乳品检测仪器设备期间核查的理论与实践研究

王 晴，孙玉荣*，李 静，张文霞，王 斌

蒙牛乳业（衡水）有限公司，河北衡水 053000

摘 要：期间核查作为仪器设备质量管理的关键环节，是确保检测结果准确可靠的重要手段。本文聚焦乳品检测领域仪器设备的特殊性，深入探讨期间核查的重要性、实施方法及关键要点。通过阐述期间核查在保障乳品营养成分检测、污染物筛查、微生物限量测定等数据准确性中的核心作用，分析其与校准、检定的区别与联系，结合乳品检测实验室常用仪器（如高效液相色谱仪、气相色谱仪、微生物培养箱等）的实际案例，总结针对性的期间核查实施流程与常见问题解决方案，旨在为乳品行业科学规范开展仪器设备期间核查工作提供理论与实践指导，助力实验室提升质量管理水平与乳品质量安全管控能力。

关键词：仪器设备；期间核查；校准；检定；质量管理；乳品检测；质量安全

文章编号：1671–4393（2025）11–0160–07 DOI:10.12377/1671–4393.25.11.20

0 引言

在科学研究、工业生产、质量检测等诸多领域，仪器设备的准确可靠运行是获得有效数据和保证产品质量的关键。尤其在乳品检测领域，原料奶验收、生产过程监控、成品质量把关等全链条检测工作，直接关系到消费者健康与行业公信力，高效液相色谱仪（检测蛋白质、三聚氰胺等）、气相色谱仪（检测脂肪酸、挥发性有害物质等）、原子吸收分光光度计（检测重金属）、微生物培养箱等仪器设备的计量性能稳定性至关重要。

校准和检定作为确保仪器设备计量性能的重要手段，在一定周期内对仪器设备的性能进行评定。然而，在两次校准或检定之间，乳品检测仪器常因频繁使用（如日均样品检测量达数十至上百批次）、实验室温湿度波动、样品基质（如高糖、高脂样品）污染、元器件老化等原因，导致计量性能发生漂移。期间核查作为一种有效的质量控制手段，能够及时发现仪器设备在使用过程中的性能变

作者简介：王 晴（1990–），女，河北衡水人，本科，助理工程师，研究方向为食品分析与检测；
李 静（1986–），女，河北衡水人，大专，助理工程师，研究方向为食品分析与检测；
张文霞（1988–），女，河北衡水人，本科，研究方向为食品分析与检测；
王 斌（1981–），男，内蒙古乌海人，本科，研究方向为食品生产与管理。
*通信作者：孙玉荣（1980–），女，黑龙江哈尔滨人，本科，中级工程师，研究方向为食品分析与检测。

中国乳业线上阅读

化，避免因数据偏差导致不合格乳品流入市场，降低质量安全风险，在乳品检测实验室仪器设备管理中发挥着不可或缺的作用。

1 期间核查的概念与意义

1.1 期间核查的概念

期间核查是指根据规定程序，为了确定计量标准、标准物质或其他测量仪器是否保持其原有状态而进行的操作，主要通过对测量仪器的某些参数进行定期或不定期的测量、分析，将测量结果与核查标准的已知值进行比较，判断仪器设备是否偏离预定的状态，从而确认仪器设备在使用过程中是否持续满足测量要求。对于乳品检测仪器而言，期间核查需重点关注与检测项目直接相关的核心参数，如色谱仪的分离度、检测器灵敏度，微生物培养箱的温度均匀性等。

1.2 期间核查的意义

1.2.1 保证乳品检测数据准确性

乳品检测涉及营养成分（蛋白质、脂肪、乳糖）、安全指标（重金属、兽药残留、微生物）等关键项目，期间核查能及时发现仪器性能变化，避免因设备问题导致检测结果偏差，确保数据真实可靠，为乳品质量判定提供准确依据。

1.2.2 降低乳品质量安全风险

提前排查仪器潜在故障，防止因设备失效导致不合格乳品漏检、误判，减少企业经济损失与品牌声誉风险，保障消费者饮用安全。

1.2.3 适配乳品检测工作特性

乳品检测样品时效性强、基质复杂，仪器使用频率高且易受污染，期间核查可及时处理轻微故障（如色谱柱污染、传感器漂移），避免问题恶化，延长仪器使用寿命，降低设备更换成本。

1.2.4 满足乳品行业合规要求

在实验室CNAS认可、食品检验机构资质认定（CMA）及乳品企业质量管理体系（如ISO 22000）运行中，期间核查是核心质量控制环节，助力实验室满足GB 2760、GB 2763等乳品相关国家标准要求，提升质量管理水平。

2 期间核查与校准、检定的区别与联系

2.1 区别

2.1.1 目的

校准的目的是确定测量仪器示值误差，给测量仪器赋值，实现溯源性，不判断仪器是否合格；检定的目的是对测量仪器的计量特性及技术要求进行全面评定，判断仪器是否合格；期间核查的目的是在两次校准或检定之间，针对乳品检测仪器的使用强度与样品特性，验证仪器是否保持校准或检定时的状态，尤其保障核心检测项目（如三聚氰胺、黄曲霉毒素M_1）的测量精度，以保持对设备性能的信心。

2.1.2 实施周期

校准和检定的周期一般根据相关标准、规范或仪器设备的使用频率、稳定性等因素确定，周期相对较长（如半年至1年）；期间核查的周期则结合乳品检测工作特点灵活调整，对于高效液相色谱仪（检测兽药残留）、微生物培养箱等使用频繁、对检测结果影响重大的仪器，可缩短至每月1 次，对于使用频次低的辅助仪器（如电子天平），可延长至每季度1 次。

2.1.3 实施方式

校准和检定通常由具备相应资质的外部计量技术机构进行；期间核查一般由乳品检测实验室内部人员在现场进行，利用与乳品检测项目匹配的核查标准（如乳品专用标准物质）快速完成，适配实验室批量样品检测的时效性需求。

2.1.4 判定结论

校准不判定仪器设备是否合格，只出具校准证书并给出示值误差等校准结果；检定对仪器设备的计量特性进行全面评定，根据检定规程判定仪器设备是否合格，出具检定证书或不合格通知书；期间核查主要判断乳品检测仪器是否偏离预定状态，若

中国乳业线上阅读

出现异常（如检测标准样品的结果超出允许误差范围），需立即暂停使用，排查样品污染、仪器维护等乳品行业特有的影响因素，并采取相应措施。

2.2 联系

校准和检定是期间核查的基础，通过校准和检定确定乳品检测仪器的计量性能，为期间核查提供与乳品检测项目对应的参考标准和依据（如针对乳品中蛋白质检测的校准值）；期间核查是校准和检定的补充，在2 次校准或检定之间对仪器设备的状态进行监控，确保仪器设备在乳品全链条检测中持续满足测量要求，三者共同构成完整的乳品检测仪器计量管理体系，保障检测数据的准确性和可靠性。

3 期间核查的实施方法

3.1 确定需进行期间核查的仪器设备

并非所有仪器设备都需要进行期间核查，应根据仪器设备的重要性、使用频率、稳定性、对测量结果的影响程度等因素综合判断，结合乳品检测实验室“全链条质量管控”特性，重点聚焦与乳品安全、营养指标检测直接相关的设备。

一般来说，对乳品检测结果准确性影响较大、使用频繁、性能不稳定、贵重的仪器设备应列为期间核查的重点对象，主要包括：

核心检测仪器：高效液相色谱仪（检测三聚氰胺、食品添加剂）、气相色谱仪（检测农药残留、挥发性有害物质）、原子吸收分光光度计（检测铅、铬、汞、砷等重金属）、微生物培养箱（致病菌培养）、酶标仪（乳品毒素快速检测）、乳成分分析仪（检测蛋白质、脂肪）。

关键辅助仪器：电子天平（乳品样品称量）、pH计（乳品酸度检测）。

3.2 选择核查标准

核查标准应具备性能稳定、可溯源性、便于操作等特点，且需适配乳品检测项目的特性，确保与被核查仪器的检测参数、乳品基质特性相匹配。核查标准可以是标准物质、标准样品、性能稳定的仪器设备或实物量具等，具体选择如下：

标准物质：优先选用国家有证标准物质，如三聚氰胺标准物质、铅单元素溶液标准物质、pH标准缓冲溶液（适配乳品酸度检测的4.00、6.86、9.18系列）；

标准样品：采用乳品行业专用质控样品，如有标准值的质控样、同批次均质乳品留样；

其他标准：性能稳定的同类仪器（如两台同型号乳成分分析仪比对）、实物量具（如F1级、E2级标准砝码用于电子天平核查）。

3.3 制定期间核查方案

期间核查方案应结合乳品检测的行业规范（如GB 5009系列乳品检测标准、ISO 22000食品安全管理体系要求），明确核查目的、核查对象、核查标准、核查方法、核查周期、核查人员、记录与报告等核心内容，确保方案兼具合规性与实操性。

核查目的：针对性验证仪器设备在乳品检测场景下的性能稳定性，确保检测结果符合乳品安全国家标准及企业质量控制要求，如保障原料奶验收、生产过程监控、成品出厂检测等环节的数据准确；

核查对象：明确仪器名称、型号、唯一性编号；

核查方法：根据乳品检测仪器特性和检测项目制定核查方法，如液相色谱仪选择一种常用检测项目的标准品或《JJG 705—2014液相色谱仪》检定规程中所要求的标准试剂作为定性、定量重复性的检测试剂，并保证试剂配制准确；

核查周期：结合乳品检测频次和仪器使用强度调整，核心检测仪器（如高效液相色谱仪、微生物培养箱）每半年1 次；关键辅助仪器（如电子天平、pH计）每年1 次；稳定性好且使用频次低的仪器可延长至每年或每2年1 次；

核查人员：明确核查人员需具备乳品检测仪器操作资质并授权，熟悉仪器操作规程，负责核查实施、数据记录与异常反馈。

中国乳业线上阅读

3.4 实施期间核查

按照制定的期间核查方案，由设备操作授权人按照核查方法对仪器设备进行核查，按照要求规范操作。

前期准备：核查前需确保仪器可正常运行（如液相色谱仪平衡色谱柱），并确保实验室环境符合仪器检测运行要求（如温度20~30 ℃、湿度10%~70%，避免粉尘、异味干扰）；

操作实施：严格按照乳品检测标准流程和仪器操作规程操作，如乳样前处理需按照检测方法沉淀蛋白、离心、过滤等，仪器参数设置需匹配检测项目（如高效液相色谱仪检测三聚氰胺时的流动相比例、流速、检测波长）；

数据记录：实时记录测量数据及关键信息，包括实验室温湿度、仪器参数、测量结果（如峰面积、保留时间）等。

3.5 数据分析与判定

将期间核查获得的数据进行分析，结合乳品检测的允许误差范围，将测量结果与核查标准的已知值进行比较，计算测量结果的误差或偏差（如色谱峰面积的相对标准偏差）。

根据预先设定的判定准则（参考乳品检测国家标准、仪器说明书及企业质控要求），判断仪器设备是否保持原有状态：

合格判定：若测量结果在允许误差范围内（如高效液相色谱仪定性重复性RSD6≤1.0%，定量重复性RSD6≤3.0%），且符合GB 5009系列标准要求，表明仪器设备处于正常状态，可继续用于乳品检测；

不合格处置：若测量结果超出规定的允许误差范围，需立即分析检测存在的问题原因，如样品基质污染（样品混淆污染）、标准溶液配制（乳品专用标样降解）、仪器参数漂移（液相色谱仪色谱柱堵塞），并采取相应的纠正措施（如更换样品基质、重新配制标准溶液、冲洗/更换色谱柱），待验证纠正措施有效后，方可恢复使用。

若测量结果在允许的误差范围内，则表明仪器设备处于正常状态，可以继续使用；若测量结果超出允许误差范围，则应分析原因，采取相应的纠正措施，如重新校准、维修仪器设备等，并对纠正措施的有效性进行验证，验证符合后可正常使用。

3.6 记录与报告

期间核查过程中应做好详细的记录，记录内容需满足乳品行业质量追溯要求，包括核查方法、原始测量数据、数据分析结果、判定结论、异常情况处理等，确保记录清晰、准确、完整，具有可追溯性（关联对应乳品检测批次的样品编号、生产日期）。

核查结束后，应及时编制期间核查报告，报告内容应包括核查目的、核查对象、核查标准、核查方法、核查时间、核查人员、测量数据、数据分析与判定结论、异常情况处理措施等。

4 期间核查实施中的常见问题及解决方案

4.1 核查标准选择不当

问题表现：选择的核查标准不能满足期间核查的要求，如针对乳品中三聚氰胺、苯甲酸等特征指标检测时，核查标准的准确度不足、稳定性差，或与乳品检测专用仪器（如高效液相色谱仪）的检测量程、响应特性不匹配，导致无法准确判断仪器对乳品关键指标的检测稳定性。

解决方案：深入了解乳品检测仪器的计量特性（如气相色谱仪对乳品中挥发性脂肪酸的分离效率）和检测项目要求，结合乳制品（发酵乳、乳粉、液体乳）的基质特点，选择适配的核查标准。例如，选用有证标准物质[（如GBW（E）系列乳品成分标准样品]作为核查标准，确保其与日常检测样品的基质类型、浓度范围一致。定期对核查标准进行校准或检定，保证其计量性能可靠性。

中国乳业线上阅读

4.2 核查方法不合理

问题表现：采用的核查方法不能有效反映仪器设备的检测性能变化，如对乳成分分析仪仅进行单点浓度核查，未覆盖生乳、脱脂奶等不同基质样品的检测需求；或操作流程未结合乳品检测的特殊性（如样品前处理需脱脂、除蛋白），导致方法可操作性差。

解决方案：根据乳品检测仪器的特点（如原子吸收分光光度计用于乳品中重金属检测）和实际使用场景，制定科学合理的核查方法。参考GB 5009系列乳品检测国家标准、NY/T 乳品行业标准，结合实验室设备操作规程标准，明确核查参数（如乳成分分析仪的脂肪、蛋白质、乳糖检测重复性，高效液相色谱仪对三聚氰胺的保留时间稳定性）。确保能及时发现仪器对乳品关键指标的检测性能变化。

4.3 核查周期设置不合理

问题表现：核查周期过长，不能及时发现仪器设备的性能变化；核查周期过短，增加了工作量和成本。

解决方案：综合考虑仪器设备的使用频率、稳定性、对测量结果的影响程度等因素，合理设置核查周期。对于新购置的仪器设备、使用频繁或性能不稳定的仪器设备，应适当缩短核查周期为每月或每季度；对于使用不频繁且性能稳定的仪器设备，可适当延长核查周期为每年或每两年。同时，根据期间核查的结果和仪器设备的实际使用情况，对核查周期进行动态调整。

4.4 人员操作不规范

问题表现：核查人员对乳品检测仪器的期间核查方法和操作规程不熟悉，如未掌握乳成分分析仪的校准曲线调用流程、高效液相色谱仪对乳品中三聚氰胺的检测条件设置，导致测量数据不准确；或未严格遵循乳品检测的无菌操作要求（如微生物检测仪器的核查），影响期间核查结果可靠性。

解决方案：加强核查人员的乳品专业培训，内容涵盖乳品检测仪器的原理（如近红外光谱仪对乳成分的光谱响应机制）、性能参数（如气相色谱仪的柱温程序要求）、操作方法，核查标准（如有证标准物质）的使用和维护，以及检测数据的处理和分析（如异常值判断、RSD计算）。通过理论培训（结合GB 2760、GB 2763等乳品安全标准）和实际操作演练（如模拟样品的核查流程），提高核查人员的专业技能和操作规范性，确保期间核查工作质量。

4.5 记录与报告不规范

问题表现：期间核查记录不完整、不准确，报告内容不规范，缺乏可追溯性。

解决方案：制定规范的期间核查记录和报告格式，明确记录和报告的内容要求。有设备相应SOP标准的按照SOP中核查模板开展期间核查。核查人员应认真填写记录，确保数据真实、准确、完整。在编制报告时，应严格按照规定的格式和内容要求进行撰写，对期间核查过程和结果进行详细描述。同时，加强对记录和报告的审核与管理，定期对记录和报告进行检查和归档，保证其可追溯性。

5 案例分析

5.1 案例背景

某乳品实验室的一台高效液相色谱仪（HPLC），主要用于液态奶、乳粉等样品中三聚氰胺、防腐剂等关键安全指标的检测，该仪器每日检测样品量达30~40 批次，使用频率高，且检测结果直接作为产品合格判定依据，对测量准确性要求极高。为确保其在2 次校准之间的检测性能稳定，避免因仪器漂移导致乳品安全风险，实验室决定对其进行期间核查。

5.2 期间核查实施过程

5.2.1 确定核查标准

中国乳业线上阅读

选择1 瓶有证标准物质，分别为三聚氰胺标准溶液（浓度2.0 μg/kg），标准物质的成分、浓度范围与日常检测的乳品样品一致，且具有良好的稳定性和溯源性，适配HPLC的检测量程和响应特性。

5.2.2 制定核查方案

采用重复性测量方法，进行多次进样分析，测量其峰面积和保留时间。结合乳品检测的实际工作流程，核查周期设定为每月1 次，由经过乳品检测专业培训的分析人员操作。记录每次测量的峰面积、保留时间、仪器参数（如流动相比例、柱温、检测波长），并编制包含乳品检测项目、样品类型的期间核查记录表和报告模板。

5.2.3 实施期间核查

按照核查方案，在相同仪器条件下，对标准溶液分别进行6 次重复进样分析，严格控制环境温度（10~30 ℃）和湿度（10%~70%），避免影响标准物质稳定性和仪器响应，详细记录每次测量数据。

5.2.4 数据分析与判定

计算6 次测量结果的平均值、标准偏差（SD）和相对标准偏差（RSD）。根据乳品检测仪器的技术指标要求，仪器检测定性重复性RSD6≤1.0%，定量重复性RSD6≤3.0%。将计算结果与允许范围比较，若RSD在范围内，则判定仪器处于正常状态；若超出范围，则进一步检查仪器运行状态。

5.2.5 记录与报告

将测量数据、计算过程和判定结论详细记录在期间核查记录表中，编制期间核查报告。报告重点分析仪器检测稳定性，若出现异常，结合检测特点提出处理措施和建议（如更换色谱柱、优化流动相比例）。

5.3 案例结果

通过3 个月的期间核查，发现该HPLC在第3次核查中，仪器定量RSD达到4.2%，超出允许范围。经分析，由于长期检测乳品样品（含蛋白质、脂肪等基质），色谱柱污染导致分离效率下降，进而影响检测稳定性。实验室及时对色谱柱进行冲洗维护，更换污染严重的色谱柱后，重新进行期间核查，仪器定量RSD降至1.8%，恢复正常范围。该案例表明，针对乳品检测仪器的期间核查，能够及时发现因乳品基质污染、高频使用导致的仪器性能漂移，采取针对性措施解决，保证乳品关键安全指标检测结果的准确性和可靠性，降低乳品安全风险。

6 结论

仪器设备期间核查作为仪器设备计量管理的重要环节，对于保证乳品检测结果（如成分指标）的准确性和可靠性、降低食品安全风险，满足《GB/T 27025—2019检测和校准实验室能力的通用要求》及乳品行业质量管理体系（ISO 22000、HACCP）要求具有重要意义。通过明确乳品检测场景下期间核查的概念和意义，理清其与校准、检定的区别与联系，掌握适配乳品仪器（如乳成分分析仪、HPLC、气相色谱仪）和检测项目（如三聚氰胺）的实施方法，解决实施过程中的常见问题，并结合乳品专用仪器的实际案例分析，可为乳品实验室规范开展期间核查工作提供针对性指导。

参考文献

[1] 国家市场监督管理总局，国家标准化管理委员会. GB/T 27025–2019 检测和校准实验室能力的通用要求[S].

[2] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1069–2012 法定计量检定机构考核规范[S].

[3] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1094–2002 测量仪器特性评定[S].

[4] 国家认证认可监督管理委员会. 实验室资质认定工作指南（第2版）[M]. 北京：中国计量出版社，2007.

[5] 国家认证认可监督管理委员会. 实验室资质认定评审准则[Z]. 2006.

[6] 刘彩云，崔祥柱，谢东. 关于实验室仪器设备的期间核查[J]. 现代测量与实验室管理，2008，16（2）：45–46.

[7] 李芬. 期间核查在水质分析实验室中的运用[J]. 科技情报开发与经济，2008，18（32）：155–156.

[8] 任一力. 环境监测仪器设备的期间核查[J]. 环境监测管理与技术，2005，17（5）：43–44.

[9] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. GB 5009.240–2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素M族的测定[S].

中国乳业编辑部

[10] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. GB 2760–2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
[11] 中华人民共和国农业农村部，国家卫生健康委员会，国家市场监督管理总局. GB 2763–2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
[12] 中华人民共和国农业农村部. NY/T 800–2021 生鲜乳生产和质量安全管理规范[S].
[13] 王莉. 期间核查在乳品检测实验室中的应用实践[J]. 中国乳品工业，2019，47（8）：56–58.

Theoretical and Practical Research on Intermediate Verification of Dairy Testing Instruments and Equipment

WANG Qing，SUN Yurong*，LI Jing，ZHANG Wenxia，WANG Bin
Mengniu Dairy（Hengshui）Co.，Ltd.，Hengshui Hebei 053000

Abstract：Intermediate verification，as a key link in the quality management of instruments and equipment，is an important means to ensure the accuracy and reliability of test results. Focusing on the particularity of instruments and equipment in the dairy testing field，this paper explored in depth the importance，implementation methods，and key points of intermediate verification. By elaborating on the core role of intermediate verification in ensuring the accuracy of data such as dairy nutritional component detection，pollutant screening，and microbial limit determination，analyzing its differences and connections with calibration and verification，and combining practical cases of commonly used instruments in dairy testing laboratories（such as high-performance liquid chromatographs，gas chromatographs，microbial incubators，etc.），this paper summarized the targeted implementation process and common problem solutions of intermediate verification. The aim was to provide theoretical and practical guidance for the scientific and standardized implementation of intermediate verification of instruments and equipment in the dairy industry，and help laboratories improve their quality management level and dairy quality and safety control capabilities.

Keywords：instruments and equipment；intermediate verification；calibration；verification；quality management；dairy testing；quality and safety

▲上接159页

（teat dipping， equipment surfaces， personnel passages），integrated with IoT sensors for real-time monitoring of key parameters. Practical results demonstrate that these measures can significantly reduce total bacterial count by 91.3%，decrease equipment wear by 32%，and increase cleaning compliance rate to 98%，effectively controlling the risk of mastitis and providing reliable technical and managerial support for reducing operational costs and improving milk quality.

Keywords：large-scale dairy farms；milking equipment；cleaning and disinfection；common problems；intelligent management

中国乳业线上阅读