

罗建波 杨杏芬 主编

公共卫生实验室能力验证 实施指南



中国质检出版社
中国标准出版社

公共卫生实验室能力验证 实施指南

罗建波 杨杏芬 主编

中国质检出版社
中国标准出版社

图书在版编目(CIP)数据

公共卫生实验室能力验证实施指南/罗建波,杨杏芬
主编. —北京:中国标准出版社,2012

ISBN 978-7-5066-6728-9

I. ①公… II. ①罗… ②杨… III. ①公共卫生-
实验室-验证-指南 IV. ①R197.38-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 044363 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 16.25 字数 374 千字

2012 年 4 月第一版 2012 年 4 月第一次印刷

*

定价 50.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

编 委 会

主 编 罗建波 杨杏芬

副主编 陈文胜 钟志雄

编写人员 (按姓氏笔画排序)

马 聪 邓秀燕 邓 莉 刘佛民

闫慧芳 杨杏芬 何 平 张 静

陈文胜 罗建波 钟志雄 谭剑斌

谭慧嘉

前

言



能力验证是利用实验室间比对的方法对实验室测量能力的衡量。参加能力验证计划是实验室测量结果质量保证的重要手段,有助于实验室评价和证明其测量数据的可靠性,发现和纠正自身存在问题,改进测量工作。公共卫生实验室通过参加能力验证活动,不但能检查设备性能和运行状态,检验人员素质和操作水平、标准物质的应用、化学试剂的纯度和试验用水是否符合要求,还能有效地监控实验室能力的维持情况,发现实验室在工作中存在的问题并制定相应的改进方法和纠正措施,进而增加客户对实验室出具检测数据的信任度,满足管理部门和社会公证活动的需要;促进实验室间合作和经验交流,促进检测市场的形成和提高市场竞争力,有利于检测系统资源的开放。由此可见,科学、有效地组织和运作能力验证活动,对提高公共卫生实验室的技术能力,确保出具报告的质量,提高国际竞争能力,打破国际技术贸易壁垒,具有十分重要的意义。

我国的能力验证工作相对起步较晚,经过近二十年的发展,我国建立了统一的实验室管理和组织能力验证的制度,实验室能力验证体系也已经逐步成型,但在公共卫生领域的应用还有待深入研究和完善。

本书主要介绍能力验证的发展历程、公共卫生实验室能力验证发展现状、国内外能力验证机构及提供者、相关基础知识和能力验证组织实施,以及参加能力验证的程序,并附有能力验证实施案例。

本书由罗建波、杨杏芬组织编写,广东省疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、中国合格评定国家认

可中心(CNAS)的有关专业人员参加编写。主要参加编写人员有罗建波、杨杏芬(第一章,第三章第一节、第二节、第三节),陈文胜、谭慧嘉(第二章第一节,第二节四、七、八,第五章第四节、第五节),钟志雄、邓秀燕(第二章第二节二、三、五,第三章第四节,第四章、第五章第一节、第二节、第三节),何平(第三章第四节),谭剑斌(第二章第二节六,第五章第一节、第二节、第三节),马聪、邓莉(第二章第二节七,第四章第一节,第五章第一节、第二节),张静(第二章第二节一),刘佛民(第二章第三节,第四章第一节四、五),闫慧芳(第二章第二节九)。

本书可供公共卫生检测机构管理人员和实验室专业技术人员、认证认可从业人员阅读使用,也可作为高等院校相关专业教学参考读本。由于认识水平有限、工作积累不足,书中难免存在疏漏和不足,敬请读者指正。

编 者

2012年3月

目



录

第一章 绪论	1
第一节 能力验证的作用和意义	2
第二节 能力验证的组织策划	2
一、组织机构	2
二、需求分析	3
三、产品特性	4
第三节 能力验证的主要过程	4
一、策划和设计阶段	5
二、实施阶段	7
三、评估和改进阶段	11
第四节 公共卫生实验室的能力验证	11
一、公共卫生领域能力验证工作方法	11
二、项目开展	14
参考文献	16
第二章 公共卫生实验室能力验证工作现状	18
第一节 公共卫生实验室的能力要求	18
一、概述	18
二、专业领域及特点	19
三、工作任务及能力建设标准要求	23

第二节 各相关专业检测能力考评	31
一、食品安全监测	31
二、化妆品安全性检测	35
三、涉水产品安全性检测	37
四、消杀产品检测	41
五、公共场所现场检测	42
六、医学检验	46
七、病原微生物检测	49
八、地方病监测	53
九、职业卫生监测	54
第三节 存在的问题及对策	57
一、存在的问题	57
二、对策	59
参考文献	61
第三章 国内外能力验证机构及提供者	63
第一节 国际组织的能力验证法规文件	63
一、亚太实验室认可合作组织(APLAC)	63
二、国际实验室认可合作组织(ILAC)	64
三、澳大利亚国家检测机构协会(NATA)	67
第二节 我国的能力验证法规文件	67
一、CNAS 制定的主要法规	67
二、CNCA 制定的主要法规	73
第三节 CNAS 能力验证要求	73
一、对合格评定机构的要求	73
二、现场评审中的有关事项	75
三、对结果报告的解读和评价	76
四、收费	76
第四节 能力验证提供者	77
一、英国政府化学家实验室(LGC)	77
二、食品分析能力评估计划(FAPAS)	81
三、环境与资源联合会(ERA)	83
四、资源与技术公司(RTC)	85
五、标准溶液供应公司(NSI)	87

六、澳大利亚能力验证机构(PTA)	87
七、澳大利亚质量服务专门机构	89
八、室内比对技术研究所(IIS)	90
九、国际分析家学会(AOAC)	91
十、美国油类化学家协会(AOCS)	93
参考文献	95

第四章 能力验证基础知识

第一节 样品制备基本设施

一、称量设备	96
二、粉碎、均质设备	97
三、筛网	100
四、全自动微生物鉴定系统	101
五、样品分装设备和包装材料	107

第二节 正交试验设计

一、名词术语	109
二、正交试验设计	109
三、正交试验结果分析方法	113
四、应用实例:求出蔗糖酶的最适温度和最适 pH	115

第三节 样品均匀性评价

一、均匀性检验的要求	118
二、均匀性研究	120
三、均匀性检验常用的统计方法	120

第四节 样品稳定性评价

一、稳定性研究	125
二、趋势分析	125
三、稳定性检验的要求和方法	126

第五节 结果统计分析

一、样品的指定值	128
二、数据的正态分布检验	130
三、结果的稳健统计法	131
四、软件统计能力验证数据	137
五、分析系数评价法	140
六、质量控制图	142
七、Youden 图	155

八、Z 比分数图	156
第六节 不确定度评定	157
一、不确定度分类及概念	159
二、测量不确定度与测量误差	160
三、不确定度的来源	161
四、A 类和 B 类不确定度的评定	162
五、A 类和 B 类不确定度的合成	166
六、测量结果不确定度的评定基本步骤	168
七、应用实例	169
参考文献	178
第五章 能力验证的组织与参加	181
第一节 组织策划与实施	181
一、能力验证计划的组织策划	181
二、能力验证的实施	186
第二节 能力验证样品制备过程	189
一、理化检验能力验证样品制备	189
二、样品均匀性和稳定性检验及定值	202
三、微生物实验室能力验证样品制备	206
四、毒理实验室能力验证	213
第三节 结果评价与处置	217
一、结果统计与评价	217
二、能力验证报告编制	220
三、利用软件统计能力验证数据	227
第四节 参加能力验证程序	228
一、掌握能力验证信息动态	228
二、计划阶段	228
三、实施阶段	229
四、结果反馈阶段	230
第五节 不满意结果的纠正	230
一、组织自查及进行原因分析	230
二、实施不符合工作的整改及验证	231
三、完成整改报告	231
参考文献	232

附录一 实验室能力验证实施办法(国家认证认可监督管理委员会 2006 年第 9 号公告)	236
附录二 部分相关能力验证组织机构和能力验证提供者一览表	239
一、国际认可合作组织和权威机构	239
二、CNAS 认可的能力验证提供者	239
三、CNAS 互认机构认可的能力验证提供者	241
四、测量审核指定机构	245



能力验证(proficiency testing, PT)是指利用实验室间比对来确定实验室的校准/检测能力或检查机构的检测能力。能力验证活动向官方机构、实验室认可组织、实验室的客户以及其他相关各方提供实验室测量能力的证据,有助于相关方选择、评价、认可和信赖有能力的实验室。参加能力验证计划是实验室测量结果质量保证的重要手段,有助于实验室评价和证明其测量数据可靠性,发现和纠正自身存在问题,改进实验室的测量工作。能力验证的组织者和协调者可以通过能力验证活动提高其组织和协调能力,完善质量管理工作,提高测量及相关技术能力。通过能力验证活动,还可以推动相关方技术和管理经验的交流与合作,有利于实验室测量工作的共同发展。

能力验证在第二次世界大战后逐渐兴起,交流协作和信息共享是其发展中最大的特点。美国病理学会(College of American Pathologists, CAP)是已知提供能力验证服务最早的机构,1949年CAP就开始组织能力验证计划,目前已有将近30 000家实验室参与其计划,CAP被公认为是实验室质量保证的领导者。欧洲十几个国家在1996年也联合建立了一个能力验证数据库,名为欧洲能力验证信息系统(European Proficiency Testing Information System, EPTIS)。国际实验室认可合作组织(International Laboratory Accreditation Cooperation, ILAC)、亚太实验室认可合作组织(Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation, APLAC)、澳大利亚国家检测机构协会(National Association of Testing Authorities, NATA)为当前国际上公认的提供能力验证服务的权威机构,我国实验室认可认证以及能力验证的方法标准均是参考以上组织的标准来制定。国内实验室积极地参与以上机构组织的能力验证,进一步促进了我国的能力验证工作向国际化的方向发展。

我国的能力验证工作起步较晚,逐步建立了统一的实验室管理和组织能力验证的机构。1994年10月成立了中国实验室国家认可委员会(CNAACL),随后1996年成立中国国家出入境检验检疫实验室认可委员会(CCIBLAC)。2002年7月,CNAACL与CCIBLAC合并,组成我国唯一的实验室认可机构——中国实验室国家认可委员会(CNAL)。2006年3月,为适应我国认证认可事业发展的需要和国际标准的变化,CNAL和中国认证机构国家认可委员会(CNAB)合并组建中国合格评定国家认可委员会(China National Accreditation Service for Conformity Assessment, CNAS),统一负责实施对认证机构、实验室和检查机构的认可工作。中国国家认证认可监督管理委员会(CNCA)是国务院授权的履行行政管理职能、统一管理、监督和综合协调全国认证认可(包括实验室认可)工作的主管机构。1999年后,全国性的能力验证项目基本由CNCA和CNAS组织实施。

第一节 能力验证的作用和意义

能力验证(PT)活动,特别是国际实验室间能力验证活动中所涉及的不同国家或地区存在不完全相同的测量标准、测量方法和测量手段,这些区别有时会直接影响到测量结果的准确性。因此国际实验室间能力验证活动有利于增进测量结果的可比性。

管理始终是决定质量活动成败的关键因素之一。对能力验证过程的质量控制是能力验证过程管理的重要组成部分。轻视对能力验证计划的管理,缺乏系统的能力验证管理办法特别是能力验证过程的质量控制方法是一些能力验证活动失败的重要原因之一。因此,研究适合能力验证过程的质量控制方法,促进能力验证活动的科学管理,对满足能力验证的质量要求,提高能力验证活动的有效性和效率具有积极的意义。

能力验证是中国合格评定国家认可委员会(CNAS)评价实验室检测技术能力的重要技术方法,也是维持认可机构间国际互认的基础。已获实验室认可的机构是否积极参加国际能力验证计划以及有效地开展其国内计划,已成为签署国际间互认协议的重要条件。目前提供能力验证的机构有国际权威机构[如欧洲认可合作组织(European co-operation for Accreditation, EA)、国际计量委员会(International Committee for Weights and Measures, CIPM)、亚太计量规划组织(Asia/Pacific Metrology Program, APMP)、国际实验室认可合作组织(ILAC)、亚太实验室认可合作组织(APLAC)]和国内权威机构[如 CNAS、CNAS 互认的认可机构的能力验证计划提供者(Proficiency Testing Provider, PTP)、测量审核实施机构、其他符合要求的政府部门及行业机构]。

公共卫生实验室是为了满足公共卫生的需要而设置,承担疾病控制、环保监测、健康危害因子监测、职业卫生监测、放射防护卫生监测、食品卫生、环境卫生、学校卫生监测等检验工作,建立了微生物检验、理化检验、毒理检验、媒介生物检验、消毒检验、疾病监测等专业实验室。公共卫生实验室主要分布的行业有卫生部门(疾病预防控制中心、职防院)、科学院系统、高等院校、进出口检验检疫部门、农业部门、药检部门、环境监测部门等。公共卫生实验室通过参加能力验证活动,不但能检查设备性能和运行状态,检验人员素质和操作水平、标准物质的应用、化学试剂的纯度和试验用水是否符合要求,还能有效地监控实验室能力的维持情况,发现实验室在工作中存在的问题并制定相应的改进方法和纠正措施,进而增加客户对实验室出具检测数据的信任度,满足管理部门和社会公证活动的需要;促进实验室间合作和经验交流,促进检测市场的形成和提高市场竞争力,有利于检测系统资源的开放。由此可见,科学、有效地组织和运作能力验证活动,对提高公共卫生实验室的技术能力,确保出具报告的质量,提高国际竞争能力,打破国际技术贸易壁垒,具有十分重要的意义。

第二节 能力验证的组织策划

一、组织机构

实验室能力验证的基本目的是评价实验室的测量能力,它需要由一定的组织实施或简

单或复杂的一系列过程来实现,能力验证的管理机构、能力验证提供者、参加实验室构成能力验证的基本组织结构。当参加实验室的范围跨越多个认可机构所在区域时,这些认可机构将被包含于能力验证的基本组织结构中;需要时,能力验证提供者可能会将能力验证的部分工作分包给协作机构,这时协作机构也包含在能力验证的基本组织结构中。参加实验室的客户、相关的认可机构、官方机构等可能出于相同或不同的目的关注能力验证过程及其产品,构成能力验证的相关组织结构。有时,能力验证提供者还需要从供方购买必要的产品或服务。能力验证的基本组织结果和相关组织结构及其相互关系可由图 1-1 表示。图中各组织结构之间的连线表示在组织机构之间的某种信息或物质交流,其具体内容随不同的能力验证过程而不同。

二、需求分析

对实验室测量能力的评价源自于证实实验室测量结果准确性、可靠性和符合性的需求。这些需求可能来自于实验室内部,也

可能来自于实验室外部,还可能两者兼具。当来自于实验室内部时,这种需求是实验室质量管理要求的一部分,实验室可能将参加能力验证当作测量结果质量保证的手段之一及发现实验室技术和管理缺陷的方法之一。当来自于实验室外部时,官方机构、认可机构及实验室的客户等相关组织将能力验证活动得出的评价结论用作判断参加实验室测量能力或信赖这些实验室的依据之一;在另一种情况下,这些相关组织可能要求实验室参加某种能力验证活动,期望得到这些实验室测量能力的依据。正是由于有开展能力验证活动的这些需求,才导致能力验证活动的存在,同时规定了能力验证活动的目的、能力验证产品质量要求及能力验证过程的控制要求。能力验证的需求情况可简略地用图 1-2 表示。

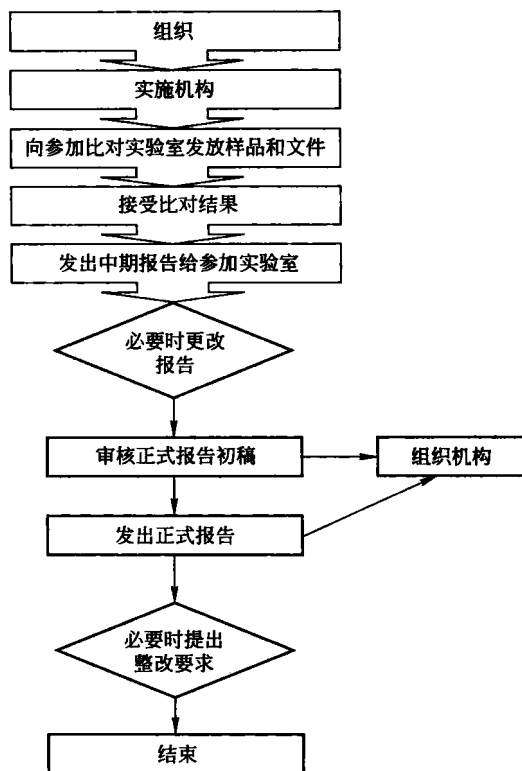


图 1-1 实验室间能力验证组织结构图

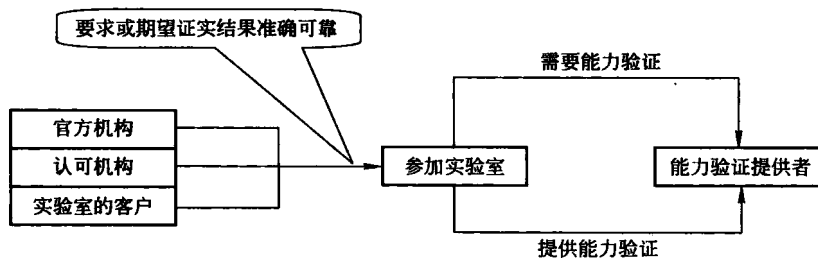


图 1-2 能力验证需求示意图

三、产品特性

能力验证过程的主要产品一般以能力验证报告的形式存在,包含对参加实验室测量能力的评价、统计和技术分析以及相关信息,如能力验证计划模式、相关组织、计划运行的时间等,能力验证报告一般属于软件产品。能力验证过程还可能产生其他产品,例如能力验证剩余样品、经过验证的样品制备方法、参加认可机构及参加实验室的基本信息。

能力验证过程主要产品——能力验证报告的质量特性主要体现在以下几个方面:

1. 准确性

能力验证报告应对参加实验室的特定测量能力给出准确评价,在很多情况下,评价的准确性包括统计结论的准确性。期望一次能力验证活动 100% 正确地评价参加实验室的测量能力是不现实的,但可以期望能力验证活动得出高的正确评价率。有时,报告错误评价的可能性可以部分地表征能力评价的准确性,但并不存在可接受的正确评价率的绝对标准。

2. 适用性

适用性是指能力验证报告应该能给出合理的技术分析信息,即合理分析影响测量过程的主要因素,适合参加实验室纠正和改进测量工作。适用性与准确性具有密切的关联,没有准确的评价,能力验证报告中所提供技术分析信息可能会不适合参加实验室的纠正或改进,甚至会参生误导;没有合理的技术分析信息,参加实验室可能需花费更多的时间寻找纠正或改进的关键点。

3. 时效性

应能在计划的时限内完成能力验证报告,超过计划的时限会降低能力验证活动的效率,还可能增加能力验证活动的成本。另外,如果参加实验室不能及时应用能力验证的结论证实测量能力或改进测量工作,则会降低能力验证活动的作用。

4. 保密性

能力验证报告中应能够对参加实验室的有关信息予以保密。在发布能力验证报告前泄露参加实验室的有关信息可能会导致参加实验室之间的沟通,这种沟通有可能导致串通和伪造测量结果的行为,影响能力评价的准确性。在发布能力验证报告后泄露参加实验室的有关信息将侵犯参加实验室的权利,还可能会导致信誉受损。

5. 经济性

能力验证报告的经济性不仅取决于该报告本身,还与得出该报告能力验证过程有关,昂贵的能力验证成本将会增加参加实验室的质量保证成本或其他相关方的投资,如果超出其可接受的范围,将紧缩对能力验证的需求,甚至导致能力验证活动无法进行。合理的能力验证成本应是各相关方所能够接受的。

第三节 能力验证的主要过程

实验室间试验计划模式下能力验证的主要过程如图 1-3 所示。按照能力验证计划的时

间顺序,可以划分成策划和设计阶段、实施阶段及评估和改进阶段。图 1-4 概要地给出了能力验证主要过程的质量控制方法。

一、策划和设计阶段

该阶段包含策划过程、方案设计过程和计划申请过程。

1. 策划过程

该过程主要由能力验证提供者完成,属决策过程,包括相关信息的收集、整理、分析和转化活动。其主要过程是根据收集的信息或以往的经验对能力验证的需求加以分析,通过对自身资源状况的评审、预期参试方的测量能力和参试愿望等作出预测,必要时调查预期的协作机构能力和资质,以决定待开展的能力验证计划的范围和内 容,并将能力验证的需求转化成能力验证过程的预期要求输出,包括能力验证的测量项目、计划模式、参试方范围、能力验证预期完成的时限、预算额度和预期实现的目标。

决策的失误会导致能力验证过程中止或无法实现预期目标。能力验证策划过程所输出的信息质量取决于策划者所掌握信息的准确性、处理信息的方法等。对决策过程的质量控制存在多种方法,专家评价是一种比较适合策划过程的质量控制方法,这些专家应包括测量技术专家和质量管理专家,在大多数情况下还应包括统计专家。经过专家评价的决策信息可能需要部分修改或放弃,直至取得大多数专家一致的肯定或否定意见。有时,策划过程的信息来源于方案设计过程输出的反馈信息,则可能需要在方案设计过程结束后修改输入的要求并重新评价策划过程。

2. 方案设计过程

该过程主要由能力验证提供者完成,必要时涉及协作机构的工作,属设计和开发过程。它包括设计能力验证程序、方法,安排计划时间,分解预算,设计重要的限制要求,必要时包括相关的研究和开发活动,在研发活动中还可能涉及必要的采购过程。

在实验室间比对计划模式下,方案设计过程首先需要向计划实施阶段的各过程输出必要的程序和方法,例如邀请参试程序、采购程序、样品制备程序、样品传递程序、结果接收程序、信息汇总程序、报告程序、审核和评审程序、参试方私有信息保密方法、统计方法、样品制备方法、质量控制方法等。第二,方案设计过程应输出实施阶段各过程的计划时间表和预算分配表,作为对实施阶段各过程的时效性和经济性的控制目标。第三,方案设计过程还应分别向相关的过程输出限制要求,例如向邀请参试过程输出参加实验室资质限制要求(有时包

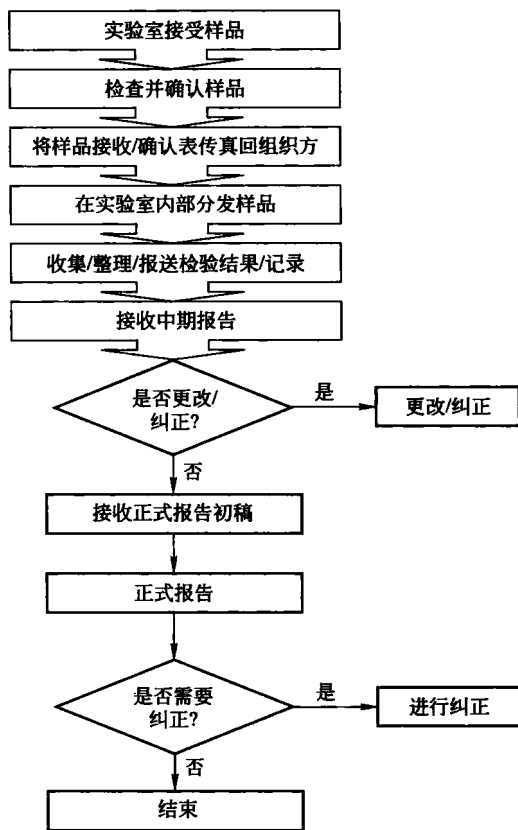


图 1-3 参加比对实验室工作流程

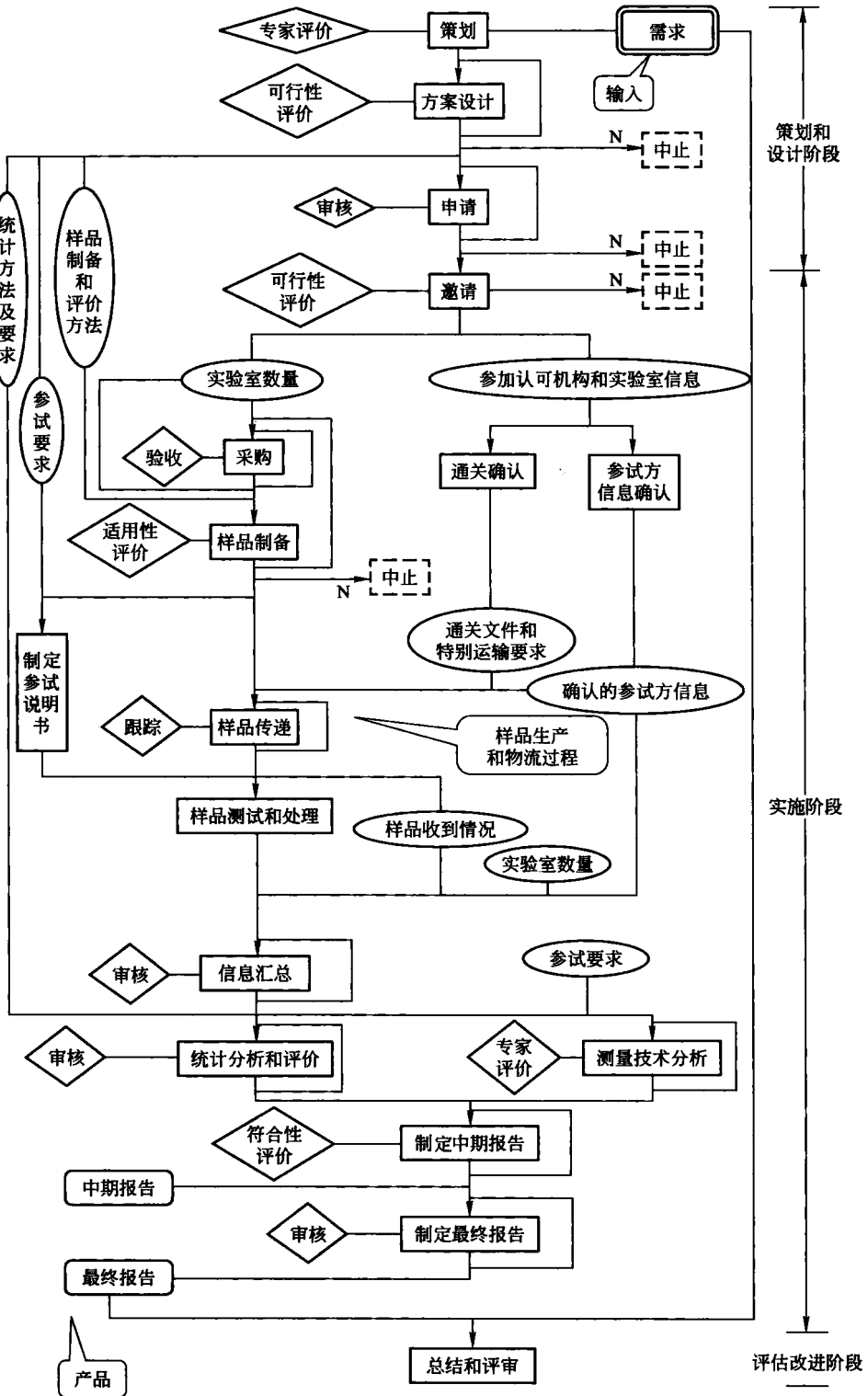


图 1-4 能力验证主要过程的质量控制方法