基于控制图的质量管理在酒类分析检测中的应用

黄秋婷,丁 怡,邱佩丽
(广州市酒类检测中心,广东 广州 510160)

摘 要: 探讨了质量控制在酒类分析检测过程质量管理中的运用,以控制图法评价液相色谱测定酒中的苯甲酸含量为例,系统研究了休哈特控制图在酒类检测质量控制中的应用。通过使用统计软件,使数理统计技术更简便易行地应用于检测过程质量控制,在实践中取得良好的效果。

关键词: 控制图; 分析检测; 质量控制; 酒
中图分类号:TS262.3;TS261.7;TS261.4;TS207.7;TS207.3 **文献标识码**:B **文章编号**:1001-9286(2012)02-0070-03

Application of Quality Control Based on Control Chart in Liquor Analysis and Detection

HUANG Qiuting, DING Yi and QIU Peili
(Guangzhou Wine Products Testing Center, Guangzhou, Guangdong 510160, China)

Abstract: The application of quality control based on control chart in liquor analysis and detection was discussed. The use of Shewhart control chart in liquor detection was investigated systematically with control chart method to evaluate benzoic acid content in liquor measured by HPLC as the example. With the help of statistical software, quality control by mathematical statistics became more simple and satisfactory effects could be achieved in practice.

Key words: control chart; analysis and detection; quality control; liquor

食品检测是把握食品质量安全的重要环节,检测数据和结果的准确性是保护消费者生命健康的重要技术支撑。酒类分析检测存在一些特殊情况,例如:由于电子舌、电子鼻等智能感官分析技术尚未成熟,香气、滋味、风格等酒类重要的质量指标仍需依靠检测人员进行感官评定。

在评价感官指标项目时,做好人员、样品、环境设施等方面的控制,对获得可靠结果非常重要。同样,理化、卫生指标的检测过程,涉及到人员、仪器设备、样品处理、方法选择、环境设施、量值溯源、数据处理等,每一个环节的偏差都可能导致错误数据的出现,影响结果的准确可靠性。因此,做好检测质量控制,是保证酒类分析检测活动达到质量要求的重要环节。

现代质量管理奠基者休哈特博士将显著性统计原理应用于控制生产过程,并提出了控制图理论[1]。酒类检测实验室通过建立和实施控制图,可评估和监视检测过程是否处于受控状态,迅速发现异常情况并采取预防或纠正措施,从而减少或消除检测质量问题,达到确保实验结果符合要求的目的。

1 酒类检测实验室的质量控制

实验室质量控制分内部质量控制和外部质量控制。内部质量控制是检测机构对检测质量监控的常规程序,常用的质控手段有:标物核查或比对、使用相同或不同检测方法的重复性测试、留样复测、分析样品不同特性结果的相关性等[2]。有时,内部质控结果很"稳定",但实际上是"稳定"在离群的位置上,仅仅通过内部质量控制是难以发现或识别的。因此,实验室应使用外部质量控制工具,如定期参加实验室间比对或能力验证计划,以验证本实验室的检测数据和结果与其他检测机构的是否一致,差异是否在公认的允许误差范围内。

统计技术是实验室实施质量控制的重要技术工具。实验室可通过分析质控数据识别检测系统发生的异常变异,分析变异的性质、程度和原因,并加以控制。然而,在实际工作中,仅利用单次质控数据评价检测活动,而未采取统计方法对质控数据进行系统分析,是目前国内检测实验室质量控制中普遍存在的情况。笔者使用休哈特控制图,借助 MiniData 软件,使统计技术更简便易行地应用于检测过程的质量管理,在酒类检测实验室内部质量

收稿日期:2011-10-12

作者简介:黄秋婷(1980-),女,广州人,硕士,分析检测工程师,质量工程师,实验室资质认定评审员,研究方向为食品安全及检测、实验室质量控制与管理。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

控制实践中取得了良好的效果。

2　控制图的原理及作法

2.1　控制图的基本概念与原理

控制图是对过程质量特性值进行测定、记录、评估，从而监察过程是否处于控制状态的一种用统计方法设计的图[3]。采用 3σ 原则确定控制界限称为休哈特控制图。若质量特性值服从正态分布，使用休哈特均值控制图时，只要过程在中心值(μ)处“受控”，则测定值 X 出现的概率为 P{μ−3σ＜X＜μ+3σ}=99.7 %。根据小概率原理，若控制图中的质量特性值描点落在上控制限(μ+3σ)与下控制限(μ−3σ)之外或者是在上下控制限之间的排列不随机，则认为过程出现异常。

控制图在分析检测质量管理的应用必须经过两个阶段，即分析用阶段和控制用阶段[4]。在分析用阶段中，实验室需要把非稳态的检测过程调整到稳态，待过程判稳后，延长控制图的控制线，进入控制用阶段，控制图才能用于对日常管理产生的质控数据加以判断。

2.2　控制图类型的选择

休哈特控制图有计量控制图和计数控制图两种类型。常用的计量控制图有：平均值($\bar{X}$)图与极差(R)或标准差(s)图；中位数(M_e)图与极差(R)图；单值(X)图与移动极差(R_s)图等。计数控制图有：不合格品率(p)图或不合格品数(np)图；不合格数(c)图或单位产品不合格数(u)图等[5]。

检测过程的质量控制使用计量控制图。$\bar{X}$–R 图是最常用的计量控制图，$\bar{X}$ 图用于观察正态分布的均值变化，R 图用于观察正态分布的分散或变异情况的变化。当样品量 n＞10 时，由于 R 估计总体标准差 σ 的效率减低，需要使用 $\bar{X}$–s 图。M_e–R 图的好处是直观简单，多用于现场需要把测定数据直接记入控制图进行控制的场合，由于电脑的普及和 SPC 的推行，M_e–R 图的应用逐渐减少。X–R_s 图由于获得的样品信息较少，判断过程变化的灵敏度相对较差，多用于采用自动化对每一个产品都检测、取样费时昂贵的或样品均匀的流程式生产过程等特殊场合。根据酒类分析检测质量控制活动的特点，一般采用 $\bar{X}$–R 图。

2.3　$\bar{X}$–R 图的作法

①确定质量特征统计量，通常选择技术上最重要的、易于测量、能以数值字表示的指标作为统计量，若指标间存在因果关系，一般取作为“因”的指标为统计量；

②获取质控预备数据，对于初步评估而言，建议取子组大小(n)为 4 或 5、子组数(m)为 20～25 的质控数据[6]；

③计算 $\bar{X}_i$ 和 R_i：$\bar{\bar{X}}=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\bar{X}_i$，$R_i=X_{i\max}-X_{i\min}$；

④计算 $\bar{\bar{X}}$、$\bar{R}$：$\bar{\bar{X}}=\frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m}\bar{X}_i$，$\bar{R}=\frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m}R_i$；

⑤计算 R 图控制限并作图，$UCL_R=D_4\bar{R}$，$CL_R=\bar{R}$，$LCL_R=D_3\bar{R}$，其中 D_3、D_4 为与 n 有关的系数，将预备数据点绘在 R 图中，并根据判异准则对状态进行判断，若稳，继续往下绘制 $\bar{X}$ 图，若不稳，则除去可查明原因后转入 2.3④，剔除异常数据后重新计算 $\bar{\bar{X}}$ 与 $\bar{R}$；

⑥计算 $\bar{X}$ 控制限并作图，$UCL_{\bar{x}}=\bar{\bar{X}}+A_2\bar{R}$，$CL_{\bar{x}}=\bar{\bar{X}}$，$LCL_{\bar{x}}=\bar{\bar{X}}-A_2\bar{R}$，其中 A_2 是与 n 有关的系数，将预备数据点绘在 $\bar{X}$ 图中，对状态进行判断，若稳，则继续计算过程能力指数，否则，除去可查明原因后转入 2.3④重新计算 $\bar{\bar{X}}$ 与 $\bar{R}$；

⑦计算过程能力指数并检验是否满足技术要求，$C_p=\frac{T_U-T_L}{6\sigma}$，$T_U$、$T_L$ 分别为上、下规格限，σ 为质量特征统计量分布的总体标准差，可用 $\hat{\sigma}=\bar{R}/d_2$ 进行估计[4]，其中 d_2 为修偏系数，若过程能力指数满足技术要求，控制图可由分析用阶段进入控制用阶段；若指数不满足，则需要调整过程直至满足要求为止。

3　应用实例

3.1　质控数据的收集与录入

以高效液相色谱法测定酒中苯甲酸含量检测过程的内部质控为例，以《GB/T 5009.29—2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定》中对结果的质量要求作为质控标准，对质控样品在不同时间、不同操作人员情况下，使用同一台高效液相色谱仪进行分析检测，获取一组以质控样峰面积为质量特征统计量、子组大小为 5、子组数为 24 的质控数据，并将数据子组按时间序列录入 MiniData 工作表中。

3.2　绘制 R 图及判稳

使用软件数据分析“极差控制图”功能绘制 R 图，结果见图 1。

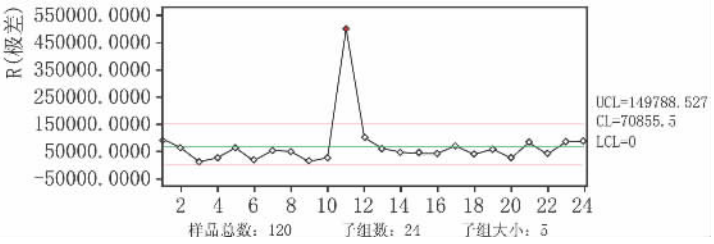

图 1　原 24 组质控数据绘制的 R 图

图 1 中第 11 组 R 值失控，经调查，发现获取这组数据时色谱柱压出现不稳，经冲柱处理后恢复正常，该异常是由检测过程中仪器的某种突发原因引起的，且其后不再出现。因此可把第 11 组剔除后，重新计算图，结果见图 2，根据 GB/T 4091—2001《常规控制图》的判异准则，R 图判稳。

3.3　绘制 $\bar{X}$ 图、$\bar{X}$–R 图及判稳

根据排除第 11 组后的质控数据，使用软件数据分析

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

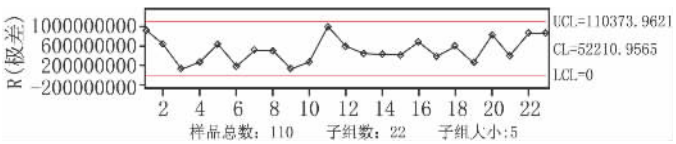

图 2 排除第 11 组质控数据后绘制的 R 图

功能绘制 $\overline{X}$ 图,结果见图 3。

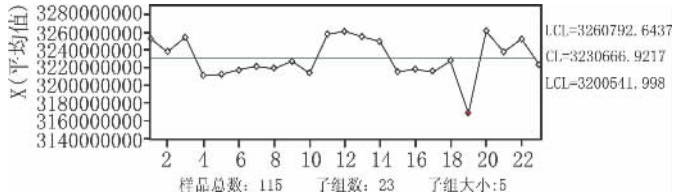

图 3 排除第 11 组质控数据后绘制的 $\overline{X}$ 图

控制图 3 显示第 19 组(原第 20 组)$\overline{X}$ 值失控,经调查,发现配制质控样品时出现了异常情况,剔除该组数据后重新计算 R 图和 $\overline{X}$ 图, 见图 4。其中 $UCL_{\bar{x}}$=3264646, $CL_{\bar{x}}$=3233508, $LCL_{\bar{x}}$=3202670; UCL_R=112982, CL_R= 534444, LCL_R=0。根据判异准则,此时过程变异度与均值均处于稳态。

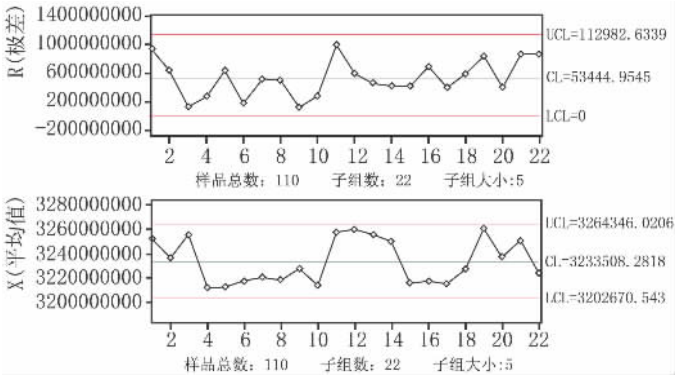

图 4 排除原第 11、20 组质控数据后绘制的 R 图、$\overline{X}$ 图

3.4 检测过程能力的分析

根据《GB/T 5009.29—2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定》对检测结果的质量要求,使用软件中的"工序能力分析图"功能,输入有关分析参数,计算检测过程的过程能力,结果见图 5。其中 C_p=1.2331,落在 1.00≤C_p<1.33 范围,即III级别,过程能力充足,可延长统计过程状态下的 $\overline{X}$-R 图的控制限,进入控制用控制图阶段,实现对过程的日常控制。

4 分析与讨论

4.1 质控数据失控及其应对

制作控制图的过程中,若出现质控数据失控的情况,必须查找导致异常出现的原因,根据已识别的可查明原因,剔除失控的数据子组。可能导致检测结果异常的原因有很多,通过使用因果图、配合头脑风暴法,对诸因素进行全面系统的观察和分析,是查找异因的一种简便有效的方法。以上述

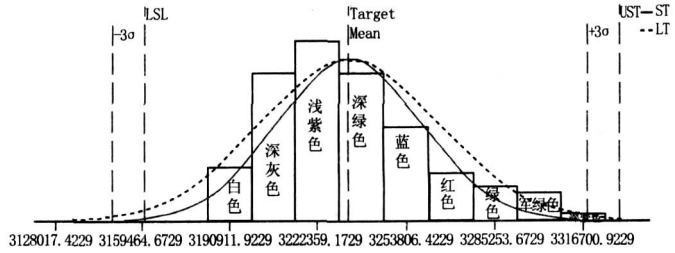

图 5 检测过程统计稳态下的工序能力分析图

制作 R 图时第 11 组数据失控原因为例,通过集思会上研究人员的讨论绘制出因果图,见图 6。

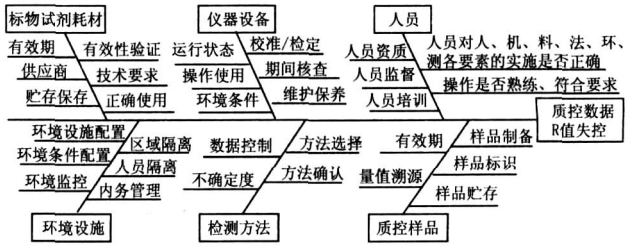

图 6 分析质控数据失控的关键突破口

通过分析可能导致质控数据精密度下降的原因, 检讨检测过程的实施细节, 从而发现问题。在控制用控制图阶段,使用因果图、亲和图、排列图等质量改进工具,是分析质控结果异常、制定预防或纠正措施、保证检测质量的重要手段。

4.2 平衡各因素间的关系

上述例子的过程能力指数 C_p=1.2331, 显示过程能力充足,但技术管理能力不强,应设法提高管理水平,使 C_p≥1.33。在计算 C_p 时,由于使用公式 $\hat{\sigma}=\overline{R}/d_2$, $\overline{R}$ 常常被用于评估 $\hat{\sigma}$,因此,考虑质控数据的离散水平对 C_p 的影响。随着单个质控数据子组中采样时间间隔加长, 导致数据精密度下降的因素会增加。若采样间隔时间延长,将会使 $\overline{R}$、$\hat{\sigma}$ 增大,加宽控制限范围,C_p 降低。反之,连续的逐个采样会减少 $\overline{R}$、$\hat{\sigma}$,提高过程能力指数,但控制限范围收窄,统计控制稳态难以达到。因此,应根据实际情况,综合考虑以平衡采样频数、过程能力和统计控制状态的关系。

参考文献:

[1] 同叔荣.质量管理学[M].北京:科技出版社,2011:236-237.
[2] 国家认证认可监督管理委员会.食品检验机构资质认定工作指南[M].北京:中国计量出版社,2011:83-85.
[3] 张公绪,孙静.统计过程控制与诊断[J].质量与可靠性,2003(3):42-46.
[4] 郭彦兰,崔利荣,张晨宇. 统计控制图的异常判断准则分析[J].数理统计与管理,2007,26(3):468-474.
[5] 焦叔斌.质量与质量控制[M].北京:中国人民大学出版社,2010:135-136.
[6] GB/T 4091—2001,常规控制图[S].

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net