

# 浅析我国化学分析实验室内部质量控制现状

郑卫东<sup>1</sup>, 郑诗超<sup>1</sup>, 胡丹<sup>1</sup>, 林红<sup>2</sup>, 郑海峰<sup>3</sup>

(1. 四川省产品质量监督检验检测院, 成都 610031;

2. 成都市产品质量监督检验研究院, 成都 610041;

3. 四川省农业科学研究院分析测试中心, 成都 610066)

中图分类号: O65

文献标志码: A

文章编号: 1001-4020(2012)10-1228-03

在检测活动中如何保证连续出具准确、可靠的检测结果是实验室(指化学分析实验室)最重要的课题。如果把涉及化学分析的人员、仪器设备、环境条件、试验方法、使用的材料和检测过程看成一个分析系统,则影响检测结果准确性的所有要素就是人、机、料、法、环和过程 6 个方面。本文所指的检测过程是从样品前处理到获得最终测定结果的过程,在论述中使用 GB/T 19000(等同采用 ISO/IEC 8402)中质量管理和质量控制的定义<sup>[1]</sup>。

实验室质量管理包括 3 个方面:一是建立和确认检测方法解决其正确度问题<sup>[2]</sup>,找出诸如检出限、线性范围、重复性、再现性、回收率、测量不确定度等反映方法性能的技术指标,建立可靠、稳定、能保证连续出具准确测定结果的分析系统;二是根据确认的测定结果编制标准操作程序(SOP)严格规定检测操作要求,包括依据性能指标制定的质量控制措施;三是在检测活动中,严格实施内部质量控制(IQC),从实施检测过程在线质量控制手段(诸如空白、重复、加标回收等)和分析系统核查两方面保证分析系统稳定。

本文讨论的重点是实验室质量管理活动中,较为重要的方法确认和 IQC 两环节。在科学技术日趋发达的今天,实验室质量管理已经发展到注重检测过程中的 IQC,并在其中大量运用数理统计技术和测量不确定度,以确保分析系统可靠、稳定、检测结果准确。

本文通过比较先进国家、组织和我国实验室质量控制现状,找出国内实验室存在的问题,提出国内实验室做好质量控制的建议。

## 1 国内实验室质量控制

### 1.1 国内研究实验室质量控制的主要内容

实验室 IQC 是由实验室的工作人员采用一系列统计学的方法,连续地评价本实验室检测工作的可靠程度,判断检验结果是否可报出的过程。吴嘉慧等<sup>[3]</sup>论述了人员、环境、仪器设备、方法、试剂诸因素对检测结果质量的影响;张勇<sup>[4]</sup>从 ISO/IEC 17025 中 5.9 出发,讨论了实验室质量控制的要求;施根林等<sup>[5]</sup>认为医疗机构质量管理要重视人员、仪器、试剂、标本、方法、信息等方面的基础性控制;吴国军、罗一帆等<sup>[6-7]</sup>从实验室建设及规范和加强领导、重视实验室管理两个方面阐述了实验室质量管理与控制。国家标准委发布了 GB/T 27404、GB/T 27402、GB/T 20468、GB/T 27405、GB/T 27403、GB/T 27401、GB/T 27406 等 6 个实验室质量控制规范,细读这些规范不难看出,都是基于 ISO/IEC 17025 的框架编写的。总的看来,目前管理层面和研究层面都只局限在管理实验室人、机、料、法、环的探讨上,鲜见系统全面地探讨 IQC。

### 1.2 数理统计技术在实验室质量控制中的应用

我国等同或修改采用国际标准,发布了有关国家统计技术标准,包括 3 个控制图标准:GB/T 17989(等同采用 ISO 7870)《控制图通则和导引》、GB/T 4091(等同采用 ISO 8258)《常规控制图》、GB/T 4886(等同采用 ISO 7873)《带警戒线的均值控制图》、SN/T:1482(MOD ASTM/ANSI D6299)《实验室内部质量控制方法 MR 统计合并动态跟踪监控技术》。另外,中国合格评定国家认可委员会(CNAS)基于对认可实验室管理的需要,也颁布了有关数理统计技术在实验室管理活动中的应用准则

和作业指导书,如 CNAS-GL29 (ISO Guide35: 2006)《标准物质标准样品定值的一般原则和统计方法》、CNAS-GL02《能力验证结果的统计处理和评价指南》等。虽然颁布了较多的标准和准则,但是离实验室在实际工作中加以遵循和应用,还有相当远的距离。

数理统计技术在国内生产领域应用较多,但用于实验室质量控制的较少。黄赢等<sup>[8-9]</sup>将  $\bar{x}$ -R 控制图运用到有关检测领域;陈麓等<sup>[10]</sup>在电感耦合等离子体原子发射光谱法测定水中铁的质量控制时,使用了  $\bar{x}$ -s 控制图。而鲜见报道统计试验设计、方差分析、参数估计、回归分析等数理统计技术的运用。

## 2 国际组织和发达国家有关实验室质量控制现状

国际组织从 20 世纪 80 年代就开始了分析化学实验室质量控制的研究和运用。1995 年,国际理论与应用化学联合会 (IUPAC)、国际标准化组织 (ISO)、美国官方分析化学师协会 (AOAC) 制定了《分析化学实验室内部质量控制指南》<sup>[11]</sup>,规定了化学分析实验室 IQC 的指导方针,给出了有关定义和 IQC 程序,对 IQC 与批内精密密度、IQC 中如何使用质控样品做了要求,建议在 IQC 中使用控制图;1998 年,IUPAC 发表了《方法性能研究的设计、实施和解释协议》<sup>[12]</sup>,协议规定了进行方法的性能研究时,预实验应包含的信息、方法性能研究应包含检验样品的数量、实验室数量、重复实验的次数等,对统计方法的使用和最终报告给出了要求;1999 年发布了《分析测量中回收率信息应用一致性指南》,提出了评估回收率的程序以及回收率报告中的不确定度等;2002 年,IUPAC 制定了《单一实验室分析方法确认指南》<sup>[13]</sup>,适用于在方法正式开展协同试验之前、不能获得协同试验数据或者无法开展协同试验、确保正确使用已确认的分析方法 3 个方面,规定了实验室在使用方法之前如何进行确认。该指南在 2003 年被国际食品法典委员会 (CAC) 采用(食品法典指南 49:2003)<sup>[14]</sup>。

2002 年,欧盟发布了《执行关于分析方法运行和结果解释的欧盟指令 96/23/EC》(2002/657/EC)<sup>[15]</sup>,指令规定了在食品仪器分析各个领域以及方法确认的要求。指出(方法的)性能指标是指分析方法中用到的功能。例如,可以是特异性、精确度、准确度、精密密度、重复性、重现性、回收率、检测能力

和耐用性。首次提出判断限( $CC_{\alpha}$ )、检测能力( $CC_{\beta}$ )等新概念。国际农药分析协作委员会 (CIPAC) 认为:实验室质量控制一般采用多方比对、灵敏性、加标回收、精密密度、重复性、稳定性、抗干扰能力、准确性、分析范围等基本模式。

美国材料测试协会 (ASTM) 发布了一系列有关实验室质量控制的标准,包括 ASTM E882-2010 (R2003)<sup>[16]</sup>、ASTM D6299-2010<sup>[17]</sup>、ASTM D6708-2008<sup>[18]</sup>、ASTM E2554-2007<sup>[19]</sup>。这些标准规定了实验室质量控制中控制图使用、统计质量保证技术评价分析测定系统效果的方法、评估和改进两个测试方法间预期一致性的方法、采用控制图方法来进行 MU 评定的技术、实验室内控制样品 (CS) 测试的不确定度评估方法。其中 ASTM D6299 正在转化为我国国家标准。European Union Comments on Codex Circular Letter CL 2010/16-PR (Part C) 中讨论了如何运用数理统计技术评定农药残留量检测结果的不确定度。

## 3 国内实验室 IQC 中存在的问题

目前,国内实验室质量控制主要强调的是人、机、料、法、环,而较少涉及检测过程 IQC,学术界对这方面的研究也处于起步阶段。与发达国家相比较,我国实验室 IQC 有较大差距,表现在以下 4 个方面。

1) 检测方法标准发布前验证环节薄弱。我国大多数各级检测方法标准发布前,没有参照国际组织的要求,组织一定数量的验证实验室全面系统地研究方法性能指标。此环节的薄弱;导致使用该方法的实验室找不到方法确认的依据,无法确定采用的方法是否满足性能指标要求。

2) 实验室方法确认环节薄弱。大多数实验室在建立和使用方法时,没有对将要使用的方法采用适合的程序实施严格的确认,因而不能得出本实验室使用该方法时确切的相关性能指标,那么在后续使用该方法的过程中,建立的 IQC 手段就会流于形式。

3) 科学可靠的 IQC 计划缺失。由于前述两个问题的存在,导致在使用方法过程中,不能根据已确认后的相关性能指标建立科学有效的 IQC 程序。实验室没有科学有效的 IQC 程序,就不能有效监控分析系统稳定性,只能依靠检测人员的经验控制结果的准确性。显然检测人员的经验是有限的,不能确保实验室连续出具的每一个数据都准确可靠。

4) 数理统计技术在实验室 IQC 中运用较少。在实验室 IQC 活动中,要大量运用数理统计技术。然而,我国化学分析研究领域,目前主要还是集中在检测方法的建立上,对数理统计技术在化学分析实验室质量控制中的运用关注不够,加之检测人员对这个领域的陌生,使得我国实验室极少在 IQC 活动中运用数理统计技术。

#### 4 建议

针对前述存在的问题,结合有关国际组织的要求,参照国外先进实验室的做法,在化学分析实验室检测领域检测方法研究、方法使用和实验室 IQC 方面提出以下几点建议:

1) 建立化学分析检测方法验证实验室能力确认体系。建议发布化学分析验证实验室能力确认要求,在全国范围内实施验证实验室能力确认,赋予验证实验室开展方法验证的职责,使其承担检测方法验证工作。

2) 建立方法验证体系。发布开展检测方法验证的国家标准,建立科学严密的检测方法性能指标验证程序,要求检测方法标准发布前,要严格按照程序规定进行性能指标研究。

3) 建立化学分析实验室检测方法确认体系。发布实验室检测方法确认国家标准,要求实验室在采用方法前,按照国家标准规定的程序实施方法确认,提供方法性能指标满足方法标准要求的证据。

4) 建立化学分析实验室 IQC 体系。发布化学分析实验室 IQC 国家标准,要求实验室在使用检测方法过程中,按照国家标准要求建立 IQC 体系,确保实验室连续出具的每一个检测结果准确可靠。

5) 在实验室认证认可活动中实施可靠的检测能力确认手段。建议政府有关部门发布指令性文件,要求有关组织在认证认可活动中,将核查实验室方法确认记录作为确认检测能力的主要手段之一,同时重点核查实验室 IQC 记录。

6) 建立 IQC 记录报告制度。建议政府有关部门发布指令性文件,要求实验室在提供检测结果准确性证据时,必须提交 IQC 程序及控制记录。

#### 参考文献:

[1] GB/T 6379-1-2004 测量方法与结果的准确度(正准确度与精密度) 第1部分:总则与定义[S].  
 [2] GB/T 19000-2008 质量管理体系 基础和术语[S].  
 [3] 吴佳慧,李省三. 浅谈实验室质量控制中的影响因素

[J]. 齐齐哈尔医学院学报, 2006, 27(6): 714-714.  
 [4] 张勇. 对检验结果如何进行质量控制[J]. 中国质量技术监督, 2010(8): 66-66.  
 [5] 施根林, 何海明, 周宁. 重视检验科基础性质量控制[J]. 实用医技杂, 2003, 10(1): 46-46.  
 [6] 吴国军. 谈检测实验室使用重复检测进行质量控制的方法[J]. 现代测量与实验室管理, 2010(3): 46-47.  
 [7] 罗一帆, 周合兵, 黄鸿新. 加强实验室规范化管理保证检测质量控制[J]. 实验室研究与探索, 2009, 28(6): 279-280.  
 [8] 黄赢. 控制图在检测实验室质量控制中的应用[J]. 现代测量与实验室管理, 2002(4): 50-52.  
 [9] 栗智. 质量控制图的原理和方法及在仪器分析中的应用[J]. 理化检验-化学分册, 2005, 41(5): 343-346.  
 [10] 陈麓, 王铁哈. 质量控制图在水中铁的电感耦合等离子体发射光谱测定法中的应用[J]. 环境与健康杂志, 2007, 24(8): 585-585.  
 [11] THOMPSON M, WOOD R. Harmonized guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories(R)[J]. Pure & Appl Chem, 1995, 67(4): 649-666.  
 [12] PELLERIN F, SVEHLA G. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies(R)[J]. Pure & Appl Chem, 1995, 67(2): 331-343.  
 [13] THOMPSON M, ELLISON S L R, WOOD R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (R) [J]. Pure & Appl Chem, 2002, 74(5): 835-855.  
 [14] THOMPSON M, ELLISON S L R. Harmonized iupac guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis(S)[J]. CAC/GL 49-2003: 1999.  
 [15] 焦红. 食品化学实验室质量控制国际指南[M]. 北京: 科学出版社, 2011(1): 169-186.  
 [16] ASTM E882-2010 Standard guide for accountability and quality control in the chemical analysis laboratory[S].  
 [17] ASTM D6299-2010 Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance[S].  
 [18] ASTM D6708-2008 Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material[S].  
 [19] ASTM E2554-2007 Standard practice for estimating and monitoring the uncertainty of test results of a test method in a single laboratory using a control sample program[S].