

浅谈实验室数据准确性的影响因素及控制措施

Discussion on the Influencing Factors and Control Measures of Laboratory Data Accuracy

刘玲

Ling Liu

广东石油仓储分公司 中国·广东 广州 510730

Guangdong Petroleum Storage Company, Guangzhou, Guangdong, 510730, China

摘要: 检测数据的准确性反映了一个实验室检测能力的高低,直接关系到实验室的生存与发展,而实验室检测结果的质量受到人员、检测设备、测量溯源性、样品的抽取及制备、样品的处置、检测方法和方法的确认、设施及环境条件、质量的保证、结果的报告等诸多因素的影响。为确保检测结果的质量,论文结合在检测活动中容易被忽略的因素,提出有效的控制措施,来确保实验室检测数据的准确性。

Abstract: The accuracy of testing data reflects the level of a laboratory's testing ability, which is directly related to the survival and development of the laboratory, the quality of laboratory testing results is influenced by many factors such as personnel, testing equipment, measurement traceability, sample extraction and preparation, sample disposal, confirmation of testing methods and methods, facilities and environmental conditions, quality assurance, and result reporting. In order to ensure the quality of test results, this paper puts forward effective control measures to ensure the accuracy of laboratory test data by combining the factors that are easily ignored in testing activities.

关键词: 检测数据; 准确性; 影响因素; 控制措施

Keywords: detection data; accuracy; influencing factors; control measure

DOI: 10.12346/etr.v5i11.8725

1 引言

实验室作为检测原材料、半成品、成品的技术机构,出具的检验报告就相当于实验室的产品,而决定实验室出具检验报告质量的关键就是检测数据的准确性,笔者从以下方面分析了影响检测结果准确性因素及控制措施。

2 人员对检测数据准确性的影响及控制措施

人员是保证检测数据准确性决定要素,不但要求操作人员具备一定的学历、接受过专业技能培训、有从事这项工作经验和上岗资质证明,更重要的还应具备强烈的责任心、严谨务实的态度。

若实验室人员在检测过程中没有严格依照实验项目的作业指导书开展检测,分析操作不熟练、不严谨,将导致检测数据严重失真。针对实验室人员管理中可能出现的问题,管理者须加强全员责任心教育,增强员工的规范操作意识,并建立有效的监督机制,制定实验室人员的教育、培训和技能

目标。员工培训是一个组织发展的战略措施,持续培训不仅能使在岗人员素质得到提高,更能有效促进实验室的发展。同时,实验室需对监督抽查情况及教育培训的效果进行评价与考核,选择专业技能过硬责任心强的业务骨干来承担实验室关键岗位的工作,确保检测数据准确可靠^[1]。

3 检测设备及计量器具对检测数据准确性影响及控制措施

检测的仪器设备及各种计量器具是开展检测工作的基本前提,它的完好程度和准确度将直接影响到检测数据的准确性。实验室应配备正确开展检测活动所需的检测设备及计量器具,选择的检测设备的量程及精度要满足所测样品的项目要求,所有设备均要在检定校准周期内开展检测工作,确保量值“溯源”准确^[2]。

3.1 校准证书确认

近年来,具有多参数、测量数据自动采集和计算机处理

【作者简介】刘玲(1978-),女,中国河南济源人,高级工程师,从事油品质量检测管理研究。

等多功能的检测设备不断出现,这些非常规测量仪器的计量特性检定往往缺乏国家计量检定规程依据,检定机构通常采用校准的方式对其量值进行溯源,并出具校准证书,而校准证书一般不给出合格与否的结论,仪器的使用者应对校准结果进行确认^[3]。

3.2 检定证书使用

在使用经检定合格的仪器设备和计量器具进行试验前,要核查设备、器具是否有破损,器具规格型号、编号是否同检定证书一致。若某实验室在做油品蒸馏试验时使用的温度计编号与检定证书中编号不一致,而在计算时使用了不同编号的检定证书的修正值,将造成试验结果不准确。

实验室应建立仪器设备及计量器具档案,对每台设备使用的配件、计量器具等进行标识并分类保管,使用人员在领用时进行核对,并在使用前再次确认^[4]。

4 样品抽取及制备对检测数据准确性影响及控制措施

样品的抽取及制备是检测活动中的首要环节,正确抽取有代表性样品,是确保检测结果准确性的前提条件。例如成品油的取样,抽样人员应按照现行的GB/T4756《石油液体手工取样法》以及本企业相关管理办法进行取样,以保证所抽样品的代表性。同时,样品制备过程对检测数据的准确性也会产生严重影响。例如在对油品进行硅含量的微量分析时,若在配制溶液时引入了待测离子或物质,将会使检测结果偏离准确值^[5]。

5 检测样品处置对检测数据准确性影响及控制措施

样品在检测过程中,被接收、制备、传递、处置、存储、保留,其间不仅有样品的流转,还有样品所附信息的传递。样品管控是否符合要求,直接影响到结果的准确。实验室应制定样品的标识规定,确保样品在流转中保留该标识。

接收被测样品时,实验室要详细记录被测样品的有关信息,如发现异常或偏离规定的情况,应与送样人共同确认,并做好记录。为避免样品在存储、处置和准备过程中发生衰变、丢失或损坏,实验室应配置必要设施,确保样品存放环境条件符合要求。

6 检测方法与方法确认对检测数据影响及控制措施

正确选择检测方法对确保检测数据准确性至关重要,它能规范检测活动,减少检测活动随意性,包括被检测样品的抽样、运输、处理、储存和制备,适当时还应包括不确定度的评定和检测数据的统计分析,并对所选择的方法进行确认。方法确认过程是通过检查并提供客观证据,以证实该方法的特性量的值能满足客户的要求,即方法的有效性^[6]。

实验室应采用满足客户需求的现行有效检测方法,将选取的方法以检测任务通知单的形式告知检测人员,在原始记录上注明方法号和年代号。

6.1 选择满足客户需求和现行有效试验方法

目前,油品销售系统实验室大多数是第一方实验室,在检测时采用的方法基本为国家标准、行业标准等。方法标准时有更新,实验室应与国家标准化部门建立联系,或通过多渠道实时掌握实验室现行检测方法动态,及时做好新标准实施前的确认工作。当试验方法更新后,找出新旧试验方法的差异,对人员专业知识和技能状况、实验室现有的设备、环境条件、试验重复性要求是否满足新方法要求等方面作出评估,必要时开展检测结果不确定度分析,与其他实验室开展比对试验,来证实实验室具备开展新方法试验的能力^[7]。

6.2 根据试验方法适用范围,选择合适试验方法

试验前检测人员应明确检测方法的适用对象、检测精度及可能存在的干扰因素。如汽油中的苯含量,有SH/T0713和SH/T0693两个试验方法,其适用对象、检测范围和影响因素是不同的,要做到心中有数。对于检测中异常现象要高度重视,认真查找原因,确保检测数据准确可靠。

7 设施和环境条件对检测数据影响及控制措施

实验室设施和环境条件是确保检测数据准确的基础。为确保检测数据准确可靠,实验室应保证检测设施和环境条件的控制满足检测方法、标准、规程对环境条件的要求;被检测物品对其所处环境条件的要求;法律法规对员工健康相关设施和环境条件的要求。同时,实验室应对环境条件进行有效监控。

7.1 电磁场、辐射和振动对实验数据影响

实验室应对现有仪器设备可能受到的电磁场、辐射影响进行观察,并采取必要的控制措施。随着产品升级及检测技术的更新,检测仪器向着精密化、自动化的方向发展,也带来了电磁场、辐射的干扰,而这种干扰不易被发现,且会影响设备出具数据的可靠性。

7.2 温湿度不稳定对实验数据影响及控制措施

实验室应按每台仪器设备的使用要求,调节环境条件,满足实验使用状态,并对设备运行的环境条件进行记录。例如,红外光谱仪属于精密仪器,对温湿度的要求较敏感,仪器室的温度应控制在17℃~27℃,温度太高或太低,仪器将不能正常工作;相对湿度不得超过65%,最好控制在50%左右,湿度太低易产生静电,而湿度太高,光学部件易受腐蚀。针对上述情况,可将红外光谱仪配备恒温恒湿箱,使该设备保持稳定的温湿度。

7.3 电压不稳定对实验室数据影响及控制措施

大多使用公共电源的实验室会存在电压不稳的情况,电压不稳会对试验过程中加热强度、控温精度造成影响,使试验结果产生偏差。例如,蒸馏试验中加热强度对应的升温速

率反应滞后,电压不稳会导致操作者反复调节电压,造成试验条件偏离标准要求,造成实验结果产生偏差。可对实验室单独电路铺设或在仪器设备前加装稳压装置,维持设备电压稳定。

8 质量保证对检测数据准确性影响及控制措施

为确保检测结果准确,实验室应建立质量控制程序,质量控制分为内部质量控制和外部质量控制。外部质量控制主要是指参加实验室间比对和能力验证活动,外部质量控制活动是确定实验室对特定试验能力。内部质量控制是指实验室内部通过一定方式对实验室检测过程进行控制,保证检测结果的准确可靠^[8]。

8.1 开展人员操作比对试验评价人员对检测结果影响

人员比对试验是指采用同一的试验方法、检测设备在相同的环境条件下,由不同的检测人员对同一样品进行检测,通过比较分析检测结果的一致性,以评价人员操作对检测结果影响。当某项试验可由多人进行操作时,实验室可考虑采取人员比对试验的方式进行内部质量控制。

8.2 开展设备比对试验评价设备对检测结果影响

设备比对试验是指相同人员采用同一的方法或程序在相同的环境条件下,采用不同的仪器设备对同一样品进行检测,当某项试验可由多种设备进行操作时,实验室可考虑采取设备比对试验的方式进行内部质量控制。实验室通过比较不同设备比对试验的结果,判断对检测准确度、有效性有影响的设备是否经过校准,是否能保证达到量值溯源性,设备数据是否存在漂移。

8.3 用空白试验、留样再检方式确保检测数据准确

空白试验是指在不加待测样品或以等量溶剂替代待测样品的情况下,按相同方法操作所得的结果。样品的检测结果应消除空白造成的影响,如在进行汽油中锰含量的测定 SH/T0711 试验时,需按照方法要求配置空白试剂,用以消除溶剂中杂质离子对试验结果的干扰。

对于均一性好、稳定性好的样品,可定期抽取一定数量的已检试样进行再检验,与原结果比较,可判断技术操作和测定体系的稳定性。若两次结果存在显著差异,实验室应采用有效的方式查找原因,并对同时段检测的样品进行复检。

8.4 用标准物质核查确保检测结果准确

定期用有证标准物质和检测样品同时测定,可对日常检测结果的准确性开展核查。标准样品测定结果与标准值之差的绝对值应落入不确定度范围内,否则应检查测量检测系统误差和其他影响因素。

8.5 用不同方法检测同一指标的方式确保实验室数据准确

同一质量指标可能存在多种检测方法,实验室有条件的情况下,可采用多种检测方法来验证同一样品被测指标的检测结果的一致性,评价不同方法的检测数据准确性。如汽油中的苯含量可采用 SH/T0713、SH/T0693、GB/T30519、GB/

T28768 多种方法开展测定,实验室可使用上述方法对同一汽油样品测定苯含量,分析不同方法测定结果的一致性,从而评价实验室设备的稳定性。

8.6 分析检测结果与检测指标相关性

被测样品的特性之间存在一定的相关性。例如,汽油的馏程和饱和蒸气压都是用于评定油品蒸发性能的指标,两者之间存在一定的相关性,10%蒸发温度越低,汽油中低沸点轻馏分越多,挥发性越强,饱和蒸气压也越大。我们可以利用被检测样品各指标间的相关性检查检测结果是否存在逻辑上的错误,从而确保检测结果的准确性。

9 报告对检测结果准确性影响

检验报告出具意味着检测过程的终结,检验报告承载和体现了实验室的工作质量。检验报告的准确可靠直接关系到客户的切身利益,同时也关系到实验室的形象和信誉。检验报告的出具应注意以下:第一,检验报告应准确、清晰、明确、客观,并符合检测方法中规定的要求。第二,检验报告应包含客户要求的、说明检测结果所必需的和所有方法要求的全部信息。第三,数据的采集、计算、转移不得有误,有效数字的保留符合要求。第四,检验报告由编写人、审核人、批准人三级审核,以确保报告的准确性。

10 结语

实验室检测结果的质量是对实验室综合管理水平的检验,而检测结果的质量与上述诸多要素息息相关,实验室应建立质量管理体系,确保实验室各项工作严谨、有序、规范开展,从各环节减少或消除可能出现的实验误差的因素,最大限度保证检测数据准确无误。

参考文献

- [1] 中国合格评定国家认可委员会.检测和校准实验室能力认可准则:CNAS-CL01:2018[S].
- [2] 国家能源局.NB/SH/T0765—2021 柴油润滑性的评定 高频往复式试验机法[S].
- [3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.GB/T4756-2015 石油液体手工取样法[S].
- [4] 国家石油和化学工业局.SH/T0713—2002 车用汽油和航空汽油中苯和甲苯含量测定法(气相色谱法)[S].
- [5] 国家石油和化学工业局.SH/T0693—2000 汽油中芳烃含量测定法(气相色谱法)[S].
- [6] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.GB/T30519—2014 轻质石油馏分和产品中烃类组成和苯的测定 多维气相色谱法[S].
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.GB/T28768—2012 车用汽油烃类组成和含氧化合物的测定 多维气相色谱法[S].
- [8] 董玉英,冉亚丽,洪雪花.理化实验室中检测人员常采用的内部质量控制方法[J].现代测量与实验室管理,2013(2):39-40.