

化学化验质量标准体系建设要点探究

张红惠（上海立得催化剂有限公司，上海 201512）

摘要：企业化验室部门肩负着与产品质量密切相关的鉴别、把关、预防、报告和监督职能，是指导生产实践的“火眼金睛”，化验室的质量标准管理体系的建设已成为企业管理工作的重要组成部分。本文在化学化验质量标准体系建设中围绕实验室环境改善，提高设备管理水平；优化方法，提高分析检验结果的准确性；制定内部分析质量控制的标准，落实内部质量控制计划；做好员工培训工作几个方面进行了探究，完成了化学化验质量标准体系的建设，为化学化验工作的开展提供了保证。在实际生产过程中，化验室一方面作为企业产品质量的检验部门，对自己企业的产品质量作出评价，对用户负责；另一方面，对外部供应的原材料进行验收检验和鉴定，确保企业的正常生产和质量控制，对自己的企业负责。质量标准体系的建设对化验室分析检测工作有效开展的意义十分重大。

关键词：化验室；分析检测；质量标准体系；质量控制

0 引言

近年来，与化验室有密切关系的国际标准和国家标准陆续出台，对化验室的管理和建设提出了更高的要求，开展实验室质量标准体系建设已成为化验室发展的趋势，也是提高化验室管理水平和分析检验能力的重要途径。

1 项目概况

通过对化验室基本情况和管理现状进行深入的调查和了解，发现公司化验室的管理与已建立实验室质量体系认证的实验室有较大差距，存在着人力资源不足、技术装备不完善、管理不规范等诸多问题。目前的管理水平将会影响化验室作用的发挥和企业的可持续发展。鉴于目前化验室的技术水平和管理现状，公司拟逐步完善化验室的管理，规范分析检验过程，提高技术水平和管理水平，在化验室建立一套科学、规范的管理体系和完备的分析检验质量标准保证体系，确保分析检验结果的准确性和可靠性。

2 化验室质量标准保证体系制定原则

化验室质量标准保证体系制定，按照质量管理体系过程方法的原则，采用 PDCA 的方式进行。

2.1 准备阶段（P- 策划）

依据 ISO17025《检测和校准实验室能力认可准则》、ISO9001《质量管理体系要求》以及 QHSSE 管理体系的要求，结合目前化验室管理的实际情况，制定了公司化验室质量标准体系建设的细则，对管理要求和技术要求进行细化和展开，提出应达到的标准。

2.2 活动开展阶段（D- 实施）

依据公司化验室质量标准体系建设的细则，对化验室目前质量管理和技术管理状况进行评估，加强人员培训、设备管理等，修订完善分析方法标准，初步开展分析检验结果质量保证和分析检验过程质量控制等工作。

2.3 检查考评阶段（C- 检查）

在检查考评阶段，依据考评细则对现场检查考评。对人员能力、仪器设备能力和分析检验结果质量保证能

力的确认，除查阅文件和记录外，均通过使用质量监控样、留样复检、化验员互检以及现场抽样化验员自检（平行测试）的方式进行了现场考查。

2.4 持续改进（A- 改进）

对查出的问题认真整改，举一反三，运用到实际工作中，持续提高分公司化验分析能力，完善化学化验质量标准体系的建设。

3 化验室质量标准体系建设

3.1 持续改善实验室环境，强化设备检定校准及期间核查，提高设备管理水平

①按检验功能不同对化验室进行区间划分。建立单独的天平室、高温室等、仪器分析室、化学分析室等，并配备温度、湿度表、洗眼器；

②结合 CNAS-CL10《检测和校准实验室能力》的要求，化验室制定了“玻璃仪器的清洗、贮存管理规定”，保证在用的玻璃仪器干燥洁净，有效防止化验室器皿对检测样品或标准溶液的污染；

③建立一机一档制度。对所有仪器进行了标识，并编制了化每台仪器的操作法，保证在化验室现场使用的便捷性；对化验室在用仪器编制检定校准计划，参照 JJG 178/JJG 770 光度计及气相色谱仪的检定规程，结合实际样品检测的需求，编写了光度计及气相色谱仪期间核查的操作法，对仪器在两次检定校准之间进行期间核查，确保仪器设备正常运行状态，为数据准确提供保障；建立仪器一机一档，保证仪器的校准检定维修等情况均可以有效追溯。

3.2 加强测量的溯源性，通过方法优化，确保分析检验过程和结果的准确性

3.2.1 为加强对标准溶液的管理

专人负责标准溶液、标准滴定溶液、试剂、指示剂及实验室三级水的日常管理及岗位在用标准溶液的检查工作。分析人员共同标定标准滴定溶液，实现标准滴定溶液双人八平行工作要求，从源头上为数据准确提供保障。

3.2.2 通过对卡氏水份测定仪容量法和库仑法的考察

使用不同水份的溶剂样品进行方法适用性考察,选择使用库仑法水份测定仪,依据 GB/T 26793-2011,完成溶剂水含量的标准化操作方法,并按照 ISO/IEC17025 对方法的正确度和精密度进行了验证。解决了卡氏试剂储存过程中的不稳定问题,同时省去了试剂的标定工作,而且电解液可以连续使用,无需每天进行更换,减少了分析人员的工作量。

利用加标回收试验来考察方法的正确度。仪器自平衡后,选择加入已知重量的纯水进行试验,并将结果与测定值进行比较,考察两者间的差别,计算加标回收率,数据见下表 1:

表 1 库仑法水分测定加标回收率统计

进样量	5100	5100	5100	5100	5100	5100
	单位: μg					
实测值	5136.8	5147	5061.3	5160	5154.7	5175.1
	单位: μg					
回收率	100.72%	100.92%	99.24%	101.18%	101.07%	101.47%

3.2.3 改进催化剂中氯含量的分析方法

原使用的佛尔哈德返滴定法化学返滴定法;改进后使用电位滴定法采用自动电位测定仪,选取甘汞电极作为参比电极,银电极作为指示电极,以硝酸银标准溶液滴定,根据滴定终点产生电位突跃点,根据所消耗的硝酸银的量来确定氯离子含量。分别用电位滴定法和佛尔哈德返滴定法检测镁钛系乙烯聚合催化剂中氯离子含量进行比对,比对结果见表 2。

表 2 电位滴定法和佛尔哈德返滴定法检测氯离子含量比对数据

样品名称	镁含量(质量分数)/%	
	电位滴定法	佛尔哈德返滴定法
E-CAT-1	8.93	8.98
	9.01	9.05
平均值	8.97	9.02
差值	0.05	
E-CAT-2	10.30	10.29
	10.36	10.35
平均值	10.33	10.32
差值	0.01	
E-CAT-3	12.21	12.26
	12.37	12.43
平均值	12.29	12.35
差值	0.06	
E-CAT-4	20.05	20.22
	20.28	20.41
平均值	20.16	20.32
差值	0.16	

由表 2 的比对结果可知,电位滴定法的测试结果与佛尔哈德返滴定法的测试结果的差值在可接受的范围

内,考虑到采用电位滴定法消耗的硝酸银标准溶液少,操作更方便、平稳。

为验证催化剂中的其他离子存在是否影响电位滴定法氯含量检测,配制一系列与样品溶液性质相同的已知氯准确含量的标准溶液,采用电位滴定法测定配置溶液中氯含量,计算回收率,见表 3。

表 3 氯离子加标回收试验结果

标液编号	Cl 含量理论值 (%)	Mg 含量 (%)	Ti 含量 (%)	Al 含量 (%)	Cl 含量测定值 (%)	回收率	
A-1	8.75	1.85	1.15	2.15	8.42	8.64	98.74
A-2					8.87		
A-3		2.24	2.25	2.35	8.91	8.87	101.37
A-4					8.83		
A-5		/	/	/	8.33	8.46	96.68
A-6					8.59		
B-1	10.36	1.85	1.15	2.15	10.10	10.18	98.26
B-2					10.27		
B-3		2.24	2.25	2.35	10.48	10.50	101.35
B-4					10.52		
B-5		/	/	/	10.29	10.40	100.38
B-6					10.51		
C-1	12.25	1.85	1.15	2.15	12.04	12.14	99.10
C-2					12.23		
C-3		2.24	2.25	2.35	12.51	12.45	101.63
C-4					12.38		
C-5		/	/	/	12.09	12.25	100
C-6					12.42		
D-1	19.40	1.85	1.15	2.15	19.21	19.44	100.20
D-2					19.66		
D-3		2.24	2.25	2.35	19.32	19.24	99.17
D-4					19.15		
D-5		/	/	/	19.71	19.69	101.49
D-6					19.67		

通过对表 3 数据比对分析后可知,在镁、钛和铝存在时氯含量的测定结果与理论值测定结果相近,且氯含量的回收率在 96.68%~101.63% 之间,说明该方法测定氯过程,镁、钛、铝离子的存在不影响氯含量的检测。

3.3 制定内部分析质量控制的标准,落实内部质量控制计划

①安排技能较高的操作人员对催化剂样品的各检测项目进行同一个人六次重复性操作,并对数据进行分析,剔除离群值、计算标准差、重复性线,确定了分析方法的精密度,用于化验室分析质量的内部控制;

表 4 镁钛系催化剂样品重复性限测定%(质量分数)

样品名称	M 系列催化剂样品重复性限测定%(质量分数)				
序号	镁含量	钛含量	铝含量	氯含量	THF 含量
1	2.03	1.27	1.56	8.97	14.38
2	2.00	1.29	1.56	8.97	14.16

3	1.98	1.29	1.50	8.97	14.50
4	2.00	1.28	1.50	8.92	14.01
5	1.98	1.31	1.55	8.70	13.97
6	2.03	1.29	1.51	9.03	14.18
平均值	2.003	1.288	1.530	8.927	14.200
离群值检测 - 上侧情形(值)	1.186	1.631	1.010	0.887	1.452
离群值检测 - 下侧情形(值)	1.035	1.375	1.010	1.947	1.113
参照标准 GB/T 4883-2008, 取 $\alpha=0.05$, $n=6$, $R(1-\alpha)=2.184$, 判断上述结果无离群值					
标准差	0.0225	0.0133	0.0297	0.1164	0.2066
相对标准差	1.12%	1.03%	1.94%	1.30%	1.45%
重复性线 r	0.063	0.037	0.083	0.33	0.58

②通过有计划有目的实施过程控制和分析质量监控计划, 切实提升分析人员业务素质和操作水平, 保证分析过程溯源性和结果的准确性, 真正起到了生产的“眼睛”的作用。

表5 双峰催化剂样品重复性测定 % (质量分数)

样品名称	S 系列催化剂样品重复性测定 % (质量分数)			
序号	镁含量	钛含量	铝含量	氯含量
1	2.25	2.27	2.63	12.21
2	2.31	2.31	2.66	12.37
3	2.25	2.28	2.68	12.26
4	2.31	2.32	2.66	12.50
5	2.22	2.26	2.58	12.20
6	2.30	2.30	2.48	12.29
平均值	2.270	2.290	2.615	12.305
离群值检测 - 上侧情形(值)	1.044	1.265	0.868	1.710
离群值检测 - 下侧情形(值)	1.305	1.265	1.671	0.921
参照标准 GB/T 4883-2008, 取 $\alpha=0.05$, $n=6$, $R(1-\alpha)=2.184$, 判断上述结果无离群值				
标准差 Sr	0.0383	0.0237	0.0748	0.114
相对标准差	1.69%	1.03%	2.86%	9.23%
重复性线 r	0.11	0.067	0.21	0.32

3.4 明确岗位责任, 切实做好员工培训工作

①对化验室的工作职责、分析人员的岗位职责重新进行修订完善, 明确了主要工作职责、期望绩效、考核权重、QHSSE 职责等;

②完善人员技术档案, 并实行电子化和动态化管理。将化验室人员有关的技术经历、资格证书(如学历证明、技术职称证书)以及历次培训情况的记录等, 收集录入电脑中加以集中管理, 对人员的培训管理工作更加到位;

③员工培训计划中持续重点关注分析化验人员操作的规范化、标准化; 异常情况(数据、仪器设备以及安全)处理能力的提高; 分析工技能鉴定理论和实操培训

及培训效果的考察; 技术人员方法优化和专业技术能力方面提升等。有针对性的组织业务骨干参加了激光粒度分布测试的技术交流、气相色谱处理技术等培训, 提升技术人员和骨干在理论、技术操作、仪器维护以及新方法开拓方面能力。

4 生产验证

通过化验室质量标准体系的有效建设, 修订和完善了各项管理制度和技术规范, 使化验室的各项质量工作“有章可循”、“有法可依”, 为化验室的有效运行起到了强有力的支撑。在化验室质量标准体系的保障下, 催化剂有限公司两次质量抽查活动和技术质量部门每月一次的盲样考核, 化验室从取样过程、盲样测试、结果比对均达到了催化剂公司和技术质量部门质量抽查的要求, 具体见表6:

表6 质量抽查及盲样考核情况汇总

样品名称	样品信息 % (质量分数)				备注
	镁含量	钛含量	铝含量	氯含量	
盲样 A	2.01%	1.28%	1.43%	9.30%	原值
	1.98%	1.30%	1.39%	9.42%	考核数据
	0.03%	0.02%	0.04%	0.12%	差值
重复性限	$\pm 0.063\%$	$\pm 0.037\%$	$\pm 0.083\%$	$\pm 0.33\%$	考察依据
样品名称	样品信息 % (质量分数)				备注
	镁含量	钛含量	铝含量	氯含量	
盲样 B	2.28%	2.24%	2.72%	12.27%	原值
	2.32%	2.21%	2.65%	12.11%	考核数据
	0.04%	0.03%	0.07%	0.16%	差值
重复性限	$\pm 0.11\%$	$\pm 0.067\%$	$\pm 0.21\%$	$\pm 0.32\%$	考察依据

5 结论

综上所述, 为保证化学化验质量标准体系建设的有效性, 本文从以下四个方面对质量标准体系的建设进行了探究:

①持续改善实验室环境, 强化设备检定校准及期间核查, 提高设备管理水平;

②加强测量的溯源性, 通过方法优化, 确保分析检验过程和结果的准确性;

③制定内部分析质量控制的标准, 落实内部质量控制计划;

④明确岗位责任, 切实做好员工培训工作。在建成的化学化验质量标准体系的充分保证下, 化学化验工作能够真实可靠地表征产品的质量性能, 参与完成了《镁钛系乙烯聚合催化剂化学成分分析方法》及《乙烯聚合催化剂催化性能试验方法》, 为进一步提高公司的产品竞争力奠定了坚实的基础。

参考文献:

[1] 张虹. 加标回收率的测定和结果判断 [J]. 石油与天然气化工, 2000, 29(001): 50-52.