

化学检测实验室质量控制方法探讨

闭 聪

(广西工程技术研究院有限公司, 广西 南宁 530000)

摘 要 本文的目的在于介绍化学检测实验室的质量控制方法和方式,应用统计学技术来分析检测过程中的误差,控制与检测有关的各个环节,以确保检测结果的准确性和精确度。通过质量控制计划、能力审核、实验室比对、测量核对、空白试验、实验室样品控制等方法,可以确保实验室检测结果的正确性和可信度,发现和解决实验室中存在的误差和问题,提高实验室之间数据的一致性,监测实验室内部的质量控制水平,检测实验室中的背景污染,确保实验室的精密度和准确度,并直观反映实验室数据的稳定性和可控性。

关键词 化学方法; 检测手段; 实验室; 质量控制

中图分类号: TQ0

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2023)08-0103-03

化学检测实验室的质量控制方法,包括质量控制计划、能力审核、实验室比对、测量核对、空白试验、实验室样品控制等方法。这些方法有助于实验室提高检测准确性和可靠性,满足认可准则和应用要求,并达到实验室的质量目标,为客户提供更精确、可信的服务,并推动实验室质量目标的达成。文章重点介绍测量审查的作用、能力验证的重要性、质量控制计划的关键性、实验室控制样品的方法、实验室间比对的便捷性、留样再测的核实方法、空白试验的检测手段、比对和加标回收的检测精密度和准确度,以及质量控制图的直观反映实验室数据的稳定性和可控性。

1 实验室质量控制概述

实验室的质量控制分为内部质量控制和外部质量控制两方面。利用实验室外部手段进行能力验证、测量审核和实验室间比对等措施来保证检测结果的正确性和可信度,称为外部质量控制。在实验室内部采取措施以确保检测结果有效性的称为内部质量控制,包括质量控制计划、能力审核、实验室比对、测量核对、空白试验、实验室样品控制等。实验室内部比对可采用人员之间的比对、标准样品的核对、方法的比对、设备之间的对比等多样化的方法。针对实验室质量控制,需要制定相应的计划并采用适当的方法进行控制和评价。在重复分析方面,常用控制图技术进行分析和处理。因此,掌握实验室质量控制的主要内容和方法对于保证检测结果的正确性和稳定性是非常重要的。

2 质量控制计划

确保检测结果准确可靠,建立实施质量控制计划至关重要。在质量控制计划中,应该列明检测项目和质控方式,并明确质量控制的频率、限制值以及应采

取的措施。实验室必须遵循质量控制计划和程序,以提高整体质量水平^[1]。

3 能力验证和测量审核

能力验证是实验室外部质量控制的重要手段之一,目的是评价实验室的检测能力。参与实验室可以通过中国合格评定国家认可委员会官方网站上的年度能力验证计划进行查询,选择适当的项目进行参加。实验室领取样品进行检测,并在规定时间内将结果反馈给能力验证组织机构。能力验证组织机构统计和分析这些结果,并制作能力检验结果的报告。实验室应该根据报告进行评价和改进,从而改善其检测能力,以提高其检测水平。实验室在参与能力测试的时候,如果发现结果比较可疑,应当舍弃实验结果并进行重测,并及时查询出现可疑结果的问题原因。如果实验室在能力验证中获得不合格的结果,应该对原因进行分析,并采取纠正措施进行改进。这些措施可以帮助实验室提高检测样品的能力,从而提高服务质量,确保检测结果的正确性和稳定性。参与能力验证是外部质量控制的一种非常有效且效率高的方式,可以及时对实验室的检测能力进行监控,从而能够及时地发现并解决问题。然而,由于能力验证计划的限制,有些实验室的检测有可能并不在计划内,从而无法评估其实验室能力,因此可以通过测量审核来填补这一缺陷。实验室可以通过参加资质认定的检测机构组织的测量审核来提高自身的检测能力。测量审核可视为一种“一对一”的评价,可以弥补能力验证计划的不足。

4 实验室间比对

实验室间比对指的是多个实验室之间按照预先设定的条件和环境对相同或相似样品进行测试或检测,

从而进行评价和实施的过程。实验室间比对有两种方式,一种是以参与者身份参加,另一种是自主组织。在选择比对实验室时,应尽量地选择已获得资质认定或行业内权威的实验室。这类实验室更具说服力,通过这种方法可以及时地发现不同实验室之间存在的问题和差异,从而能够起到及时查询问题原因并及时解决的作用。相比能力验证,实验室间比对更加灵活,因此是实验室常用的外部质量控制手段之一。

5 实验室样品控制(LCS)

5.1 LCS的概述

实验室间比对是一种比较常用的外部质量控制方法,旨在通过两个或两个以上的实验室对相同或同类样品进行测量或检测,从而对比检测的效果,来识别实验室存在的问题和实验室之间的差异。比对方式包括自主组织和以参与者身份参加,比对实验室应当选择获得资质认定或行业内权威的实验室。实验室间比对这种方法比较灵活,能够通过检测及时地发现问题,观察到与其他实验室的差异,这种方法是确保实验室质量的一个非常重要的手段。

5.2 LCS的应用

LCS(Laboratory Control Sample)的意思是使用标定浓度的分析样品,在实验室的质量控制中检测这个样品,从而评估实验室对检测结果的正确性和精确度。这种方法除了能在质量控制中进行使用,还可以用于方法的稳定性研究、专业人员的技能考核、设备检查等方面。如果LCS的测试结果表明检测水平稳定可控,可以减少测试频率。此外,标准样品或标准物质也可以作为特殊的LCS使用。

6 留样再测

留样再测是一种内部质量控制方法,用于验证检验结果数据的正确性和稳定性。该方法通过在不同时间对相同的样品进行二次检测,从而能够对两次测试结果进行对比,从而进行一致性评价来检验过程。两次分析一般会以扩展不确定度或标准方法的再现性来进行结果评估^[2]。如果两次测试结果达到了要求,则说明本次测试是合格的,相反则说明需要查明原因并进行校正,如果很难对这两样因素进行确定,则可以通过参考允许差来进行,允许差是用过平行试验得到的,这样也能够评价,其实就是要求两次检测结果的平行试验的允许差不小于绝对差值即可。

7 空白试验

7.1 空白试验概述

空白试验是用于校正样品测定值的实验,能够消除环境污染和试剂污染等因素的影响,以保证分析结

果的准确性和可靠性。该实验的操作步骤与样品分析相同,但不加入样品,而是使用纯水或其他无需测定的物质代替样品进行分析。通过比较空白试验的结果与实际样品测试结果的差异,可以计算出校正因子,用于修正因试剂、仪器误差和滴定终点等因素导致的误差。这种方法能够大幅提高实验的准确性和精度,是实验室常用的内部质量控制手段之一^[3]。

7.2 在日常实验室质量控制中的运用

空白试验一般情况下要与样品测定同时做实验,以校正样品测定中试剂、仪器误差和环境污染等因素带来的影响,以确保分析的正确性和可信度。每20个样品或每制备一批样品在测试的时候都会进行相应的空白试验作为对照,每次测定2个平行样品和2个平行空白样品。如果试剂空白的值相对稳定,可以进行多次重复测定并计算平均值,以此来校正检测结果。当空白试验的平行测定相对误差大于等于50%、超过正常值,或者超过方法确认时的空白控制限时,可能存在样品污染或其他问题,这时需要查找原因并采取措施解决。可能的原因包括实验室环境污染、试剂或仪器污染、实验操作不当等。解决方法包括对实验室环境进行清洁、更换试剂或清洗仪器、检查实验操作流程等。如果无法解决问题,应及时通知主管或质量控制部门。

8 加标回收

8.1 加标回收概述

加标回收试验是一种定量分析方法,用于检测所要测得样品中所要组分的含量。在这个实验中,实验员会在待测样品中加入已知量的标准物质来测定待测组分,并在相同条件下进行测试。通过比较加标物质的实际检测值与添加量之比,可以计算待测样品中待测组分的含量,并评估分析方法的准确度和可靠性。该试验也可用于评估实验人员的技术水平。

8.2 加标回收试验的作用

加标回收试验是一种常用的质量控制方法,可用于检验分析方法中的系统误差。该试验的方法是向待测样品中添加已知浓度的标准物质,然后对待测物质和标准物质在相同的条件下进行测定。通过测定加入的标准物质的质量与加入量之间的差异,可以评估分析方法中的系统误差,并判断所使用的方法是否适用于该样品的测定。加标回收试验可用于评估分析方法的准确性和可靠性,并可以帮助实验人员提高技术水平,提高实验结果的准确性和可靠性。

8.3 加标水平

进行化学检测前,需要进行加标回收试验以检查

系统误差,并确定所选方法是否适用于该样品的测定。为了确保分析的准确性,规定在制备每批样品、每类样品或每 20 个样品的时候,都要最少进行一次加标回收试验。这些要求在 CNAS-CL01-A002《检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明》中都有比较详细的说明^[4]。

在《实验室质量控制规范食品理化检测》(GB/T 27404-2008)中规定,进行回收率试验时需要进行三个水平的试验。为保证检测结果的正确性和可信度,试验可以针对禁用物质和已制定最高残留限量(MRL)的物质进行三个条件的测试,包括测定方法最低界限、适当的水平和 MRL 等。对于未制定最高残留限量的物质,试验可以选择常见限量指标和适当的水平进行测试,这种试验可以确保结果的准确度和可靠性。

9 比对试验

实验室内部比对是一种质控手段,用于验证实验室的分析结果是否具有可重复性和可复现性,包括设备比对、方法比对、人员比对和留样再测等方式。通过这些方法,可以确保实验室的分析结果准确可靠。目光比对是一种人员比对方方法,要求多名技术人员在相同的条件下对同一样品进行测试并评价数据。该方法可用于验证新员工的技能水平,也可用于多人检测实验室的质控。在化学检测实验室中,应安排多次目光比对来提高实验室的重复性和可复现性。该方法可用于验证新方法的适用性、与标准方法进行比较以扩展或修改方法或确定在特定情况下应该使用的最佳方法。方法比对可以有效地提高实验室测试结果的准确性和可靠性,特别是在标准方法不可用或不适用的情况下。

10 分析物品不同特性结果的相关性

相关特性分析是一种分析方法,用于确定多个特性之间的关系,并评估实验结果的准确性。这种方法通常用于研究实验条件和被测性能之间的相关性,特别是具有因果关系的相关特性。在纺织品检测方面,刚性强度、纤维素含量、拉伸力度和接缝力度等特征之间会出现显著的相关性,而不同种类的色牢程度也存在着一程度的相关性。审核人员和批准人员需要具备一定的经验,从相关检测结果之间的逻辑关系中对结果的正确性进行判断和分析。

11 控制图

11.1 控制图概述

控制图是一种统计工具,由 W Shewart 博士在 1924 年的时候提出,用于评估和控制分析结果的重复性。

其主要作用是显示给定子组特征值与子组编码之间的关系,从而实现监控和控制实验室能力的目的。在 GB/T4091#2001 中比较详细地对控制图的使用方法进行了介绍。根据 CNAS#CL10:2012 的要求,应该使用控制图监控来验证实验室的能力,以提高质量控制水平。

11.2 控制图的应用

为了使检测的结果具有良好的正确性和可信度,常常需要同时测试两份相同的控制样品。控制样品的测试频率应该根据检测项目分析所需要的频率和专业人员所拥有的技术水准来确定。当控制样品的测试结果在警示线之间的时候,就说明测试的整个过程是可以操控的,测试出来的结果也是有效的。如果控制样品的测试结果超出警示线的范围,但其仍然在警示线左右,则需要在此基础上继续检查并且纠正自己的方案。如果样品的结果直接在警示线之外,则需要立即检查出现此种情况的原因并进行矫正,以使测试过程重新处于控制状态。

12 结语

化学检测质量控制在实验室中是非常重要的。需要建立完全的质量管理体系和合理的质量管理计划,以确保检测的过程和结果都是准确和可靠的,除此之外,还需要进行实验室间比对、测量核验、能力测试等外部质量控制,以及采用控制图分析,及时发现和改进系统误差、趋势,以更好地进行预防控制。为了确保化学检测结果质量的稳定性,需根据实际的工作量、技术能力、检测能力和条件的变化等方式确定质控方式和频次。评价精度可用内部比对、留样再测、重复检测,评价的准确可用空白、质控样品、加标回收率。实验室通过系统化的质量控制,可以达到认可准则和应用说明要求,提供更可靠、可信的服务,并实现实验室质量的规定目标。

参考文献

- [1] 陈丹玲.化学实验室检测结果的质量控制[J].广州化工,2013(01):204-206.
- [2] 张林田,黄少玉,张冬辉,等.化学检测实验室内部质量控制方式探讨及结果评价[J].理化检验(化学分册),2013(01):94-97.
- [3] 姜秀琴,李佩林.质量控制在实验室的应用分析[J].中国标准化,2019(20):151-152.
- [4] 李智平.统计学在实验室质量控制中的应用[J].实验室研究与探索,2018,37(09):300-304.