



编者按 化学分析和物理测试工作的质量管理和计量认证、实验室认可已在国际和国内开展了十多年。2003 年 9 月,发布国务院令颁布《中华人民共和国认证认可条例》,该条例已在 2003 年 11 月起施行,国家还成立了中国认证认可管理委员会统一归口管辖此项工作,这表明质量管理和认证认可工作进入全面法制化的新阶段。质量管理和认证认可工作涉及每一个从事化学分析和物理测试的实验室及工作人员,包括本刊每一位读者,尤其是实验室管理领导。本刊从本期起刊登几篇介绍这方面概况和内容要点的文章,以飨读者。阅读时注意文中大量引用了法规文件的严谨表述及术语。

实验室的认可和质量管理体系的建立与运行

邱德仁

(复旦大学 化学系, 上海 200437)

鄢国强

(上海材料研究所)

摘 要: 简要介绍了实验室认可的发展情况,开展实验室认可的必要性,实验室的质量管理体系的建立、运行及认证认可。

关键词: 实验室认可; 认可动态; 寻求认可; 相关政策

中图分类号: T652.6

文献标识码: B

文章编号: 1001-4020(2004)07-0430-05

ESTABLISHMENT AND PRACTICE OF QUALITY CONTROL SYSTEM AND ACCREDITATION OF LABORATORY OF TESTING AND ANALYSIS

QIU De-ren

(Department of Chemistry, Fudan University, Shanghai 200437, China)

YAN Guo-qiang

(Shanghai Research Institute of Materials)

Abstract: A brief introduction of the accreditation of laboratories of testing and analysis was given in this paper, including especially the following items: the development and trends of laboratory accreditation; the necessity of laboratory accreditation; how to apply for laboratory accreditation; and the policy and regulations given by CNAL.

Keywords: Laboratory accreditation; Development and trends; Application for accreditation; Policy and regulations

2003 年 8 月,国务院第 18 次常务会议通过了《中华人民共和国认证认可条例》,9 月发布国务院令予以颁布,条例已于 2003 年 11 月起施行。这表明,我国的认证认可工作进入了一个新的法制化阶段。实验室认证认可工作涉及每一个分析化学实验室,本文就什么是实验室的质量管理体系、怎样建立

和运行该体系和认证认可,作初步的介绍。

1 质量管理体系在分析化学中的发展

分析化学的传统体系是 Kolthoff 在上世纪 50 年代建立的,这个体系由分析人员的理论基础、实验技能、精密仪器和可靠的方法组成,分析结果由准确度和精密度来表征,但质量管理未被考虑在内。传统分析体系在国际、国内运行了半个多世纪。

J. H. Juran 编著的《质量突破》、《质量策划》和

收稿日期: 2003-10-18

作者简介: 邱德仁(1938-),男,浙江德清县人,教授,研究方向原子光谱分析。

《质量控制手册》奠定了全面质量管理的理论基础。他倡导的质量策划、质量控制和质量改进被称为质量管理的 Juran 三部曲。

在上世纪 80 年代,对质量管理体系在美国曼哈顿原子弹工程中确保成功的关键作用作了重新认识,认为质量管理体系适用于所有的产品生产领域,包括以分析报告为产品的分析化学;另一方面,对分析化学的重新评价认识到分析化学(包括测试)是国民生产总值(GNP)中一个可观的组成部分。1982 年德国因分析数据不合格而重做多耗费 120 亿德国马克。1988 年美国每天进行 2.5 亿次分析,其中 10%重做而多耗费 50 亿美元。在西方发达国家中,至少 5% GNP 用于分析化学测量。这还不包括国际贸易中重复分析的经费支出。这些情况导致要求分析工作实行质量管理,并对该体系和实验室能力进行规范化的评估和“认可”。1987 年国际标准化组织(ISO)制订和公布了 ISO 9000 系列文件,将分析测试与企业生产等同纳入实施质量管理。随着实验室质量管理实践的不断总结经验,ISO 和其他国际组织不断更新文件版本。目前的最新文本是 ISO/IEC 17025:1999《检测和校准实验室能力的通用要求》,我国已转化为国家标准 GB/T 15481—2000。

实行质量管理,提高分析工作质量可以减少分析失误而重做的耗费,在供销双方之间减少重复分析,特别是日益增长的国际贸易中减少重复分析更成为现实的需要。因此,商检部门成为建立质量管理体系,实施认证认可制度最积极的一员。

2 认可组织

1977 年举行了国际实验室认可会议(International Laboratory Accreditation Conference, 简称 ILAC),1994 年第 14 届会议时更名为国际实验室认可合作组织,仍简称 ILAC(International Laboratory Accreditation Cooperation)。1987 年欧洲成立欧洲实验室认可合作组织,简称 EAL。1992 年成立亚太实验室认可合作组织,简称 APLAC。通过双边或多边承认协议(简称 MRA),促进国与国之间认可机构的相互承认和实验室分析测试结果的相互认可。

在我国,原国家进出口商品检验局(CCIB)作为国家对进出口商品进行质量监督和检验的技术执法部门,1980 年起参加了 ILAC,1992 年参加了

APLAC 第一届会议。国家商检局先后制定和发布了一系列法规,至 1993 年发布了《进出口商检实验室认可管理办法》,引入国际上实验室认可的程序和方法,对国家商检系统 800 多家实验室进行了考核、认证和注册,推动了商检工作的国际接轨,促进了进出口贸易的健康发展。

1996 年我国商检系统成立了中国国家进出口商品检验实验室认可委员会(CCIBLAC)并发布了一系列实验室认可的文件。1998 年改名中国国家出入境检验检疫实验室认可委员会,并成立中国进出口评定认可中心(CAIE),负责 CCIBLAC 和中国进出口企业认证机构认可委员会(CNAB)的日常工作。

原国家质量技术监督局于 1994 年 9 月成立了中国实验室国家认可委员会(China National Accreditation Committee for Laboratories, 简称 CNACL),CNACL 于 1999 年和 2001 年分别同 APLAC 和 ILAC 签署了多边承认协议。

2002 年 7 月,CCIBLAC 和 CNACL 合并为中国实验室国家认可委员会(China National Accreditation Board for Laboratories, 简称 CNAL)。2002 年 8 月,中国合格评定国家认可中心在人民大会堂揭牌。2003 年 9 月发布国务院令颁布《中华人民共和国认可条例》,标志我国加入世界贸易组织后我国集中统一的认可工作按国际规则建制进入了新的历史时期。

3 分析实验室的认证认可类型

分析实验室的认证认可有实验室认可、计量认证和审查认可(或验收)三种类型。

“实验室认可”是权威机构对实验室进行规定类型检测或校准(对于化学分析实验室就是分析测定)的能力所给予的正式承认。经中国实验室国家认可委员会认可的实验室应当是根据程序规定、经批准从事某领域分析测试活动的机构,其分析结果受到国家承认。“认证”是第三方根据程序对产品、过程或服务(分析实验室是分析服务)满足了规定的要求所发给的合格证书。

申请认证认可的实验室应具有明确的法律地位、具备承担法律责任的能力、承认认可委员会颁布的认可准则、遵守认可规则与认可政策、并履行相关的义务。申请 CNAL 认可的实验室应当建立好质量体系并有效运行 6 个月以上,且完成了内审和管

理评审,方可提出申请。申请被接受后,要经过对实验室的管理要素和技术能力进行现场审查和资料审查。通过 CNAL 认可的实验室将列入“国家实验室认可名录”,在业务认可的范围内可使用具有 CNAL 标志的分析测试报告,并由 ILAC、APLAC 互认协议接轨国际。通过计量认证的实验室可使用 CMA 标志;通过审查认可的实验室可使用 CAL 标志。后两种情况虽然仅对国内适用,不能与国际接轨,但因有计量法、标准化法的法律依据,目前继续维持。

4 质量体系

质量体系在 ISO 9000:2000 中称为质量管理体系,两者在内涵上没有实质性差别。实验室质量体系的形式是编制《质量管理手册》。随着商品生产和国际贸易的不断发展,尤其是我国加入 WTO 后,商品的性能、质量规格日趋规范化,实验室必须有资质有能力向社会提供高质量的分析检测报告,获得社会的信赖和承认。为此,实验室必须建立质量体系并取得权威机构的“认可”(accreditation)。

实验室的质量体系要将组织结构、程序、过程和资源四个部分进行系统地优化与集合于一体,以便将影响实验室分析结果及报告(实验室的产品)质量的因素进行全面的管理和控制。这些因素包括人员、仪器设施、分析方法、仪器及测量的溯源性、采样(文件中常译为抽样, sampling)方法、以及试样的处置等。制订质量体系还必须考虑减少或消除问题的产生,并且体系能够持续有效地运行和改进。GB/T 15481—2000 标准是对实验室的通用要求,它为实验室质量管理提供了一个规范性的模式。

4.1 质量方针和质量目标

建立实验室质量体系首先要明确实验室的质量方针和质量目标。GB/T 15481—2000 中对实验室的质量方针和质量目标的内容阐述为:实验室质量管理体系的质量方针和质量目标应在质量手册中予以规定。总体目标应以文件形式写入质量方针声明。质量方针应由首席执行官授权发布,至少包括以下内容:① 实验室管理层对良好职业行为和为客户提供优质分析测试服务的承诺;② 管理层对分析服务的标准的声明;③ 质量体系的目标;④ 实验室全部人员熟悉并执行与其相关的质量文件、政策和程序;⑤ 管理层遵守标准的承诺。

实验室的质量方针、质量目标能否被全面贯彻

实现的关键在于其质量体系是否达到持续运行和不断改进完善的状态。

4.2 质量体系的组成

(1) 组织结构 组织结构的本质是实验室人员的分工协作关系,其内涵是实验室人员的职、责、权的结构关系,也称为权责结构,其目的是为了实现质量方针及质量目标。设置组织结构时应考虑质量职能的实施和监督两个方面,确保实验室质量方针和质量目标最终得以实现。

(2) 程序文件 程序文件是实验室人员的行为规范和准则,明确规定某工作应当由哪个部门做,由谁做和怎样做。程序分管理性程序和技术性程序两种。技术性程序通常指作业指导书(操作规程)之类。程序文件的制定、批准、发布应遵守文件控制程序。

(3) 过程 实验室根据自身情况确定有哪些过程,并确定实施这些过程相应的职责、权限、程序和资源。实验室通过对各种过程进行管理来实现质量管理。

(4) 资源 资源包括人员、仪器设备、资金、技术和方法。质量体系应当提供适当的资源来确保过程和分析工作的质量。实验室的资源保障主要表现在是否具有合乎分析测试工作所需的有丰富经验和资历的分析测试技术人员和各种仪器设备。为此,实验室应当强化分析人员的技术培训、技术考核和业绩质量考核,加强仪器设备的维护、增添及更新,跟踪和开发新的分析测试方法。

5 质量体系的建立

5.1 质量策划

实验室建立质量体系的过程就是质量管理和质量策划的过程。质量策划是质量管理的一部分,它致力于制定质量目标并规定必要的运行过程及相关资源,以实现质量目标。质量策划的内容还包括对质量目标实行定期评审;对评审所发现的差距寻求改进;提高质量管理效率;也可以提高原设定的质量目标。所有这些内容都应当形成文件。

5.2 分阶段建立体系

(1) 系统地全面学习和理解 GB/T 15481—2000《检测和校准实验室能力的通用要求》和中国实验室国家认可委员会制定的《实验室认可准则》(CNAL/AC 01—2003)。实验室负责人要率先学习,以便正确引导建立质量体系的进程。

(2) 实验室最高管理者亲自主持制定质量方针

和质量目标,规定质量体系要达到的水平。

(3) 根据实验室的工作类型、工作范围及工作量,考虑具有的人员素质、仪器设备、运行质量体系的经验等资源,确定分析检测报告的形式,列出实现质量方针及质量目标所选择的要素和控制程序。

(4) 设定或调整机构,分配质量职能,落实质量职责。

(5) 编制质量体系文件。通过编制质量手册、程序文件,确定各项质量活动的工作方法,使各项质量活动有章、有序、有效,协调地进行。

为了满足制定的质量体系能符合要求,应收集包括法律、法规,国际、国内、行业的技术标准,分析检测技术方法标准,CNAL 技术规范,以及委托方和市场的需求等。

建立质量体系时,要将本实验室现状与 GB/T 15481—2000 及 CNAL/AC 01—2003 进行比对,并找出差距。

5.3 编制质量体系文件

(1) 质量体系文件是描述实验室质量管理体系的整套文件,是实验室内部实施质量管理必须执行的法规。所有文件都必须符合法律、法规和有关标准的规定。

质量体系文件包括:质量管理手册,质量计划,过程控制文件,作业指导书,操作规程,收集和报告数据的表格,完成任务过程的记录等。

(2) 质量管理手册的内容按 GB/T 15481—2000 的规定,实验室管理体系应当覆盖在实验室固定设施内的工作,以及离开实验室固定设施场所或在有关临时设施、移动设施中进行的工作(如去现场采样)。所有这些工作必须能满足客户及法定管理机构的要求,能满足认可机构的要求。

实验室的每项作业都是“活动”,程序是规定活动的方法。不一定所有活动都要建立书面文件,但质量体系的工作程序必须建立文件,以便对这些工作进行持续和恰当的控制。按照 GB/T 15481—2000 的要求,应建立文件的程序有:保护客户的机密信息和所有权的程序;保证实验室诚信的管理程序;文件发布与更新的控制程序;标书、合同的评审程序;供应品采购、验收、存储程序;客户抱怨(即质量投诉)处理程序;不符合工作(non-conforming testing / work)的控制程序;实施纠正措施的程序;实施预防措施的程序;分析检测记录的控制程序;内部审核程序;管理评审程序;培训程序;实验室内务

管理程序;开展新工作的评审程序;分析方法的确认程序;分析结果不确定度的确认程序;数据保护程序;仪器设备维护程序;量值溯源与校准(包括标准物质、参考标准)程序;中期核查程序;抽样(sampling 即采样、取样)程序;试样处理程序;分析结果的质量保证控制程序;在实验室固定设施外进行工作的附加程序;分析检测报告及证书的管理程序等。所有这些质量程序都需要文件化。

6 质量体系的试运行和持续改进

6.1 试运行

质量体系文件编制完成后,进入试运行阶段。在试运行阶段,实验室成员要学习所建立和国际接轨的质量体系,并加以贯彻。通过实践发现不足,进行纠正或补充完善。

试运行过程中,实验室质量监督员要监督分析检测直到形成分析检测报告的全过程,监督员应将监督中发现的问题作书面记录并予保存,作为审核或评审的依据材料。

试运行结束后要安排一次内部审核,以便及时纠正所发生的问题。审核也是为了验证所建立的质量体系的有效性。

质量体系是否得到认真贯彻执行,表现在:工作必须有程序,程序必须执行,执行过的工作必须有记录。

6.2 内部审核

内部审核简称内审,也叫做第一方审核,是实验室内部为了检验质量体系及其要素是否符合标准规定的要求以及是否得到持续的有效运作而进行的全面、系统、独立的审核,内审必须形成文件。

内审应根据所审核的范围与重要程度,以及以往的审核结果,制订内审计划,其依据是质量手册和程序性文件。

内部审核工作应由经过培训的有资质的人员进行。经过启动、现场检查、现场审核等步骤后形成审核报告。审核报告应包括:审核目的及范围,审核计划,审核组成员与受审方代表的名单,审核日期,受审部门,审核的依据文件,不合格项的观察记录,审核组对该质量体系与有关标准法规或文件的规定是否符合的判定意见等。

6.3 管理评审

管理评审通常至少每年进行一次,由实验室最高管理者对质量方针、质量目标和质量体系的适应性进行评价,以确保体系能持续有效。所谓适应性,

是指当实验室内部外部环境发生变化时(例如分析实验室的新分析项目,新任务,新技术),质量体系有所改进而满足新情况要求的能力。因此,管理评审要在现有质量体系评审的基础上对质量方针、质量目标的修订或某过程的改进。

当组织结构发生重大变化、或发生严重质量事故、客户严重投诉、实验室任务需求有重大变化时,最高管理者应增加评审次数。

管理评审需要评价的内容有:过去一年中的业绩是否达到、完成或超过质量方针、质量目标的要求;管理人员、监督人员的工作状况是否达到预期要求;内审结果表明实验室质量管理体系的运行是否受控和有效;预防措施和纠正措施的情况;外部评审结论对整改的要求;分析实验室进行比对试验和能力验证的结果;工作量及工作类型变化的相应措施;客户反馈及实验室缺陷;客户抱怨后的改进措施等。

管理评审会议由最高管理者主持并作出结论及决议。

6.4 实验室能力验证

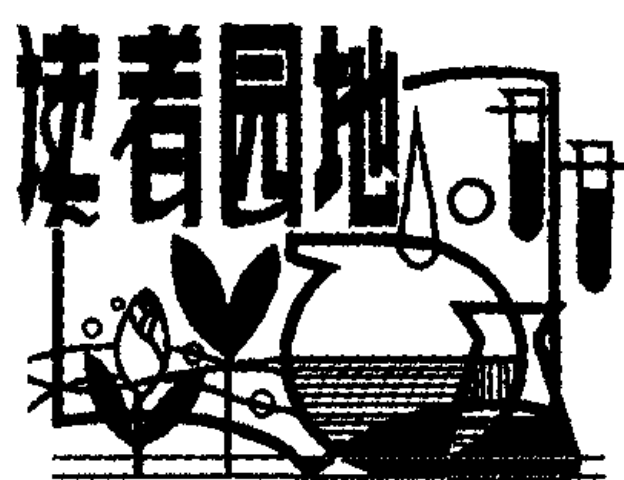
实验室的能力验证通过实验室之间进行比对试

验来确定。参加能力验证活动为实验室提供了客观评估和证明其分析数据可靠性的依据。能力验证也是国际间认可机构互认的基础之一。

CNAL 已制定了《能力验证规则》。《规则》规定,申请认可的实验室在获得认可前,应至少参加一次适当的能力验证活动;已获得认可的实验室的每个主要认可领域每 4 年至少参加一次能力验证活动;已参加 CNAL 组织的实验室或 CNAL 承认的实验室的能力验证计划且获得满意结果的,自通知发布之日起的 4 年内,在 CNAL 评审活动中原则上不再安排对有关项目的分析测试审核和现场试验。

7 结语

在质量管理体系的建立和运行过程中,必然会发现体系文件中一些不合理、不完善的内容,新建体系的实验室尤为显著。经过一段时间的运行,问题逐渐暴露出来。因此,质量管理体系的不断修改、不断完善是实验室质量管理的永恒主题。实验室通过认证认可实验室在管理上和技术能力上满足国际标准规范要求的标志之一。



问:有哪些磷的含氧酸(或盐)在金属材料分析中有重要的用途?它们的分子结构与特性如何?

贵州读者——李林

答:在金属材料分析中常用的磷的含氧酸有正磷酸、次磷酸、偏磷酸等。正磷酸常在溶解及锰(II)的氧化过程中作为配位体,使钨(VI)、锰(II, III)等离子处于配合状态而不沉淀析出。次磷酸(或其钠盐)常作为还原剂,如锡青铜、锡青铜中碘量法测定锡时用作锡(IV)的还原剂。偏磷酸可用作掩蔽剂等。

为了说明上述磷的几种含氧酸的化学性质,特将它们的名称、磷在化合物中的表观电荷数、分子式、结构式及存在形态列于表 1 中。

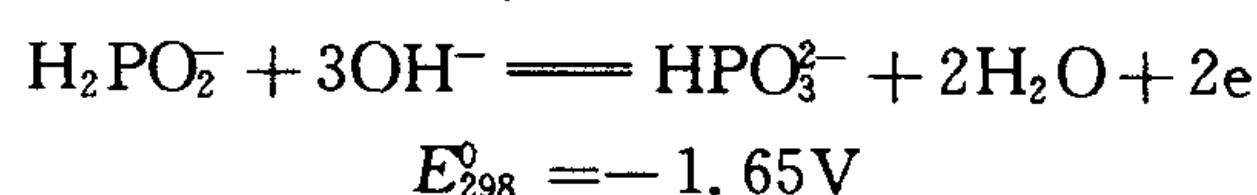
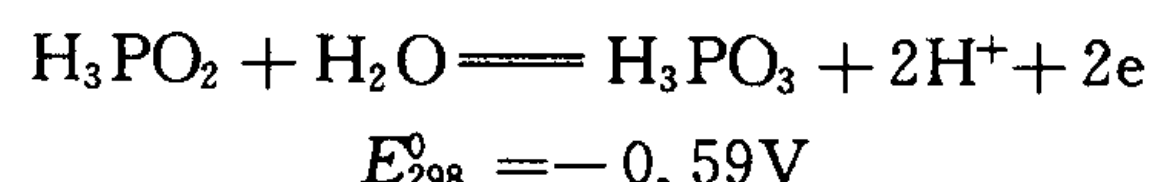
如表中所示,次磷酸的分子结构, —OH 中的氢是可以电离的,电离后阴离子为 H_2PO_2^- , 其结构呈四面体构型。在水溶液中,次磷酸表现为中强一元酸, $K_a = 10^{-2}$, 它的盐都能溶于水。次磷酸中的磷处于中间氧化态,加热时酸或其盐分解生成包括最高价

表 1 磷的三种重要的含氧酸

Tab. 1 Three oxygen containing acids of phosphorus frequently used in analytical chemistry

分子式 Empirical formula	名称 Chemical name	表观电荷数 Apparent valency	可能的结构式 Structural formula	存在形式 State of existence
H_3PO_2	次磷酸	+1	$\begin{array}{c} \text{H} \\ \\ \text{O}=\text{P}-\text{OH} \\ \\ \text{H} \end{array}$	酸、盐
HPO_3	偏磷酸	+5	$\begin{array}{c} \text{HO}-\text{P}=\text{O} \\ \\ \text{O} \end{array}$	盐
H_3PO_4	正磷酸	+5	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{HO}-\text{P}-\text{OH} \\ \\ \text{OH} \end{array}$	酸、盐

态和最低价态在内的多种价态的化合物,如 PH_3 、 P_2H_4 、 H_3PO_3 、 H_3PO_4 等。由下述反应的标准电位可知次磷酸(及其盐)为强的还原剂:



(待续)

吴 诚

(上海材料研究所 200437)