

管理与改革

浅谈环境监测实验室设备管理

赫元萍, 唐雅萍

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

摘要: 针对目前实验室认可和实验室资质认定评审中环境监测实验室普遍存在问题, 提出正确实施仪器设备量值溯源、期间核查、维护, 编写仪器设备使用维护规程, 制定仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认的总体要求, 完善仪器设备档案管理, 确保管理体系持续有效运行。

关键词: 环境监测实验室; 仪器设备; 量值溯源; 检定; 校准; 期间核查

中图分类号: X830 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2009)01-0001-04

Discussion on Management for Environmental Monitoring Laboratory Equipment

HE Yuanping TANG Yaping

(Nanjing Environmental Monitoring Central Station, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

Abstract The general requirements were submitted on the correct implementation of accuracy traceability, period check, maintenance, operating regulations, calibration and / or verification (confirmation) for the instruments and equipment according to problems in the environmental monitoring laboratories at the laboratory accreditation and laboratory qualification certification. It was important for improving equipment file management to ensure continued and effective operation of the management system.

Key words Environmental monitoring laboratory; Instruments and equipment; Accuracy traceability; Verification; Calibration; Period check

依据 5 实验室资质认定评审准则 6 (国认实函 [2006]141 号) (以下简称 5 评审准则 6)、5 检测和校准实验室能力认可准则 6 (CNAS-CL01:2006) (以下简称 5 认可准则 6), 针对各级环境监测实验室在 / 实验室认可 0 和 / 实验室资质认定 0 评审中出现的 / 不符合 0, 以及不少偏差、盲点、缺陷^[1-3], 进行总结、归纳、原因分析, 提出改进意见和操作方法, 以促进环境监测实验室设备管理的不断完善。

1 制定仪器设备校准和 / 或检定 (验证)、确认的总体要求

5 评审准则 6.5.5.1 第二款是实验室资质认定 (计量认证) 的特殊要求。由于对准则要求理解的偏差, 评审中发现半数以上实验室未制定或不满足要求, 申请双证的实验室普遍未制定。

(1) 仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认

的总体要求, 是指导对仪器设备分类的技术文件, 是对每一类、每一台仪器设备通过何种方式实施溯源做出的具体规定^[4], 是实验室准确实现仪器设备量值溯源的依据, 涵盖了仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认要求、期间核查、授权使用、环境控制等内容。/ 仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认的总体要求 0 也可称为 / 仪器设备溯源总体要求 0, 一般通过表格的形式实现, 基本内容和格式见表 1。

(2) / 仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认的总体要求 0 作为实验室内部技术文件, 经技术负责人批准后实施, 当新增仪器类别或溯源机构、溯源方式等发生变化时, 需补充修订。

收稿日期: 2008-04-09 修订日期: 2009-01-22

作者简介: 赫元萍 (1963), 女, 河北石家庄人, 高级工程师, 大学, 从事环境监测管理工作。

表 1 仪器设备的校准和 / 或检定 (验证)、确认总体要求格式

序号	检测仪器名称	性能	量值溯源			确认	期间核查		使用		维护		控制	备注
			方式	周期	机构		方法	周期	条件	授权	项目	周期		

(3) 仪器设备在购买之初就要考虑 / 如何实现量值溯源, 避免购买后无法溯源。

2 量值溯源

量值溯源性是通过一条具有规定不确定度的不间断的比较链, 使测量结果或计量标准的值能够与规定的参考标准, 通常是国家计量基 (标) 准或国际计量基 (标) 准联系起来的特性。溯源的目的就是强调所有测量结果或标准的量值都能最终溯源到国家基准或国际计量基准, 即 SI 单位的复现值。

实验室在实施量值溯源中, 虽能够按要求制定仪器设备检定计划, 并定期检定或校准, 但实施效果却不尽人意, 部分项目没有达到溯源的目的。

2.1 检定 / 校准范围

(1) 对于可能影响检测结果准确性的所有仪器设备。

(2) 标准物质 (参考标准), 如: 声级校准器、标准砝码、流量计校准器 (电子皂沫流量计) 等。

(3) 当设施和环境条件对结果的质量有影响时, 维持环境条件的设施 (如: 微生物监测的恒温培养箱、用于样品养护的恒温室)。

(4) 用于监控检测工作环境条件的设备 (如: 温度计、压力表、湿度计等)。

2.2 方式

溯源方式包括计量检定、校准、测试、自校准、使用有证标准物质、比对实验等。列入 / 国家计量器具强制检定目录 0 的仪器设备必须依法送至法定计量机构实施计量检定, 对于未建立 / 检定规程 0 的器具, 溯源方式可以通过校准实现。当工作计量器具未列入 / 国家计量器具强制检定目录 0, 并且实验室具备校准能力时, 可按照国家相关规定对其实施自校准, 但自校准必须建立自校规程。当在某些校准目前尚不能严格按 SI 单位的情况下, 可以通过有证标准物质、实验室比对实现。

2.3 溯源指标

实验室在实施量值溯源时首先应识别对哪些

参数溯源, 以及这些参数的使用范围和控制要求。量值溯源参数, 应确定为对结果有重要影响的仪器的关键量或值, 一台仪器可能有几个量值需要溯源控制。对仪器设备实施校准时, 应针对使用的范围。如对生物培养箱校准时, 应针对使用温度点, 如使用温度为 37 e、44 e, 检定部门应将培养箱内温场中心位置分别设定为 37 e、44 e, 分别测出其温度示值及误差, 多点校准给出温场均匀性。对气体采样设备, 应校准通常使用的 0.1 L/min、0.5 L/min、1.0 L/min 流量值, 通过校准给出其精密度、误差范围、修正因子。

2.4 溯源结果确认

实验室应对溯源结果进行确认, 即对检定证书的结果或校准证书 (技术参数) 是否满足检测相应标准或规范, 满足工作使用要求作确认; 根据检定结果和校准数据判别仪器是否合格能用、降级使用或不能使用。有些实验室往往会忽视对校准报告的确认, 以至于校准结果表明仪器已不能满足方法的要求, 而仍未引起重视。

2.5 修正值的使用

当仪器设备经校准产生修正因子时, 实验室应制定程序, 确保有关数据得到及时修正。环境实验室可能产生修正因子的设备主要有: 噪声测定使用的声级校准器、恒温培养设备、采样设备、压力计、温度计、玻璃量器、滴定管等。并非所有具有修正因子的仪器、设备都要修正, 当对监测结果作测量不确定度评估, 确认某些示值误差对结果的贡献可以忽略时, 可不必对结果修正。如容量分析使用滴定管、容量瓶, 可不必对读数修正。但声级校准器、剂量率、恒温烘培箱、采样设备在使用中必须对使用的声级能量、辐射剂量率、温度、流量修正, 以确保监测数据的准确可靠, 如剂量率修正因子有时会 20%, 甚至还多。实验室应将检定及校准证书的复印件受控并发放至使用者。

2.6 检定 / 校准服务方

根据 5 认可准则 6.4.6.4 实验室应对影响检测和校准质量的重要消耗品、供应品和服务的供应商

评价,并保存这些评价的记录和获批准的供应商名单。为实验室提供检定/校准服务的计量检定部门,作为最重要的服务供应商之一,实验室应对其提供服务的能力和水平实施评价,收集检定服务方(法定计量机构或通过认可的校准实验室)的资质及能力范围,核实其出具的检定证书、校准证书、测试报告是否在其授权范围内,并具有量值溯源信息。校准证书必须给出测量不确定度。

3 期间核查

根据 5 认可准则 6.5.5.10 期间核查是仪器设备在两次检定或校准间隔时间内,对仪器设备等精度的核查,其目的是降低风险,保证量值溯源的准确。

3.1 实施范围

并非所有的仪器设备均需实施期间核查,核查对象:¹ 主要或重要的检测设备;² 稳定性差、易漂移、易老化且使用频繁的仪器设备;³ 经常携带到现场检测的仪器设备;⁴ 使用环境恶劣的仪器设备^[5]。

3.2 方式

核查的方法多样,基本上以等精度(或高于仪器精度)核查的方式。使用参考标准设备核查如渗透管、标气、标准砝码、流量校准计、声校准器等;在一定的时间间隔对仪器的功能核查,或使用两台精度相同的仪器设备比对,或用一台精度相对高的仪器核查相对精度低的仪器设备。一般核查方法来源:检测标准或技术规定中有关要求和方法;仪器设备检定规程(可采用其中需要核查的部分);仪器设备使用说明书、产品标准或供应商提供的方法;对于没有方法来源的仪器设备,应编制期间核查作业指导书。

在化学分析领域,某些仪器设备的期间核查可通过有证标准物质进行。主要应核查仪器的精密性、响应值、基线的变化、准确度(标准样品测定),而不能只测定一个标准样品。

3.3 周期

当检测标准或规范、仪器使用说明书中对核查提出明确要求时,应依据检测标准或规范、仪器使用说明书中规定的频次、周期进行。如噪声监测中,5 工业企业厂界环境噪声排放标准 6 (GB 12348 - 2008) 要求每次使用前,应对噪声仪校准。5 室内空气质量标准 6 (GB/T 18883 - 2002) 中要

求,采样前后应校准空气采样器的进气流量,测量方法标准规定的都应严格执行。

检测标准或规范、仪器使用说明书未做要求时,原则上可以在两次检定或校准周期之间进行 1 次。通过实际工作积累经验,当发现仪器稳定性比预期的差时,应适当加大核查的频次。

3.4 结果评价

实验室/期间核查 0 后,应对数据分析和评价,以求真正达到/期间核查 0 要求的目的。评价依据检测标准或规范、仪器使用说明书的要求。经核查发现仪器设备出现较大偏差时,应及时启动纠正或预防措施程序。例如:对噪声已核查,当使用前后果超过 0.5 dB 测定结果无效。对污染源烟气测定仪期间核查,开始每月用 SO₂ 标准气体核查仪器,记录测定结果,当测定结果偏低时,对仪器作必要调整。当使用一定时间后,通过期间核查会发现仪器核查结果超差会逐渐增大,说明电极在不断老化,此时应加大核查频次,并及时更换传感器。

4 仪器设备日常使用、维护

4.1 仪器设备使用、维护说明书(规程)

5 认可准则 6.5.5.3 要求,设备使用和维护的最新版说明书(厂方提供的)应便于合适的实验室人员取用。作为实验室内部作业性文件,/仪器设备操作(维护)规程 0 应对仪器原理、构造、使用环境要求、操作步骤、维护计划及内容(方法)、功能检查、期间核查方法、维护要求、量值溯源方式、周期、使用注意事项等内容进行描述和规定,在编写功能检查、期间核查、维护要求、量值溯源方式等内容时,应包括:谁来做、何时做、如何做、结果如何评价。

/仪器设备操作(维护)规程 0 在编写中应注意不可流于形式,不可成为仪器使用说明书的/简化 0 版。

4.2 授权使用

大型仪器的使用应授权,使用人员经培训合格持证上岗,须实验室文件化授权后操作使用。如:气相色谱、原子吸收、色质联机、等离子发射光谱等。

当仪器设备涉及国家部门要求或相关安全规定时,使用人员必须经培训取得操作许可证,授权使用。如:特种压力容器(高压蒸汽灭菌设备),对这一要求应引起实验室的重视。

4.3 仪器维护

仪器设备维护的要求,一般指特定的维护,主要是针对仪器设备输出的关键量或值产生影响的关键部件的维护。维护周期可以依据仪器使用说明书的规定。仪器设备维护的目的是确保监测数据准确可靠,延长设备的使用寿命。

维护计划包括两部分:

(1)为日常维护,一般由仪器设备使用者按周期完成;

(2)为对仪器设备关键部件有计划的维护,如:更换易老化、损坏部件,仪器内部定期清洗等,由使用者或供应商操作。后者对降低实验室风险,确保监测数据准确可靠至关重要。

仪器设备维护方法来自仪器设备使用说明书、标准规范要求;操作人员对仪器的构成、测试原理的掌握以及仪器使用的经验积累,通过对仪器维修记录观察分析,找到规律。

4.4 仪器使用环境控制

4.4.1 设施环境要求

5 认可准则 6.5.3.1 要求,实验室设施、环境条件,应有利于检测和校准的正确实施。此环境条件包括仪器设备对环境条件的要求,实验室应关注温度、湿度、振动、腐蚀性气体对仪器设备的影响。仪器间应保持干燥、通风,必要时配有温、湿控制设备,仪器间不应设置洗涤水池,样品前处理也应与仪器分开。

4.4.2 环境条件监控

根据 5 认可准则 6.5.3.2 实验室在对设施环境条件实施监控中存在 3 方面的问题。

(1)滥监控,每个房间一个监控温度、湿度的本子,无论是否开展监测工作均每天记录。

(2)监控不到位,缺少必要的监控记录。

(3)只记录,不控制。如作业文件规定天平使用温度为 15 e ~ 35 e,而仪器使用环境条件记录中温度 < 15 e。说明天平使用时未对其环境加以控制,提供的是不满足要求的证据。

5 仪器设备档案

根据 5 认可准则 6.5.5.5 应建立仪器设备的管理档案,环境保护科技档案管理规定仪器设备应一机一档。按准则要求,其内容包括:仪器设备基本

信息登记、采购资料、开箱验收报告、仪器安装调试报告(一般包括:线性测定、精密度测定、准确度测定),实验室对新购仪器的技术验收报告(检出限、灵敏度、标准曲线、图谱、重现性、准确性-标准样品测定、加标回收试验,实际样品测定、干扰实验等)、说明书和随机附件资料及软件、仪器设备操作(维护)规程、维护计划及维护记录、历次维修记录、量值溯源记录(检定或校准证书)、设备期间核查记录、使用记录、设备降级、停用或报废申请及审批等。

仪器设备档案内容应包括仪器设备从购置、验收、使用、报废这一生命周期的全过程,档案资料齐全与否,对于仪器设备管理人员及仪器使用者对仪器有效管理、正确使用、维护、维修具有非常重要的指导意义^[6-7]。仪器设备档案内容是不断增加,动态管理,使用人员尤其应注意对仪器设备的维护、维修内容做好记录,并定期归档。

6 结语

环境监测数据是否具有代表性、准确性、精密性、可比性和完整性,将直接影响到环境监测为管理服务的质量、环境执法的公正性和严肃性以及为政府决策的科学性。因此必须高度重视环境监测站实验室管理,重视仪器设备管理,并对影响监测工作质量各个环节严格控制,确保管理体系持续有效运行,才能真正展现为政府、为社会提供监测服务的技术实力。

[参考文献]

- [1] 唐雅萍,张丹宁.环境监测实验室认可中应关注的若干问题[J].环境监测管理与技术,2008,20(3):1-51
- [2] 郭晓萌.1 环境监测实验室质量监督之管见[J].1 环境监测管理与技术,2007,19(6):1-31
- [3] 周良.1 实验室认可后环境监测站的内容管理[J].1 环境监测管理与技术,2006,18(1):4-51
- [4] 中国国家认可监督管理委员会.实验室资质认定评审准则[M].北京:中国标准出版社,2006.
- [5] 任一力.环境监测仪器设备的期间核查[J].环境监测管理与技术,2005,17(5):3-41
- [6] 冉文清,蔡大川.检测实验室仪器设备管理[J].现代仪器,2005(6):63-651
- [7] 庄马展.仪器设备管理与实验室认可[J].现代科学仪器,2005(5):88-901