过向阴性样本添加预期浓度目标分析物的方式而获得[19]。该制备方式步骤简单、易操作,如食品添加剂基体标准物质通常可采用此方式进行制备。

1.2.2 均匀性及稳定性评估 均匀性和稳定性是标准物质的基本属性。在JJF 1343—2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》中,分别对均匀性和稳定性的定义、评估方式等进行了相关规定。

均匀性即物质个体部分之间特性量值的差异不能用实验方法检测出来,是确保标准物质定值准确的基本条件。均匀性需要考察瓶间均匀性和瓶内均匀性,随机抽样进行检测的数量一般不低于10个,一般采用单因素方差分析法进行评估。

稳定性评估一般在均匀性评估之后进行,包括短期稳定性和长期稳定性。短期稳定性一般在模拟运输及恶劣条件下进行,以对标准物质的运输条件进行考察;长期稳定性应在规定的贮存条件下进行考察,以明确标准物质的保存条件。稳定性评估的时间按照先密后疏的原则进行安排,通过回归曲线模型 $Y=\beta_0+\beta_1 X$ 判断检测数据是否有变化趋势,以进行稳定性评估。

1.2.3 定值 国际标准化组织(ISO)指南35-2006《标准物质认定的通用原则和统计学原理》、国家市场监督管理总局颁发的JJF 1343—2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》和中国合格评定国家认可委员会颁发的CNAS—GL017《标准物质/标准样品定值的一般原则和统计方法》都对标准物质定值的一般原则和统计方法进行了相关规定。

标准物质定值的基本方式有以下5种:1)单一实验室采用单一基准方法定值;2)由一个或几个实验室用两种或多种独立的参考方法定值;3)使用一种或者多种已证明准确性的方法,由多个实验室合作定值;4)利用特定方法,采用多个实验室合作的方式进行定值;5)利用一级标准物质进行比较定值(主要适用于二级标准物质)。其中,对于基体标准物质,通常倾向于采用多种测定方法和多家实验室联合定值的方式。定值测定方法要具有可溯源性,测定结果可以溯源到SI单位或规定的参考标准;选择的实验室数量通常为6~8家,均应具有一定的技术权威,且不同实验室间差异产生的原因可进行统计分析。定值检测数据应服从正态分布,再通过可疑值检验、等精度检验等对无效数据进行剔除。定值结果一般用标准值±扩展不确定度进行表示。

1.2.4 不确定度评定 标准物质的不确定度由3部分组成,包括均匀性评估引入的不确定度 u_{bb}、稳定性评估引入的不确定度 u_s 和定值过程中引入的不确定度 u_{char}。其中,定值过程引入的不确定度分为两类,一类是可通过统计学方法计算出的不确定度,称为A类不确定度(u_A),例如多个实验室联合定值的测定值差异;另一类是以非统计方法评定的不确定度,称为B类不确定度(u_B),例如溶液配制校准、样品称质量等,需要对测定全过程的各个环节入手,通过可利用的相关信息,进行科学分析判断得到。由下式可得到标准物质的合成不确定度 u_{CRM}。

$$u_{CRM}=\sqrt{(u_A^2+u_B^2+u_{bb}^2+u_s^2)}$$

将合成不确定度 u_{CRM} 乘以包含因子 k(一般取2或3,对应置信概率为95.00%或99.97%),即可得

到标准值的扩展不确定度(U_{CRM})。

2 分 类

2.1 按照分级分类

标准物质是通用术语,根据管理机构以及分级的不同,标准物质有以下多种形式:国家标准物质、国家标准样品、参考品、国内外厂家生产的标准样品。国家标准物质和国家标准样品都是有证标准物质。其中国家标准物质又分为一级标准物质(GBW)和二级标准物质(GBW(E)),经由全国标准物质管理委员会审查,由国家市场监督管理总局计量行政部门批准发布;国家标准样品(GSB)由全国标准样品技术委员会实施、监督和管理,经过国家标准化管理委员会评审、审批和发布;参考品、国内外厂家生产的标准样品物无相关部门、权威机构审核、认证和发布[20]。

标准物质和标准样品的研制程序基本相同。在大多数的情况下,两者可以相互替代、相互补充。但由于管理的不同,两者依据的法律法规有所区别。

2.2 按照原料制备工艺分类

按照原料与制备工艺的特点,基体标准物质又可分为天然基体标准物质、混合基体标准物质和加标基体标准物质3类。天然基体标准物质来源于天然样本筛选,或者通过饲喂、药浴等模拟实际药物污染方式得到。但由于天然基体物质中目标物浓度存在不能满足实际检测需求的问题,可采用将含较高浓度目标物的阳性样本与阴性样本混合得到合适浓度的阳性样本,再通过粉碎、混匀等研制过程,得到混合基体标准物质。部分检测目标物以非结合形态存在于食品中,如添加剂、农药等,可直接采用人为添加的方式制备得到预制备浓度的阳性基体样本,即为加标基体标准物质[4]。

2.3 按照目标分析物种类分类

按照目标分析物种类,食品安全检测基体标准物质又包括生物毒素、农药残留、兽药残留、重金属、持久性环境污染物、转基因、微生物、食品添加剂、非法添加物等相关标准物质。

2.3.1 生物毒素相关标准物质 生物毒素广泛存在于食品安全领域,严重危害人体健康。近些年,关于真菌毒素基体标准物质的研究已有很多[21-22]。在我国国家标准物质资源共享平台上,关于食品中生物毒素的标准物质共有51种,其中有40种单组分生物毒素(见表1),11种含两组分及多组分生物毒素(见表2),以二级标准物质为主。具体包括黄曲霉毒素B_1(17种)、玉米赤霉烯酮(12种)、呕吐毒素(脱氧雪腐镰刀菌烯醇,9种)、黄曲霉毒素M_1(8种)、交链孢毒素(2种)、伏马毒素(3种)、赭曲霉毒素A(5种)和河豚毒素(3种)。如图1(a)和图1(b)所示,涉及的食品基质以谷物(31种)为主,占比60.78%,为含真菌毒素成分的标准物质;其次为奶粉,占比15.69%,均为含黄曲霉毒素M_1成分的标准物质;此外,还有花生油、玉米油、花生酱、葡萄酒、河豚鱼肉、织纹螺肉。

表1 我国食品中单组分生物毒素标准物质信息

Table 1 Information of single component biotoxin related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10176	花生油中黄曲霉毒素B_1标准物质
2	GBW10112	面粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准物质
3	GBW10113	面粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准物质
4	GBW10114	面粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准物质
5	GBW10175	玉米油中玉米赤霉烯酮标准物质
6	GBW10176	花生油中黄曲霉毒素B_1标准物质
7	GBW(E)100384	全麦粉中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
8	GBW(E)100385	玉米全粉中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
9	GBW(E)100466	玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇成分分析标准物质
10	GBW(E)100467	玉米粉中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
11	GBW(E)100605	全麦粉中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
12	GBW(E)100608	糙米粉中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质

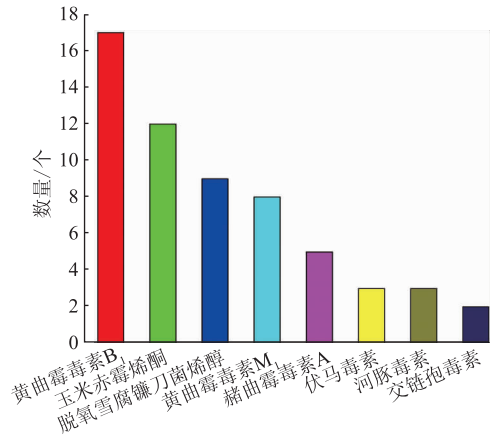
续表 1

序号	编号	基体标准物质名称
13	GBW(E)100610	玉米油中玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
14	GBW(E)100382	全麦粉中呕吐毒素成分分析标准物质
15	GBW(E)100386	玉米全粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
16	GBW(E)100469	奶粉中黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
17	GBW(E)100500	全脂奶粉中黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
18	GBW(E)100501	全脂奶粉中黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
19	GBW(E)100552	乳粉中黄曲霉毒素 M_1 残留分析标准物质
20	GBW(E)100553	乳粉中黄曲霉毒素 M_1 残留分析标准物质
21	GBW(E)100602	玉米粉中黄曲霉毒素 B_1 残留分析标准物质
22	GBW(E)100603	玉米粉中黄曲霉毒素 B_1 残留分析标准物质
23	GBW(E)100604	花生油中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
24	GBW(E)100607	糙米粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
25	GBW(E)100611	花生酱中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
26	GBW(E)100811	大米粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
27	GBW(E)100812	大米粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
28	GBW(E)100813	玉米粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
29	GBW(E)100814	玉米粉中黄曲霉毒素 B_1 成分分析标准物质
30	GBW(E)100818	全麦粉中赭曲霉毒素 A 成分分析标准物质
31	GBW(E)100819	全麦粉中赭曲霉毒素 A 成分分析标准物质
32	GBW(E)100820	全麦粉中赭曲霉毒素 A 成分分析标准物质
33	GBW(E)100834	婴幼儿配方乳粉黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
34	GBW(E)100835	婴幼儿配方乳粉黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
35	GBW(E)100836	婴幼儿配方乳粉黄曲霉毒素 M_1 成分分析标准物质
36	GBW(E)100837	葡萄酒中赭曲霉毒素 A 成分分析标准物质
37	GBW(E)100838	葡萄酒中赭曲霉毒素 A 成分分析标准物质
38	GBW(E)100839	河豚鱼肉糜中河豚毒素成分分析标准物质
39	GBW(E)100840	河豚鱼肉糜冻干粉中河豚毒素成分分析标准物质
40	GBW(E)100841	织纹螺肉中河豚毒素成分分析标准物质

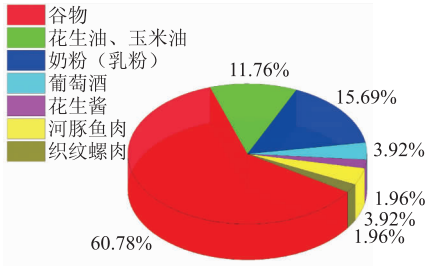
表 2　我国食品中两组分或多组分生物毒素标准物质信息

Table 2　Information of two or multicomponent biotoxin related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW(E)100383	玉米全粉中呕吐毒素和玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
2	GBW(E)100547	小麦粉(面粉)中细交链孢菌酮酸和腾毒素标准物质
3	GBW(E)100548	小麦粉(面粉)中细交链孢菌酮酸和腾毒素标准物质
4	GBW(E)100606	大米粉中黄曲霉毒素 B_1 和玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
5	GBW(E)100609	糙米粉中黄曲霉毒素 B_1 和玉米赤霉烯酮成分分析标准物质
6	GBW(E)100808	玉米粉中 6 种真菌毒素成分分析标准物质
7	GBW(E)100809	玉米粉中伏马毒素 B_1、B_2、B_3 成分分析标准物质
8	GBW(E)100810	玉米粉中伏马毒素 B_1、B_2、B_3 成分分析标准物质
9	GBW(E)100815	花生油中黄曲霉毒素 B_1、B_2、G_1、G_2 成分分析标准物质
10	GBW(E)100816	全麦粉中 4 种真菌毒素成分标准物质
11	GBW(E)100817	全麦粉中 3 种真菌毒素成分标准物质



(a)



(b)

图 1　不同生物毒素相关标准物质的数量及不同基体占比情况

Fig. 1　Number of reference materials related to different biotoxins and proportion of different substrates

2.3.2　农药残留相关标准物质　如表 3 所示，我国食品中农药残留标准物质共有 15 种，均为含多组分有机氯或拟除虫菊酯类农药的标准物质。其中，包含 3 种一级标准物质和 12 种二级标准物质，涉及的食品基体有贻贝、茶叶、浓缩苹果汁、牡蛎、鲅鱼、鸡蛋粉、牛乳粉、黄瓜粉和豇豆冻干粉。

目前，GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定了 564 种农药在 376 种食品中 10 092 项残留限量标准，涉及基体种类有谷物、油料和油脂、蔬菜、干制蔬菜、水果、干制水果、坚果、糖料、饮料类、食用菌、调味料、药用植物和动物源食品[23]。因此，农药残留基体标准物质还有很大的研制前景。

2.3.3　兽药残留相关标准物质　我国食品兽药残留标准物质共有 39 种，其中 15 种一级标准物质和 24 种二级标准物质，多为单组分基质标准物质（见表 4）。如图 2 所示，包括喹诺酮类（12 种）、氯霉素类（7 种）、瘦肉精类（7 种）、磺胺类（5 种）、硝基呋喃类（3 种）、镇静类（2 种）、孔雀石绿（2 种）和抗病毒类（1 种）；涉及的食品基质有蜂蜜、水产品、畜禽肉、牛乳粉和鸡蛋等，蜂蜜和水产品基体标准物质数量最多，分别占比 28.21%。

GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中

表 3　我国食品中农药残留标准物质信息

Table 3　Information of pesticides related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10069	贻贝中有机氯农药和多氯联苯标准物质
2	GBW10083	茶叶中农药和无机元素成分分析标准物质
3	GBW10084	浓缩苹果汁中拟除虫菊酯类农药成分分析标准物质
4	GBW(E)080540	贻贝中有机氯农药、多氯联苯、多环芳烃成分分析标准物质
5	GBW(E)080541	牡蛎中有机氯农药、多氯农药、多环芳烃成分分析标准物质
6	GBW(E)100129	鲅鱼中有机氯农药标准物质
7	GBW(E)100779	鸡蛋粉中氟虫腈砜残留分析标准物质
8	GBW(E)100842	鸡蛋粉中氟虫腈砜残留分析标准物质
9	GBW(E)100843	鸡蛋粉中氟虫腈砜残留分析标准物质
10	GBW(E)100800	牛乳粉中 γ-六六六残留分析标准物质
11	GBW(E)100801	牛乳粉中 γ-六六六残留分析标准物质
12	GBW(E)100748	黄瓜粉中毒死蜱残留分析标准物质
13	GBW(E)100749	黄瓜粉中毒死蜱残留分析标准物质
14	GBW(E)100832	豇豆冻干粉中氯氰菊酯和高效氯氟氰菊酯标准物质
15	GBW(E)100833	豇豆冻干粉中氯氰菊酯和高效氯氟氰菊酯标准物质

兽药最大残留限量》中共规定了动物性食品中阿苯达唑等 104 种兽药的最大残留限量，其中仅有 19 种兽药为有证标准物质。

表 4　我国食品中兽药残留标准物质信息

Table 4　Information of veterinary drug residues related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10150	鸡蛋液中恩诺沙星残留分析标准物质
2	GBW10151	鸡蛋液中环丙沙星残留分析标准物质
3	GBW10135	猪肉粉中克伦特罗成分分析标准物质
4	GBW10136	猪肉粉中克伦特罗成分分析标准物质
5	GBW10137	鱼肉粉中氯霉素成分分析标准物质
6	GBW10138	鸡肉粉中金刚烷胺残留分析标准物质
7	GBW10152	鸡肉粉中恩诺沙星残留分析标准物质
8	GBW10153	鸡肉粉中环丙沙星残留分析标准物质
9	GBW10167	鱼肉粉中恩诺沙星残留分析标准物质
10	GBW10168	鱼肉粉中诺氟沙星残留分析标准物质
11	GBW10169	羊肉粉中莱克多巴胺残留分析标准物质
12	GBW10170	羊肉粉中沙丁胺醇残留分析标准物质
13	GBW10216	羊肉粉中克伦特罗残留分析标准物质
14	GBW10180	蜂蜜中 4 种磺胺类药物标准物质(高浓度)
15	GBW10181	蜂蜜中 4 种磺胺类药物标准物质(低浓度)
16	GBW(E)100365	鱼肉粉中氯霉素成分分析标准物质
17	GBW(E)100364	猪肉粉中克伦特罗成分分析标准物质
18	GBW(E)100639	鸡蛋粉中氟苯尼考残留分析标准物质
19	GBW(E)100640	鸡蛋粉中甲硝唑残留分析标准物质
20	GBW(E)100531	鱼肉粉中呋喃唑酮代谢物 3–氨基–2–唑烷基酮(AOZ)残留分析基体标准物质
21	GBW(E)100532	鱼肉粉中呋喃唑酮代谢物 3–氨基–2–唑烷基酮(AOZ)残留分析基体标准物质
22	GBW(E)100638	对虾肉粉中氟苯尼考残留分析标准物质
23	GBW(E)100798	鱼肉粉中隐色孔雀石绿残留分析标准物质
24	GBW(E)100799	鱼肉粉中隐色孔雀石绿残留分析标准物质
25	GBW(E)100750	牛乳粉中磺胺二甲嘧啶残留分析标准物质
26	GBW(E)100751	牛乳粉中磺胺二甲嘧啶残留分析标准物质
27	GBW(E)100752	牛乳粉中氯霉素残留分析标准物质
28	GBW(E)100753	牛乳粉中氯霉素残留分析标准物质
29	GBW(E)100299	蜂蜜中诺氟沙星和环丙沙星成分分析标准物质
30	GBW(E)100499	蜂蜜中磺胺甲噁唑成分分析标准物质
31	GBW(E)100563	蜂蜜中诺氟沙星残留分析标准物质
32	GBW(E)100564	蜂蜜中氧氟沙星残留分析标准物质
33	GBW(E)100568	蜂蜜中甲硝唑残留分析标准物质
34	GBW(E)100569	蜂蜜中氯霉素残留分析标准物质
35	GBW(E)100570	蜂蜜中达氟沙星残留分析标准物质
36	GBW(E)100571	蜂蜜中恩诺沙星残留分析标准物质
37	GBW(E)100572	蜂蜜中环丙沙星残留分析标准物质
38	GBW(E)100073	鱼粉中 β–受体激动剂成分分析标准物质
39	GBW(E)100180	鳗鲡肌肉冻干粉中 3–氨基–2–唑酮成分分析标准物质

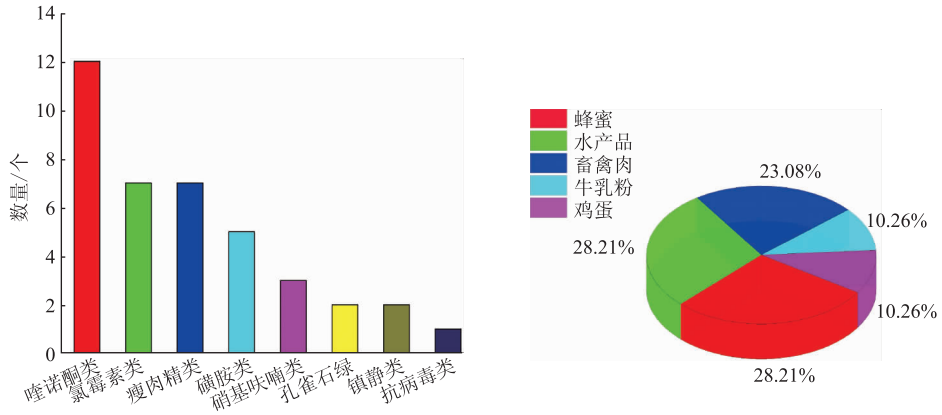


图 2　不同兽药残留相关标准物质的数量及不同基体占比情况

Fig. 2　Number of reference materials related to different veterinary drug residues and proportion of different substrates

2.3.4　重金属相关标准物质　我国重金属相关标准物质共计有 45 种，其中有 8 种一级标准物质和 37 种二级标准物质(见表 5)。重金属镉、铬、铅、汞、砷相关基体标准物质分别有 25 种、8 种、17 种、10 种、4 种(见图 3(a));涉及的食品基质有粮食、水产品、婴儿米粉、乳粉、红酒和菌类,其中粮食基质占比例最大(77.78%),共有 35 种(见图 3(b))。

表 5　我国食品中重金属相关标准物质信息

Table 5　Information of heavy metal related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10182	马铃薯粉中镉、铬、铅成分分析标准物质(低、中、中)
2	GBW10183	马铃薯粉中镉、铬、铅成分分析标准物质(中、低、高)
3	GBW10184	马铃薯粉中镉、铬、铅成分分析标准物质(高、高、低)
4	GBW10029	鱼肉中总汞与甲基汞成分分析标准物质
5	GBW10031	红酒中铅、铁、铜、锰无机成分分析标准物质
6	GBW10035	小麦粉中铅、镉、铬成分分析标准物质
7	GBW10036	玉米粉中铅、镉、铬成分分析标准物质
8	GBW10226	镉污染(富硒)大米粉无机成分分析标准物质
9	GBW(E)100341	大米粉中镉成分分析标准物质
10	GBW(E)100346	大田螺中砷、铅、镉成分分析标准物质
11	GBW(E)100377	糙米粉中铅、镉、砷成分分析标准物质
12	GBW(E)100378	糙米粉中铅、镉、砷成分分析标准物质
13	GBW(E)100379	全麦粉中铅、镉成分分析标准物质
14	GBW(E)100380	玉米粉中铅、镉、砷成分分析标准物质
15	GBW(E)100381	玉米粉中铅成分分析标准物质
16	GBW(E)100560	大米粉中汞成分分析标准物质
17	GBW(E)100561	大米粉中汞成分分析标准物质
18	GBW(E)100562	大米粉中汞成分分析标准物质
19	GBW(E)100597	乳粉中汞成分分析标准物质
20	GBW(E)100612	全麦粉中铅(低)成分分析标准物质
21	GBW(E)100613	全麦粉中铅(中)成分分析标准物质
22	GBW(E)100614	全麦粉中铅(高)成分分析标准物质
23	GBW(E)100615	全麦粉中镉(低)成分分析标准物质
24	GBW(E)100616	全麦粉中镉(中)成分分析标准物质

续表 5

序号	编号	基体标准物质名称
25	GBW(E)100617	全麦粉中镉(高)成分分析标准物质
26	GBW(E)100618	糙米粉中铬(低)成分分析标准物质
27	GBW(E)100619	糙米粉中铬(高)成分分析标准物质
28	GBW(E)100747	镉污染大米粉无机成分分析标准物质
29	GBW(E)100762	姬松茸粉中总汞、甲基汞成分分析标准物质
30	GBW(E)100763	糙米粉中总砷和无机砷成分分析标准物质
31	GBW(E)100764	糙米粉中总砷和无机砷成分分析标准物质
32	GBW(E)100765	糙米粉中总砷和无机砷成分分析标准物质
33	GBW(E)100766	海鱼粉中总汞和甲基汞成分分析标准物质
34	GBW(E)100767	海鱼粉中总汞和甲基汞成分分析标准物质
35	GBW(E)100821	大米粉中镉成分分析标准物质(Ⅰ)
36	GBW(E)100822	大米粉中镉成分分析标准物质(Ⅱ)
37	GBW(E)100823	大米粉中镉成分分析标准物质(Ⅲ)
38	GBW(E)100824	糙米粉中镉成分分析标准物质(Ⅰ)
39	GBW(E)100825	糙米粉中镉成分分析标准物质(Ⅱ)
40	GBW(E)100826	糙米粉中镉成分分析标准物质(Ⅲ)
41	GBW(E)100827	糙米粉中镉成分分析标准物质(Ⅳ)
42	GBW(E)100828	糙米粉中汞成分分析标准物质
43	GBW(E)100829	婴儿米粉中镉成分分析标准物质
44	GBW(E)100830	婴儿米粉中铅成分分析标准物质
45	GBW(E)100831	婴儿米粉中铬、砷、镉、汞、铅成分分析标准物质

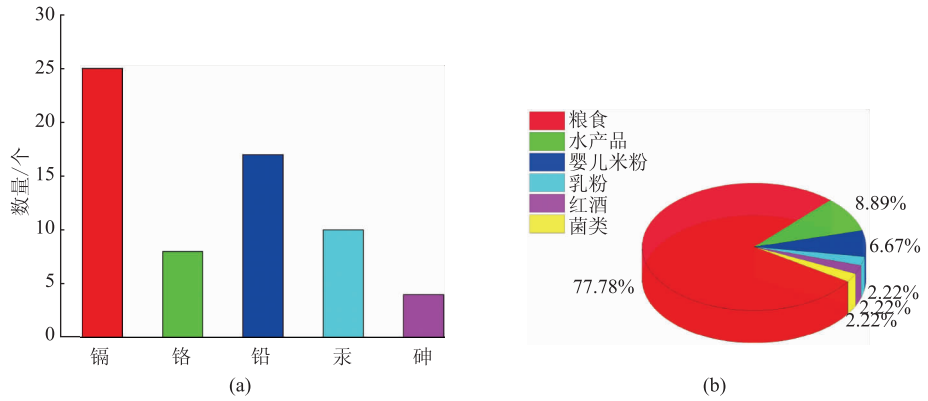


图 3 不同重金属污染相关标准物质的数量及不同基体占比情况

Fig. 3 Number of reference materials related to different heavy metal pollution and proportion of different substrates

2.3.5 持久性环境污染物相关标准物质 二噁英、多环芳烃、多氯联苯、全氟化合物等持久性环境污染物通过食物链,危害人体健康[24-27]。除表 3 中的有机氯杀虫剂标准物质外,共有 15 种食品基体标准物质,其中 6 种一级标准物质和 9 种二级标准物质,涉及的食品基质以水产品为主(见表 6)。

2.3.6 转基因产品相关标准物质 转基因作物的食用安全已引起广泛关注,各国也出台了对转基因产品监管措施[28]。近些年,我国研制转基因基体标准物质的进程加快[29-33],现共有转基因基体标准物质共 27 种,以转基因作物为主(见表 7)。

2.3.7 微生物相关标准物质 食品基体微生物标准物质以活菌类型为主,如表 8 所示,包括金黄色葡萄球菌(6 种)、菌落总数(4 种)、阪崎肠杆菌(1 种)、沙门氏菌(1 种)、大肠杆菌(1 种);涉及的食品基质以奶粉为主(9 种)、鱼粉(1 种)、淀粉(3 种)。

2.3.8 其他 除上述外,涉及的食品安全检测基体标准物质,还有非法添加物(10 种)、食品加工过程

表 6 我国食品中持久性环境污染物相关标准物质信息

Table 6 Information of persistent environmental pollutant related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10109	乳粉中二噁英、多氯联苯成分分析标准物质
2	GBW10132	牛肉粉中二噁英、多氯联苯成分分析标准物质
3	GBW10040	三文鱼中多氯联苯标准物质
4	GBW10041	金枪鱼中多氯联苯标准物质
5	GBW10042	鱼油中多氯联苯标准物质
6	GBW10069	贻贝中有机氯农药和多氯联苯标准物质
7	GBW(E)100131	鳕鱼中指示性多氯联苯标准物质
8	GBW(E)080540	贻贝中有机氯农药、多氯联苯、多环芳烃成分分析标准物质
9	GBW(E)080541	牡蛎中有机氯农药、多氯农药、多环芳烃成分分析标准物质
10	GBW(E)100130	海鲈鱼中多环芳烃标准物质
11	GBW(E)100741	鱼肉粉中二噁英及二噁英类多氯联苯成分分析标准物质
12	GBW(E)100739	鱼肉粉中全氟辛基磺酸盐成分分析标准物质
13	GBW(E)100740	鱼肉粉中 9 种全氟化合物成分分析标准物质
14	GBW(E)100844	鱼肉粉中全氟烷基化合物成分分析标准物质
15	GBW(E)100845	鱼肉粉中全氟烷基化合物成分分析标准物质

表 7 我国转基因产品相关标准物质信息

Table 7 Information of transgenic ingredients related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW10070	转基因 BT63 水稻种子粉基体标准物质
2	GBW10071	转基因 BT63 水稻种子粉基体标准物质
3	GBW10072	转基因 BT63 水稻种子粉基体标准物质
4	GBW10073	转基因 BT63 水稻种子粉基体标准物质
5	GBW10074	转基因克螟稻 2 号水稻种子粉基体标准物质
6	GBW10075	转基因克螟稻 2 号水稻种子粉基体标准物质
7	GBW10076	转基因克螟稻 2 号水稻种子粉基体标准物质
8	GBW10077	转基因克螟稻 2 号水稻种子粉基体标准物质
9	GBW10127	*kefeng 8–1* 转基因水稻种子粉状标准物质
10	GBW10128	*kefeng 8–2* 转基因水稻种子粉状标准物质
11	GBW10129	*kefeng 8–3* 转基因水稻种子粉状标准物质
12	GBW10130	*kefeng 8–4* 转基因水稻种子粉状标准物质
13	GBW10131	*kefeng 8–5* 转基因水稻种子粉状标准物质
14	GBW10143	转基因水稻 G6H1a 基体标准物质
15	GBW10144	转基因水稻 G6H1b 基体标准物质
16	GBW10145	转基因水稻 G6H1c 基体标准物质
17	GBW(E)100042	转基因大豆粉标准物质
18	GBW(E)100043	转基因大豆粉标准物质
19	GBW(E)100339	转基因大豆 MON89788 基体标准物质
20	GBW(E)100340	转基因油菜 T45 质粒标准物质
21	GBW(E)100504	转基因玉米 T25 基体标准物质
22	GBW(E)100505	转基因玉米 MIR604 基体标准物质
23	GBW(E)100506	转基因大豆 MON89788 基体标准物质
24	GBW(E)100579	转基因大豆 MON87751 基体标准物质
25	GBW(E)100684	转基因玉米 NK603 基体标准物质
26	GBW(E)100685	转基因玉米 NK603 基体标准物质
27	GBW(E)100732	转 *gl0evo–epsps* 基因大豆基体标准物质

表 8　我国微生物相关标准物质信息

Table 8　Information of microorganism related food matrix reference materials in China

序号	编号	基体标准物质名称
1	GBW(E)100045	鱼粉菌落总数标准物质
2	GBW(E)100585	奶粉中阪崎肠杆菌计数标准物质
3	GBW(E)100586	奶粉中沙门氏菌计数标准物质
4	GBW(E)100587	奶粉中金黄色葡萄球菌计数标准物质
5	GBW(E)100588	奶粉中金黄色葡萄球菌计数标准物质
6	GBW(E)100589	奶粉中金黄色葡萄球菌计数标准物质
7	GBW(E)100590	奶粉中菌落总数标准物质
8	GBW(E)100591	奶粉中菌落总数标准物质
9	GBW(E)100592	奶粉中菌落总数标准物质
10	GBW(E)091091	淀粉中金黄色葡萄球菌标准物质
11	GBW(E)091092	淀粉中金黄色葡萄球菌标准物质
12	GBW(E)091093	淀粉中金黄色葡萄球菌标准物质
13	GBW(E)091094	奶粉中大肠杆菌标准物质

产物(6 种)、食品添加剂(5 种)、地沟油检测标志物(2 种)等相关标准物质,共有 11 种一级标准物质和 12 种二级标准物质(见表 9)。

表 9　其他食品基体相关标准物质信息

Table 9　Information of other food matrix reference materials

序号	类别	编号	基体标准物质名称
1	非法添加物	GBW(E)100804	凉茶中对乙酰氨基酚分析标准物质
2		GBW(E)100805	凉茶中对乙酰氨基酚分析标准物质
3		GBW(E)100806	凉茶中双氯芬酸钠分析标准物质
4		GBW(E)100807	凉茶中双氯芬酸钠分析标准物质
5		GBW(E)100342	辣椒粉中苏丹红 I 成分分析标准物质
6		GBW10061	奶粉中三聚氰胺成分分析标准物质
7		GBW10060	奶粉中三聚氰胺成分分析标准物质
8		GBW10059	奶粉中三聚氰胺成分分析标准物质
9		GBW(E)100802	凉茶中地塞米松分析标准物质
10		GBW(E)100803	凉茶中地塞米松分析标准物质
11	食品添加剂	GBW10110	橙汁中苯甲酸、安赛蜜、糖精钠成分分析标准物质
12		GBW10111	橙汁中苯甲酸、安赛蜜、糖精钠成分分析标准物质
13		GBW(E)100369	苹果醋中安赛蜜、山梨酸和日落黄成分分析标准物质
14		GBW(E)100046	橙汁中苯甲酸、山梨酸和糖精钠成分分析标准物质
15		GBW(E)100370	苹果醋中安赛蜜、山梨酸和日落黄成分分析标准物质
16	地沟油标志物	GBW(E)100503	食用油中辣椒素、二氢辣椒素、合成辣椒素成分分析标准物质
17		GBW(E)100502	食用油中辣椒素、二氢辣椒素、合成辣椒素成分分析标准物质
18	食品加工过程产物	GBW10080	蜂蜜中 5-羟甲基糠醛成分分析标准物质
19		GBW10081	蜂蜜中 5-羟甲基糠醛成分分析标准物质
20		GBW10082	蜂蜜中 5-羟甲基糠醛成分分析标准物质
21		GBW10108	油炸薯条中丙烯酰胺成分分析标准物质
22		GBW10162	橄榄油中苯并[a]芘等 4 种多环芳烃成分分析标准物质
23		GBW10163	橄榄油中苯并[a]芘等 4 种多环芳烃成分分析标准物质

3 国外食品基体标准物质研制现状

国际标准物质数据库（International Data Bank on Certified Reference Materials，COMAR）是目前世界上最大的有证标准物质数据库，最早由法国国家试验研究所、美国国家标准技术研究院（NIST）、英国政府化学所（LGC）、德国材料检验研究院、中国国家标准物质研究中心（NRCCRM）、日本通商产业检查所、俄罗斯联邦计量研究院 7 个国家实验室签署建立。通过 COMAR 数据库查询可知，食品相关标准物质共有 384 种，涉及的食品基质有乳粉、粮食及其制品、蔬菜等，主要包含农兽药残留、重金属、真菌毒素、营养成分、放射性元素等[34-36]。

美国 NIST 是国际上最早开展标准物质研制的机构。美国 NIST 标准物质有 3 类，分别是 NIST 认证的标准物质（standard reference materials，SRM）、NIST 标准物质（RM）和可溯源的 NIST 标准物质（traceable reference materials™，NTRM™）。NIST 重视研究的系统性和代表性，运用食品中蛋白质、脂肪、碳水化合物的三角关系，选取代表性的食品基质进行研制，并通过不断地修订和补充定值，提高标准物质定值的准确性。美国 NIST 的有证食品基体标准物质数量虽然不多，但其检测指标的覆盖性较好，具备核心测量能力。欧盟标准物质以欧盟委员会联合研究中心标准物质与测量研究院（IRMM）为核心，以 BCR、ERM 或 IRMM 有证标准物质编号开头，其中有证食品基体标准物质有 191 种，在同位素、元素形态、农兽药、真菌毒素、转基因及微生物等方面具有优势和特色。

韩国标准科学研究院（KRISS）研制的标准物质以 KRISS 为标准物质编号开头，其中食品基体标准物质共 32 项，涵盖 11 类食品中共计 21 种食品基体，特征量包括有机营养物质、污染物、农兽药残留、真菌毒素、无机元素及形态。日本国家计量研究所的食品基体标准物质以无机元素及形态、农药残留和持久性有机污染物为主。

4 我国食品基体标准物质研制现状及存在问题

我国食品基体标准物质数量不少，但仍存在以下几方面的问题：

1）基体类型的覆盖面窄　如图 4 所示，现有食品基体类型多为谷物、乳粉、动物肉品等为主，蔬菜、茶叶、饮料、食用油占比很少，糕点、坚果、水果等基体标准物质为空白。

2）提供的特性量相对单一　含两种及以上特性量值的食品基体标准物质仅有 50 种。食品中化学污染物种类繁多，含多组分污染物的食品基体标准物质更能满足实际检测需求。

3）与国际先进水平相比，仍存在一定的差距　我国食品基体标准物质大部分为二级标准物质，一级标准物质有 48 种，占 23.08%；我国基体有证标准物质一般采用 6~8 家单位联合定值，而欧盟一般为 10~15 家；此外，在标准物质研制的规划设计、制备技术以及定值技术等方面也存在一定的差距。

4）由于研制规模小，无法重复制备等原因，部分食品基体标准物质出现临期或断档　以生物毒素基体标准物质为例，大部分有效期到 2022 年，另 GBW(E)100386、GBW(E)100382 等已出现断档。

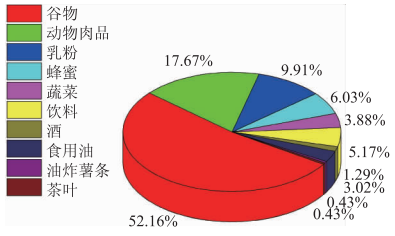


图 4　不同食品基体类型所占比例

Fig. 4　Proportion of different food matrix types

5 展　望

食品基体标准物质对于确保食品分析方法准确性，以及食品分析量值溯源链的有效性和不间断性具有重要意义。随着基体标准物质在食品安全检测中的重要作用逐步得到重视，关于食品基体标准物质的研究正逐渐增加[37-41]，除研制数量增加外，研制单位的数量也将有所增加。在产品方面，伴随高端质谱仪器的发展和普及，除需要更多痕量和超痕量基体标准物质外，多组分基体标准物质的研制也必将成为新趋势；此外，由于工业化的飞速发展，必将产生更多的污染物，需要即时制备新兴污染物的基体标准物质，以满足市场检测需求。

参考文献:

[1] 董伟博,杨海军. 食品检验机构标准物质的管理[J]. 食品安全导刊,2017,7:30-31.
[2] 张庆合. 食品安全标准物质研究动态[J]. 食品安全质量检测学报,2018,9(15):3881-3882.
[3] 刘素丽,王宏伟,赵梅,等. 食品中基体标准物质研究进展[J]. 收藏,2019,10(1):8-13.
[4] 呼念念,黎烨昕,陈冬东,等. 兽药残留分析质量控制基体标准物质研究进展[J]. 食品安全质量检测学报,2021,12(20):8242-8250.
[5] OLIVARES I,SOUZA G,NOGUEIRA A,et al. Trends in developments of certified reference materials for chemical analysis-focus on food,water,soil,and sediment matrices[J]. **TRAC Trends in Analytical Chemistry**,2018,100:53-64.
[6] 张磊. 实验室质量控制与标准物质研究动态[J]. 食品安全质量检测学报,2020,11(18):6271-6272.
[7] 李秀琴,逯海,李红梅,等. 食品安全化学计量技术与标准物质发展[J]. 食品安全质量检测学报,2018,9(15):3891-3896.
[8] ZHAO S S,ZHAO Y. Application and preparation progress of stable isotope reference materials in traceability of agricultural products[J]. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**,2021,51(8):742-753.
[9] 成长玉,钟慈平,黄丽娟,等. 黄瓜中毒死蜱残留基体标准物质的研制[J]. 食品安全质量检测学报,2020,11(18):6356-6361.
[10] 刘芳. 全蛋液中恩诺沙星药物残留基体标准物质的研制[D]. 北京:中国农业科学院,2018.
[11] 谢继安,刘柏林,赵紫微,等. 小麦粉中细交链孢菌酮酸和腾毒素标准物质的研制[J]. 中国食品卫生杂志,2021(6):716-722.
[12] 燕茹,林婧. 婴幼儿配方食品中标准物质的研究进展[J]. 现代食品,2021,27(4):66-69.
[13] ZHOU J,ZHAO Y,WANG M,et al. Production of matrix certified reference material for analysis of salbutamol residue in mutton [J]. **Microchemical Journal**,2022,175:1-7.
[14] 孙兴权,李莉,高世光,等. 己烯雌酚动物源自然基体标准物质研究进展[J]. 化学试剂,2015,37(11):1005-1008.
[15] YANG M,JIAN L,WANG M,et al. Study of a new matrix certified reference material for accurate measurement of florfenicol in prawn meat powder[J]. **Measurement**,2021,185:1-7.
[16] 段嫚雷,李兰英,李杰,等. 猪肉中磺胺类兽药残留基体标准物质高准确度定值方法[J]. 化学试剂,2019,41(3):263-269.
[17] 李珊. 鱼粉中培氟沙星药物残留分析基体标准物质的研制[D]. 北京:中国农业科学院,2021.
[18] 陈鸿飞,朱文,胡雪静,等. 水产品检测方法及标准物质现状分析[J]. 中国标准化,2020(10):212-217.
[19] 李莹. 四种食品添加剂标准物质的研制及其定量方法研究[D]. 北京:北京工业大学,2016.
[20] 王根荣,陆慧. 标准物质及其管理[J]. 化学分析计量,2004,13(6):59-62.
[21] GUO Z,LI X,LI H. Certified reference materials and metrological traceability for mycotoxin analysis[J]. **Journal of AOAC International**,2019,102(6):1695-1707.
[22] PHILLIPS M M,SEAL T M L,NESS J M,et al. Development and characterization of a multimycotoxin reference material[J]. **Journal of AOAC International**,2019,102(6):1642-1650.
[23] 薛丽,王尚君,田雨超,等. 食品中农药最大残留限量标准进展分析[J]. 食品安全质量检测学报,2021,12(22):8933-8939.
[24] XIANG Y,JIANG L,ZHOU Y,et al. Microplastics and environmental pollutants:key interaction and toxicology in aquatic and soil environments[J]. **Journal of Hazardous Materials**,2022,422:1-13.
[25] FAN X,WANG Z,LI Y,et al. Estimating the dietary exposure and risk of persistent organic pollutants in China:a national analysis[J]. **Environmental Pollution**,2021,288:1-12.
[26] FERNANDES A R,FALANDYSZ J. Polybrominated dibenzo-p-dioxins and furans (PBDD/Fs):contamination in food,humans and dietary exposure[J]. **Science of the Total Environment**,2021,761:1-18.
[27] XU S,HANSEN S,RAUTIO A,et al. Monitoring temporal trends of dioxins,organochlorine pesticides and chlorinated paraffins in pooled serum samples collected from Northern Norwegian women:the MISA cohort study[J]. **Environmental Research**,2022,204:111980.
[28] 黄耀辉,焦悦,付仲文. 日本转基因作物安全管理制度概况及进展[J]. 生物技术通报,2021,37(3):99-106.
[29] 李俊,李亮,李夏莹,等. 转基因玉米 MIR604 基体标准物质研制[J]. 作物学报,2020,46(4):473-483.
[30] 李夏莹,肖晓琳,单露英,等. 转基因大豆 MON87751 基体标准物质的定值[J]. 植物检疫,2020,34(6):67-71.

[31] 杨宇. 转基因水稻 G6H1 和转基因玉米 C00303. 5 基体标准物质研制[D]. 上海：上海交通大学，2018.
[32] 李俊，李夏莹，李亮，等. 转基因大豆 MON89788 纯品粉末标准物质的研制及定值[J]. 农业生物技术学报，2020，28(6)：1084-1095.
[33] 王颢潜，李夏莹，张丽，等. 转基因产品检测标准物质量值一致性研究进展[J]. 生物技术通报，2020，36(5)：2-8.
[34] 张影，李景. 国际标准物质数据库(COMAR)[J]. 中国标准化，2017(3)：106-108.
[35] 王莹，杨轶眉，程白羽，等. 国内外乳制品标准物质研究现状[J]. 食品工业，2018，39(9)：223-226.
[36] 陈钰，程义斌，孟凡敏，等. 国内外标准物质发展现况[J]. 环境卫生学杂志，2017(2)：156-163.
[37] SINGH K A，RAI R，NAIR S S. Review on development of assigned value microbiological reference materials used in food testing[J]. **Food Microbiology**，2022，102：1-7.
[38] CHEN W，JIN W，ZHANG Y，et al. Development of certified reference materials for four polyunsaturated fatty acid esters[J]. **Food Chemistry**，2022，389：1-8.
[39] OTAKE T，YARITA T. Internationally harmonized certified reference materials and proficiency testings for pesticide residue analysis[J]. **Journal of Pesticide Science**，2021，46(3)：297-303.
[40] CHEN Y H，QIU X L，FENG C，et al. Preparation of a reference material for tea containing five pesticide residues and its evaluation in an interlaboratory comparison study in China[J]. **Accreditation and Quality Assurance**，2022，27(2)：93-101.
[41] GUO X Q，CAI Y H，LIU H B，et al. Preparation of matrix reference material of aflatoxin M_1 in milk powder[J]. **Accreditation and Quality Assurance**，2021，26(2)：77-90.

科 技 信 息

美国拟制订保护食品免受故意掺假的缓解策略

2022 年 6 月 7 日消息，美国食品药品监督管理局(FDA)发布 2022-12361 号公告，拟制订保护食品免受故意掺假的缓解策略。上述公告在 2022 年 6 月 8 日的联邦公报上正式发布，意见反馈期为 30 日。该公告旨在解决可能故意引入食品的危害，包括通过恐怖主义行为，意图对公众健康造成各种危害。根据 FD&C 法案要求注册的国内外食品设施必须制定和实施缓解策略，以显著减少或防止在食品的可操作流程步骤中发现的重大漏洞。相关规定编入 21CFR 第 121 部分(第 121 部分)，要求负责设施的所有者、经营者或代理人必须：1)制定并实施书面食品防护计划，其中包括脆弱性评估，以确定重大脆弱性和可操作的流程步骤、缓解策略；2)通过使用适当的方法评估食品操作中的每个点、步骤或程序，对工厂生产、加工、包装或保存的每种类型的食品进行脆弱性评估，从而识别任何重大脆弱性和可操作的工艺步骤；3)在每个可操作的过程步骤中确定并实施缓解策略，以确保每个步骤的重大脆弱性将被显著减少或预防，并且工厂制造、加工、包装或保存的食品不会被掺假。根据缓解策略的性质及其在设施食品防护系统中的作用，为确保每项缓解策略得到正确实施，同时还应制定并实施食品防护监控程序、食品防护纠正措施程序、食品防护验证程序，建立和保存运行上述文件以及与人员培训相关的记录。

[信息来源]中华人民共和国海关总署.美国拟制订保护食品免受故意掺假的缓解策略[EB/OL]. (2022-6-14). http://www.tbt.org.cn/warningDetail.html?id=0468m8YDGq9EFqgPrtUwcFA3mpqTkRYVfMkvCFj