

质量控制图在原子吸收光谱锰测定中的应用

邱佩丽,彭名军,丁 怡,黄秋婷,彭 程

(广州市酒类检测中心,广东 广州 510160)

摘 要: 采用原子吸收光谱仪测定锰质控样的浓度,收集 20 组数据,通过 EXCEL 函数功能计算均值(中心限)、标准偏差、上下控制限、上下警戒限、上下辅助限;用 EXCEL 图表功能绘制控制图,以测定日期为横坐标,锰浓度为纵坐标,中心线、控制线、警戒线、辅助线和测定数据线共同组成了完整的质量控制图。结果表明,锰浓度控制图的控制限为 1.629~1.786 mg/L,警戒限为 1.655~1.760 mg/L。当测定值未超出警戒限时,说明测量系统质量良好;当测定值超出警戒限但未超出控制限时,说明测量系统有失控的倾向;当测定值超过控制限时,说明测量系统失控,需要查明原因,采取纠正措施,确保测量系统持续受控。通过质量控制图可以考察测量系统的质量状况和变化趋势,判断检测过程是否受控,确定检测结果是否符合要求,它是实验室质量管理中一种有效的控制手段。

关键词: 质量控制图; 原子吸收; 锰测定; 应用

中图分类号:O657.31;TS261.7

文献标识码:B

文章编号:1001-9286(2011)12-0076-03

Application of Quality Control Chart in Mn Content Measurement by Flame Atomic Absorption Spectrometry

QIU Peili, PENG Mingjun, DING Yi, HUANG Qiuting and PENG Cheng

(Guangzhou Testing Center for Drink Product, Guangzhou, Guangdong 510160, China)

Abstract: Mn content was detected by FAAS, 20 groups of detection data were collected, and general average (the central limit), standard deviation, upper and low control limit, upper and low warning limit, and upper and low auxiliary limit were calculated by EXCEL function, then the detection date used as x-coordinate, Mn content used as y-coordinate, labeling the detected data, CL, UCL, LCL, UWL, LWL, UAL and LAL in the coordinate, seven parallel line finally made integrated quality control chart. The control limit of Mn content was 1.629~1.786 mg/L and the warning limit was 1.655~1.760 mg/L. When the detected data was within the warning limit, the detecting system was well controlled. When the detected data exceeded the warning limit but was within the control limit, the detecting system was still under control but the deviation was concerned. When the detected data exceeded the control limit, the detecting system lost control and the corrective measures should be adopted to ensure normal operation of the detecting system. The quality control chart was one of the useful QC approaches to settle the problems such as monitoring the status and the change trend of the detecting system, judging whether the detecting system was under control or not, and determining whether the detecting data were in accord with the requirements or not.

Key words: quality control chart; flame atomic absorption spectrometry; Mn content measurement; application

根据实验室资质认定评审准则 5.7.2 条款:实验室应分析质量控制的数据,当发现质量控制数据将要超出预先确定的判断依据时,应采取有计划的措施来纠正出现的问题,并防止出现报告错误的结果。在蒸馏酒及配制酒检测中,锰是重要的卫生指标之一,为确保检测结果的准确可靠,采用 EXCEL 法绘制锰浓度的均数-标准差质量控制图,探讨质量控制图的制作和使用方法,强调质量控制图在实验室质量管理中的重要意义。运用分析检测数据的准确度、精密度和变化趋势,及时纠正并持续改进,从而对测量系统实施有效控制。

1 控制图原理

控制图的绘制是基于质量波动理论与作为判断准则的小概率原理:假设测量系统(人、机、料、法、环、测等)处于受控状态,分析数据总体呈正态分布,数据落在 $\pm 3\sigma$ 的可能性只有 0.27%,可以看成小概率事件。当某一个测定值超出了随机误差的允许范围时,运用数理统计的方法可以判断这个结果是异常的、不足信的。实验室内质量控制图是一种监测检测过程中可能出现的误差,控制分析数据在一定精密度范围内,保证检测数据质量的有效方法。

收稿日期:2011-10-25

作者简介:邱佩丽(1978-),女,硕士研究生,中级职称,广州市酒类检测中心检测部负责人。

优先数字出版时间 2011-11-21;地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20111121.1422.001.html>。

2 测定方法

2.1 仪器设备

AA800 火焰原子吸收光谱仪,美国 PE 公司。

2.2 环境条件

温度 20±5℃,湿度≤80%。

2.3 检测标准

GB/T 5009.90—2003 食品中铁、镁、锰的测定。

2.4 锰质控标样

质控样编号:GSB07-1189—2000,批号 202514。

准确吸取上述标样 10 mL,用 0.5 mol/L 硝酸(优级纯)定容至 250 mL,即为浓度 1.69 mg/L 的锰质控样。

2.5 锰标准系列溶液配制

锰标准储备溶液浓度为 1000 μg/mL,标物编号:GBW(E)080157。

用 0.5 mol/L 硝酸(优级纯),将锰标准储备液稀释至 100 mg/L 标准工作液,配制 0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L 标准系列溶液。

3 数据收集

锰质控样用于常规测定过程中的质量监控,一般在测定标准曲线后与开始测定样品前之间,测试中(每 10 个样品加测 1 次质控样)以及样品测试结束后进行。在 2010 年~2011 年间,按测定日期收集了 20 组数据,取同一日期若干次有效测定结果(Grubbs 检验剔除可疑值)的平均值作为该日期质控样的测定值,然后用 EXCEL 函数计算 20 组数据的平均值 $\bar{x}$ (中心限)和标准差 S ,再

计算上下控制限 $\bar{x} \pm 3S$,上下警戒限 $\bar{x} \pm 2S$,上下辅助限 $\bar{x} \pm S$,质控样数据汇总结果见表 1。

4 控制图的绘制及分析

在 EXCEL 录入表 1 的数据,需要注意的是平均值、控制限、警戒限和辅助限均应填充整个数据列,否则控制图中无法显示对应数据线。质控样锰浓度的控制图见图 1。

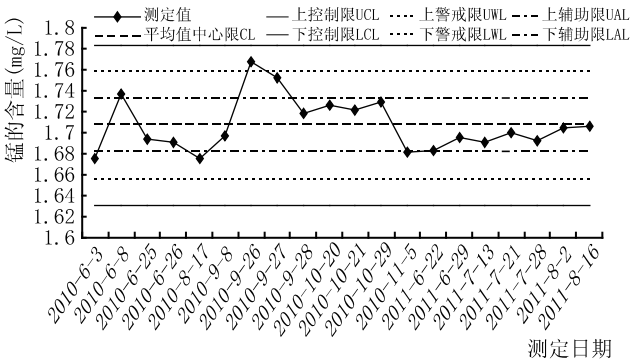


图 1 质控样锰浓度均值-标准差控制图

由图 1 可以看出,锰浓度的受控范围在 1.629~1.786 mg/L,大部分数据均在平均值附近,有 1 个点接近上警戒限,1 个点超过上警戒限(1.768 mg/L),所有点均未超出上下控制限。各数据点随机排列,没有连续 9 点在中心线一侧、连续 6 点递增或递减及连续 3 点中有 2 点落在中心线同一侧的警戒限外等异常现象出现,该控制图可以用于锰常规检测的日常监控。

控制图的作用是监控检测系统是否出现异常。判断

表 1 锰质控样控制图数据(n=20)

序号	测定日期	测定值 (x)	平均值 ($\bar{x}$)	标准偏差 (s)	下控制限 $\bar{x}-3s$	上控制限 $\bar{x}+3s$	下警戒限 $\bar{x}-2s$	上警戒限 $\bar{x}+2s$	下辅助限 $\bar{x}-s$	上辅助限 $\bar{x}+s$
1	2010-6-3	1.676	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
2	2010-6-8	1.737	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
3	2010-6-25	1.694	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
4	2010-6-26	1.691	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
5	2010-8-17	1.675	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
6	2010-9-8	1.697	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
7	2010-9-26	1.768	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
8	2010-9-27	1.753	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
9	2010-9-28	1.718	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
10	2010-10-20	1.726	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
11	2010-10-21	1.722	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
12	2010-10-29	1.730	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
13	2010-11-5	1.681	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
14	2011-6-22	1.683	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
15	2011-6-29	1.695	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
16	2011-7-13	1.691	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
17	2011-7-21	1.700	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
18	2011-7-28	1.693	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
19	2011-8-02	1.705	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734
20	2011-8-16	1.706	1.708	0.026	1.629	1.786	1.655	1.760	1.681	1.734

异常的准则:点出界,界内点排列不随机,如点在上、下警戒限之间区域内,则测定过程处于控制状态,样品检测结果有效,但临界值样品和超标样品需要重新测定;如果点超出上、下警戒限,但仍在上下控制限之间的区域内,提示检测质量开始变劣,存在“失控”倾向,应进行初步检查,并采取相应的调整措施。例如:图 1 中,2010 年 9 月 26 日,锰质控样的测定结果超出上警戒限但未超过上控制限,经核实,不同厂家生产的硝酸是有差异的,当天配制标准系列溶液的硝酸和配制质控样的硝酸不是同一厂家的硝酸,而配制质控样的硝酸空白值偏高,测定过程没有重新测定质控样的硝酸空白,未扣除空白值而导致质控样测定结果偏大。查明原因后,检测部立即制订了纠正措施,即测定质控样品前要测定基体空白,防止引入误差。为防止这种情况再次发生,质量部又制订了预防措施,即新购买的不同厂家或不同批号的硝酸必须进行空白值验证后方可使用。若点落在上下控制限之外,表示测定过程“失控”,应立即检查原因,予以纠正,样品应重新测定。如 7 点连续上升或下降时(虽然数值在控制范围之内),表示测定有失去控制的倾向,应立即查明原因,予以纠正。即使过程处于控制状态,尚可根据相邻几次测定值的分布趋势,对检测质量可能发生的问题进行初步判断。当质控样测定次数累积更多以后,这些结果可以和原始结果一起重新计算总均值、标准偏差,再校正原来的控

制图。

控制图是在稳定状态条件下绘制,并非一成不变,如出现操作人员更换或通过培训使操作水平有所提高,设备更新,改变方法参数或采用新标准,环境改变等情况,控制图也必须重新绘制。由于控制图是科学管理检测过程的重要依据,所以经过相当时间的使用后,应重新抽取数据进行计算和验证。控制图根据实际情况进行动态更新,才能更真实地反映检测体系的趋势变化,并有效地监控测量系统是否持续受控。

5 结束语

检测过程是实验室质量体系运行的主要过程,质量控制应建立在统计技术的基础上,利用统计分析手段实现实验室测量过程的质量控制。通过建立实验室质控样锰浓度均值-标准偏差质量控制图,为实验室质量管理和控制提供科学依据。对于预防和纠正差错,确保检测结果准确可靠,使测量过程持续保持在准确度受控的规定范围内,质控图发挥了重要作用。

参考文献:

- [1] 国家认证认可监督管理委员会.实验室资质认定工作指南[M].第 2 版.北京:中国计量社,2010:45-47.
- [2] 张辽生,于红,何天亮.质控图在食品中铅的测定应用[J].现代测量与实验管理,2011(1):32-33.
- [3] GB/T 5009.90—2003.食品中铁、镁、锰的测定[S].
- [10] 方尚玲,马丽,吴思方.影响酵母自溶的因素和条件的研究[J].粮食与饲料工业,2000(3):50-52.
- [11] 孙向军,姚晓敏,张伟.酵母细胞自溶条件的研究[J].上海农学院学报,2000,18(1):37-39.
- [12] 汤务霞.啤酒废酵母自溶条件的研究[J].食品工业,2006(5):13-16.
- [13] 徐亚杰,蒋海波.酵母自溶原因及防控措施[J].酿酒,2010,37(4):52-54.
- [14] 李祥,彭莉,王毅,薛养龙.酵母自溶研究[J].中国酿造,2001(6):67-69.
- [15] 陶兴无.外加酶制剂提高内容抽提物得率的研究[J].中国酿造,2004(5):22-25.

(上接第 75 页)

业科技,2008(10):275-278.

- [5] 王志坚.酵母自溶的成因及其对啤酒质量的影响[J].酿酒科技,2003(6):58-61.
- [6] 张娜.成品酒泡持性的影响因素[J].啤酒科技,2009(12):51-54.
- [7] 张吉磊,郑飞云,郝俊光,李琦.啤酒中异- α 酸和蛋白质含量对啤酒泡持性的影响[J].食品与生物技术学报,2010,29(6):905-910.
- [8] 王敏,李琦,顾国贤.啤酒酵母自溶与细胞壁的关系[J].生命的化学,2008(4):504-506.
- [9] 梁刚,许瑶.啤酒酵母的自溶现象及其防治措施[J].酿酒科技,1998(6):21-22.

意大利葡萄酒对中国出口显著上升

本刊讯 据《华夏酒报》报道,近年来,我国对葡萄酒需求持续上升,已经成为国外葡萄酒的主要输出市场。海关数字显示统计,今年上半年,我国从五大葡萄酒进口国——法国、澳大利亚、意大利、美国、西班牙的进口量分别为 49820 千升、13520 千升、8590 千升、5940 千升和 7720 千升,同比分别增长 71%、22%、79%、22%和 89%。

据意大利全国农业种植业者协会(Coldiretti)统计,2010 年,意大利葡萄酒产量为 496 万千升,超越法国成为全球最大葡萄酒生产国。其葡萄酒出口总额达 39.3 亿欧元,创历史新高记录,其中对中国出口增长了 1.46 倍。意大利全国酿酒商协会(Assoenologi)的数字显示,今年一季度,在国外市场需求增长的带动下,意大利葡萄酒出口继续保持迅猛增长,出口量同比增长 13.9%,出口额增长 14.5%。(徐菲远文,小小撈)

来源 华夏酒报 2011-11-25