

实验室参加能力验证活动的意义分析

毛燕*, 闫林

(吉林省食品检验所, 长春 130022)

摘 要: 能力验证是指利用实验室间比对, 按照预先制定的准则评价参加者的能力的活动。实验室可以通过参加能力验证活动, 满足监管机构和认证机构的要求, 确认实验室的管理能力, 识别检测过程中的问题, 比较检测方法和程序, 教育人员, 增加人员、管理者和实验室外部服务客户的信心, 对比实验室外部服务供应商的能力和获得参考物质等等。本文主要从能力验证不满意原因分析的角度, 阐述了实验室参加能力验证活动的意义。

关键词: 能力验证; 实验室管理; 不满意原因

Benefits analysis of the laboratories participation in proficiency testing programs

MAO Yan*, YAN Lin

(Jilin Province Food Testing Institute, Changchun 130022, China)

ABSTRACT: Proficiency testing, taking advantage of inter-laboratory comparison, refers to an action for evaluating the capacity of participants that in accordance with the criteria established in advance. Laboratories can satisfy regulators and accreditation bodies, confirm management ability, identify problems during measurement process, compare methods and procedures, educate staff, improve confidence in staff, managers and external users of laboratory services, compare capacities of external service providers and obtain reference materials by means of participating in proficiency testing programs. This paper mainly describes the benefits of laboratories participation in proficiency testing programs from the perspective of causal analysis of proficiency testing programs dissatisfaction.

KEY WORDS: proficiency testing; laboratory management; unsatisfactory reasons

1 引言

近年来, 随着我国居民生活水平的提高, 人们对食品、药品、环境、建筑和水利安全意识不断增强, 推动了食品、药品、环境、生活设施安全检测需求上升, 制造业快速发展及产业升级推动了工业品检测需求上升, 对外贸

易持续增长推动了贸易保障检测需求上升。因此, 我国质量检验检测行业成为发展前景好、增长速度最快的服务行业之一。据《2013-2017 年中国质量检验检测产业发展前景与投资预测分析报告》^[1]统计, 近六年质量检验检测行业市场规模复合增长率保持在 15%以上。

目前, 质量检测机构的主要业务范围包括承担国家

基金项目: 吉林省质量技术监督局科技计划项目(2012ZJK10, 2012ZJK05)

Fund: Supported by the Science and Technology Plan of Jilin Province Bureau of Quality and Technology Supervision (2012ZJK10, 2012ZJK05)

*通讯作者: 毛燕, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为能力验证的策划和组织。E-mail: maoyan201205@163.com

*Corresponding author: MAO Yan, Research Assistant, Jilin Province Food Testing Institute, No. 2699, Yiju Road, High and New Technology Industrial Development District, Changchun 130022, China. E-mail: maoyan201205@163.com

或省级监督抽查任务、市场抽查检验以及仲裁检验工作;承担客户委托的抽样检验、产品验货检测业务等等。质量检测机构出具的检测报告会直接影响政府部门对市场的监管方向,影响企业对产品质量的监管力度,影响消费者对企业产品的认可程度等等。因此,无论是相关的实验室监督监管部门,还是实验室自身都必须严抓检测报告的准确度。

实验室资质认定评审准则的 5.7 和 CNAS CL-01 (ISO/IEC 17025:2005)检测和校准实验室能力认可准则的 5.9, 都明确规定“实验室应有质量控制程序和质量控制计划以监控检测和校准结果的有效性”。实验室的质量控制包括内部质量控制(如对盲样检测、留样检测、人员比对、方法比对等验证检测工作的可靠性)和外部质量控制(如实验室之间比对、协同实验、能力验证和测量审核等验证能力)。很明显,能力验证是多种外部质量控制方法之一,实验室可以通过参加能力验证活动,满足监管机构和认证机构的要求,确认实验室的管理能力,识别检测过程中的问题,比较检测方法和程序,教育人员,增加人员、管理者和实验室外部服务客户的信心,对比实验室外部服务供应商的能力和获得参考物质等等。

2 能力验证的概念和实施

能力验证(Proficiency Testing, PT)是指利用实验室间比对,按照预先制定的准则评价参加者的能力,包括医学领域常用的、符合本定义的室间质量评价(external quality assessment, EQA),主要类型有各类能力验证计划、测量审核和比对计划^[2]。

为加强食品检测实验室的管理,规范实验室检测活动,进一步提高食品检测技术水平,保证检测数据的准确可靠,更好地为食品安全监管工作提供技术支持,吉林省质量技术监督局分别于 2012 年 8 月和 2013 年 7 月连续两年组织了吉林省食品检验机构能力验证活动,这两次能力验证活动都由吉林省检测技术学会负责组织实施。2012 年共有 146 家实验室参加了 6 个参数(酱油中氨基酸态氮、食用植物油中酸价、奶粉中蛋白质、奶粉中钙、大米粉中总砷、葡萄酒中胭脂红含量)的能力验证活动,2013 年共有 139 家实验室参加了 4 个参数(金黄色葡萄球菌质控菌株中菌落总数、白酒中甲醇、生活饮用水中镉、玉米粉中粗脂肪含量)的能力验证活动。本文将这两年能力验证活动的实施情况为基础,从能力验证不满意原因分析的角度,阐述实验室参加能力验证活动的意义。

3 实验室参加能力验证活动的意义

有一些实验室仅仅为了满足认证机构或认可机构的要求,而参加能力验证项目,实际上,实验室可以通过参

加精心设计和实施组织的能力验证项目,以及分析能力验证不满意结果的原因而收获良多。

3.1 满足监管机构和认证机构的要求

CNAS RL-02《能力验证规则》^[2]中规定,“合格评定机构应将能力验证作为重要的外部质量评价活动,按照本规则以及相应认可准则中的规定参加能力验证和利用能力验证结果,并按要求向中国合格评定国家委员会(China National Accreditation Service for Conformity Assessment, CNAS)报告其参加能力验证的信息”。实验室资质认定评审准则中也要求实验室通过参加实验室间的比对或能力验证以监控检测和校准结果的有效性。因此,实验室参加能力验证项目的满意结果(或對不满意结果的有效纠正)能给认可实验室数据的监管机构和认证机构以信心,也就是实验室满足了监管机构和认证机构的要求。与此同时,能力验证也是实验室人员和管理者有效维持和不断改进检测/校准能力的一种有效手段。

3.2 确认实验室的管理能力

能力验证的主要目的是评估实验室进行特定测试、测量和校准的能力。目前,实验室的较多检测/校准项目都是孤立地进行检测/校准工作,很少有机会将各检测/校准项目的数据与其他实验室做比对。这种比对机会的缺失就会增加实验室出具的检测/校准结果有可能出现错误、偏差或与类似实验室相比有显著差异的风险。

实验室可以通过参加能力验证活动,确认实验室的管理能力。周崇桢等^[3]报道,造成能力验证结果不满意的原因有很多,经总结主要表现在以下方面:对检测样品的确认和前处理不够完善、对测试设备的状态没有进行认真核查、人员对检测关键点的掌握不够、未完全按照指导书要求检测、检测过程的质量控制没有到位、对结果的审核和报送忽视了某些细节等等。

CNAS-CL 01《检测和校准实验室能力认可准则》^[4]中规定:“实验室应确保所购买的、影响检测和/或校准的供应品、试剂和消耗材料,只有在经检查或以其他方式验证了符合有关检测和/或校准方法中规定的标准规范或要求之后才能投入使用”;“设备在投入服务前应进行校准或核查,以证实其能够满足实验室的规范要求和相应的标准规范”;“应根据规定的程序和日程对参考标准、基准、传递标准或工作标准以及标准物质(参考物质)进行核查,以保持其校准状态的置信度”;“曾经过载或处置不当、给出可疑结果,或已显示出缺陷、超出规定限度的设备,均应停止使用,直至修复并通过校准或检测表明能正常工作为止”等等。但是,有些实验室在参加能力验证的过程中却没有遵守这些规定,造成能力验证结果不满意。如某实验室在参加白酒中甲醇含量测定能力验证时,使用的液相色谱仪为新购买的仪器,在安装之后未进行校准或核查就直接投入使用;

用普通分析纯甲醇自行配制甲醇标准溶液,却未将甲醇的纯度考虑进去,导致结果值偏高;某实验室在参加生活饮用水中镉含量测定能力验证时,使用的原子吸收仪为修理后的仪器,未通过校准或检测就直接投入使用;原子吸收仪新投入使用不稳定;使用的镉标准溶液在购买使用前没有经过确认就直接稀释作标准曲线;镉标准溶液稀释过程中所使用的刻度吸管、移液器、容量瓶等量具未进行校准等等。综上所述,实验室可以通过参加能力验证活动确认实验室的管理能力。

3.3 识别检测过程中的问题

若某实验室在能力验证项目中的结果不满意,就表明该结果与参考值或其他性能指标有差异,实验室应该积极地查找造成误差或不满意结果的潜在原因,然后开展纠正或纠正措施。如果实验室没有进行有效的内部质量控制,并且没有参加能力验证等外部质量控制活动,误差的来源就有可能仍未被发现,实验室就不能及时地开展合适的纠正活动。反过来说就是,实验室会继续给客户或其他利益相关者提供不准确的检测/校准数据。最终,这些误差还可能导致实验室的名誉受损、产生法律纠纷、客户和其他利益相关者(如监管机构)的不信任等等。从这方面而言,可以认为能力验证是一种有力的风险监管和质量提升工具。

食用植物油酸价的测定,依据 GB/T 5009.37-2003《食用植物油卫生标准的分析方法》^[5],国标要求使用氢氧化钾标准滴定溶液进行滴定,在试剂里面并没有详细叙述氢氧化钾标准滴定溶液的配制和标定方法。某实验室使用氢氧化钾的水溶液进行滴定,最后测定值偏高,这是由于水溶液在油样中的分散性不好,造成滴定终点滞后。在 GB/T 5530-2005《动植物油脂酸值和酸度测定》^[6]中叙述了氢氧化钾乙醇标准溶液的配制方法,实验室却由于没有及时跟踪学习标准造成检测过程出现问题。

另外,一般国标对样品的取样量都有明确的规定,如大米粉中总砷的测定,GB/T 5009.11-2003《食品中总砷及无机砷的测定》^[7]规定,称取固体样品 1~2.5 g;奶粉中钙的测定,GB/T 5009.90-2003《食品中钙的测定》^[8]规定,称取均匀干试样 0.5~1.5 g。而有些参加这两项能力验证的实验室却没有按照国标规定的取样量进行取样。

3.4 比较检测方法和程序

对有些实验室而言,参加能力验证可以用于确认他们使用新的或改进的实验方法进行检测/校准的能力。另外,参加能力验证也给实验室提供了一个将自己使用的不同检测方法(或不同浓度水平)得到的检测/校准结果与其他实验室采用常规方法得到的结果进行比对的机会。

如葡萄酒中胭脂红含量的检测,依据 GB/T 5009.35-2003《食品中合成着色剂的测定》^[9]。国标中第一法,高效液相色谱法,需要对样品进行色素提取(聚酰胺吸

附法或液-液分配法)的前处理过程。近几年,液相色谱仪的检测灵敏度和分辨率都大大提高了,而检测标准的发展却相对比较缓慢,很多实验室在进行葡萄酒中胭脂红含量的检测时,都省略了色素提取的前处理步骤。CNAS-CL 01^[4]规定,“实验室应对修改过的标准方法进行确认,以证实该方法适用于预期的用途”,能力验证就是方法确认的一种非常有效的途径。

3.5 教育人员

作为能力验证项目的目标之一,很多项目后期都有专家分析各参与实验室的数据结果及实验原始记录,最后总结一些关于检测方法信息、不满意结果原因分析信息、不确定度评估信息等等,这些信息可以对实验室的人员起到全面教育的作用。如在 2013 年吉林省食品检验机构能力验证活动结果的通报材料中,对检测结果离群或可疑的原因进行了分析,包括标准物质对测定结果的影响,仪器性能对测定结果的影响,检测所用试剂对测定结果的影响,测定人员水平对测定结果的影响四个方面。

3.6 增加人员、管理者和客户的信心

在能力验证项目中的满意结果会给予实验室的人员和他们的直接管理者额外的信心。另外,实验室定期通过能力验证来评估其检测/校准能力,会增加包括实验室客户和受检测/校准结果影响的当事人在内的实验室服务外部用户的信心。

3.7 对比实验室外部服务供应商的能力

实验室参加能力验证项目的另一个重要意义是通过与其他实验室的检测/校准结果相比较,来评价其外部服务供应商的能力。如有实验室反映采用不同厂家购买的镉标准溶液测得的标准曲线相差较大,因此可以通过参加能力验证项目来核查标准物质,评价标准物质供应商的能力。

3.8 获得参考物质

在有些能力验证项目中,若发放给能力验证参加实验室的样品足够稳定,则提交能力验证结果未用完的样品就可以用作参考物质,用于内部质量控制。样品的参考值(或能力验证获得的一致值)将作为样品的内部参考值用于质量控制检测、检验人员培训等。如大米粉中总砷含量测定的能力验证项目,组织方是将购买的标准大米粉发放给各参与实验室,大米粉中总砷含量相对很稳定,因此,实验室可将未用完的大米粉用于总砷含量检测的内部质量控制活动。

4 结 语

能力验证是实现实验室质量保证的一种手段,是一种外部质量控制措施,它可以对实验室内部的质量控制措

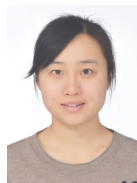
施起到有效的补充作用。实验室可以通过参加能力验证活动获得很多收获,除了能够发现实验室存在的问题,帮助实验室不断改善检测技术和管理水平,还能增加客户对实验室的信任程度。因此,实验室不能因为有文件规定而不得已才参加能力验证活动,而是应该自觉主动地参加各种能力验证,并且积极分析不满意结果的原因,采取有效的纠正或纠正措施,确保和提升实验室的检测/校准能力。

参考文献

- [1] 2013-2017 年中国质量检验检测产业发展前景与投资预测分析报告 [EB/OL].
http://wenku.baidu.com/link?url=xNbGSoeLlG9C9ZpiYOayj99b_hPuC9kKJqEux2MIJ28roLBEG_36LwlszoPNmf9Y-AzsvoXf7UwgMn_4ZnvdMTsXjXNUzZC_-quE6pCE9uy. 2014-08-13.
China quality inspection industry development prospects and investment forecast report 2013-2017 [EB/OL].
http://wenku.baidu.com/link?url=xNbGSoeLlG9C9ZpiYOayj99b_hPuC9kKJqEux2MIJ28roLBEG_36LwlszoPNmf9Y-AzsvoXf7UwgMn_4ZnvdMTsXjXNUzZC_-quE6pCE9uy. 2014-08-13.
- [2] CNAS-RL02:2010 能力验证规则[S].
CNAS-RL02:2010 Rules for proficiency testing [S].
- [3] 周崇黎, 张雷. 常见能力验证不满意结果原因分析及对策[J]. 现代测量与实验室管理, 2013, 3: 38-39.
Zhou CC, Zhang L. The causal analysis and corresponding strategies of common proficiency testing programs dissatisfaction [J]. Adv Meas Lab Manage, 2013, 3: 38-39.
- [4] CNAS-CL01:2006 检测和校准实验室能力认可准则[S].
CNAS-CL01:2006 Accreditation criteria for the competence of testing and calibration laboratories [S].
- [5] GB/T 5009.37-2003 食用植物油卫生标准的分析方法[S].
GB/T 5009.37-2003 Method for analysis of hygienic standard of edible oils [S].
- [6] GB/T 5530-2005 动植物油脂酸值和酸度测定[S].
GB/T 5530-2005 Animal and vegetable fats and oils-determination of acid value and acidity [S].
- [7] GB/T 5009.11-2003 食品中总砷及无机砷的测定[S].
GB/T 5009.11-2003 Determination of total arsenic and abio-arsenic in foods [S].
- [8] GB/T 5009.90-2003 食品中钙的测定[S].
GB/T 5009.90-2003 Determination of calcium in foods [S].
- [9] GB/T 5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定[S].
GB/T 5009.35-2003 Determination of synthetic colour in foods [S].

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



毛燕, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为能力验证的策划和组织。
E-mail: maoyan201205@163.com