

农作物种子质量检验机构能力验证的关键环节与应对策略

顾芹芹 楼坚锋 姚丹青 刘建

(上海市农业技术推广服务中心,上海 201103)

摘要:能力验证是评价农作物种子质量检验机构检验能力、管理状况的必要手段和重要依据。能力验证活动一般时间紧、要求高、任务重,样品检测难度也高于平时检验,分析总结能力验证过程中易出问题的关键环节,有助于种子检验机构监控本级实验室日常运营状态,及时识别检验机构不符合或潜在不符合因素,不断进行自我修正和整改,从而能够有效提升种子检验机构的检验水平和体系管理能力。

关键词:种子;检验机构;能力验证;关键环节;应对策略

能力验证是目前国际通行的检验机构质量控制方法之一,指通过检验机构实验室间的比对,确定检验机构从事特定种子检验活动的技术能力的活动^[1]。开展能力验证的主要目的是识别需要采取整改措施改善能力状况或者达不到最低能力表现要求的检验机构。它最早起源于检验机构的负责人因担心本实验室检测的准确性,自发组织的不同实验室间进行对相同或类似样品的比对试验,以发现自身在检测过程中可能存在的问题,提出改进方法和纠正措施^[2]。能力验证是评价种子检验机构技术能力的重要手段,也是种子管理部门判断和监控种子检验机构能力的有效手段之一^[3-4]。

1 我国种子质量检验能力验证的发展

能力验证在很多领域发展已较为成熟,但在我国种子质量检验领域开展相对较晚^[5-6]。我国农作物种子质量检验机构(以下简称“种子检验机构”)能力验证开始于2009年^[7],由国家农作物种子质量检验中心(以下简称“国家中心”)统一组织,一般每年安排1~2轮,每一轮一般采用同一作物的3个不同质量水平的验证样品,截至2020年共组织了21轮次。

2 定量检测项目的检测评价方法

定量检测是指要求检验机构检测验证样品某一质量特性具体数值的检测,在种子检验中,净度分

析、发芽试验、水分、品种纯度和生活力测定等项目均属于定量检测。

定量检测的统计评价一般需要进行两步计算,第1步是根据Tattersfield确立的统计方法,剔除检验数据中的离群值;第2步分别计算剔除离群值后的检验数据算术平均值($\bar{X} = \frac{\sum x}{n}$)和标准偏

差($S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$),用剔除离群值后的检验数据算

术平均值来代表验证样品的“真值”,然后通过公式($Z = \frac{x - \bar{x}}{s}$)计算每一个检验机构参加项目的Z比分数。

Z比分数绝对值越小,表明检验机构能力水平越高,该值越趋向于零,表明此项检验结果与其他检验机构的结果有良好的一致性。对于单项验证项目而言,Z比分数绝对值超过2.68,表明该数据结果不合格;Z比分数绝对值在2.00~2.68之间,表明结果不满意,即是有问题数据。

对于定量检测项目的验证结果,通常采用3个样品的单项验证项目Z比分数绝对值之和作为检验机构轮次能力验证结果的表现评价指标。按照数值的大小,轮次能力验证结果的表现评价标准分为4个等级(表1),A表示结果满意,B表示结果基本满意,C表示结果不满意,BMP表示结果不合格。

表1 定量检测轮次能力表现评价标准与等级

能力表现评价等级	3个样品Z比分数绝对值之和
A	0~3.50
B	3.51~5.30
C	5.31~7.00
BMP	>7.00

3 上海市市级种子检验机构能力验证的开展情况

上海市市级检验机构于2012年通过农业部组织开展的条件审查和能力考评,检验项目范围包括净度分析、发芽率、水分、纯度、重量和生活力。从2013年开始,共连续参加国家农作物种子质量检验中心组织的9个轮次能力验证(表2)。9个轮次中,涉及稻、小麦、玉米、棉花、油菜和白菜6种作物,涵盖了禾谷类、纤维油料类和瓜菜类各种典型种子类型。验证项目上,涵盖了净度分析、发芽率、水分等能产生数值结果的定量检验项目。

表2 上海市市级检验机构历次能力验证结果

年份	作物种类 (样品数)	检验项目	Z比分数 绝对值之和	能力验证 评价
2020	甘蓝型油菜(3)	水分	1.95	A
2019	稻(3)	发芽率	2.67	A
2019	稻(3)	净度	1.66	A
2018	白菜(3)	发芽率	2.50	A
2017	玉米、小麦、棉花(各1)	水分	3.60	B
2016	稻(3)	净度分析	2.53	A
2015	稻(3)	净度分析	1.32	A
2014	稻(3)	发芽率	3.32	A
2013	稻(3)	发芽率	2.70	A

从检验结果看,8年来9个轮次能力验证活动中,本级种子检验机构能力验证结果有8个轮次总体水平评价为A(结果满意),1个轮次评价为B(结果基本满意),均达到评价结果基本满意以上,表明本级检验机构的检验结果与其他检验机构的结果有良好的一致性,检验数据是稳定可靠的,能够对种子质量起到把关作用,可以作为农业农村主管部门优先选择或者推荐承担种子检验任务的单位。

4 影响能力验证结果的关键环节与应对策略

能力验证活动自样品接收至检验结果提交,一般时间紧、任务重、要求高,接收的样品也不同于检

验机构日常检测的样品,基体复杂干扰多,对种子检验机构的人员、仪器设备、环境及整个技术体系各环节都有严格要求。分析总结能力验证易出问题的关键环节,有助于各级种子检验机构监控本级实验室日常运营状态,及时识别本实验室不符合或潜在不符合因素,不断对检验机构进行自我评定和持续整改,切实提高种子检验机构检测能力和管理水平。

4.1 检验机构的人员 人员是种子检验机构能力验证过程最重要的环节,人员的知识储备、技术水平、操作经验及对细节的把控能力等都对检验结果起着至关重要的作用。参加能力验证的技术人员应是该能力验证项目的日常检测人员,检测经验丰富且责任心强。建议有条件的检验机构成立一个能力验证小组,可以包括2~4人,即有1~2位有经验的检验人员、1位质量监督员及1位新进人员。

这样设置有以下优点:一是2名以上检测人员在检测过程中可以相互提醒,相互监督,碰到问题也可以相互探讨,有利于问题的解决;二是有实验室质量监督员参与,可以借助质量监督员丰富的经验,给予能力验证过程有效监督,有助于对能力验证细节的把握,能力验证结果也可以用于检验机构质量监督员的质量监督;三是可以吸纳1位新进检验员全程参与能力验证,让其切身体会能力验证的高标准严要求,可以帮助经验不足的新进检测人员发现自身不足,尽快成长。

4.2 检验机构的仪器设备 仪器设备是保证能力验证检测结果准确性最基础的一环。一般认为,定期按照量值溯源要求实施仪器设备的检定、校准和确认,并保持处于有效期内,检测结果就是准确可靠的。随着设备运转的年限延长,仪器会陈旧老化,而且实验室运行中仪器若有移动、碰撞、震动等情形发生时,其运行状态也会发生一定的偏移,进而导致检验结果的偏离。这种情况下,除了通过外部校准机构定期对仪器设备进行检定或校准外,还应该通过实验室内部质量控制程序和仪器比对等监控计划方法来验证设备的参数,通过设备修正值或修正因子的使用,进一步保证检测结果的准确性。

4.3 检验机构的环境 环境对能力验证检测结果的影响也较大,温度、湿度、磁场、碰撞、震动及空气对流等都可能影响仪器设备的运转及检测结果的准确性。比如,用低恒温烘干法检测种子水分时,室内

相对湿度应控制在70%以下,若室内相对湿度过高会出现测定结果偏低,烘后的水分散不出去的现象。一般来讲,建议在实验室设计和空间安排布局时,应尽量避免在水分检测室安装水斗。这种情况下,当环境条件不符合规程要求时,切忌匆忙做实验,可以采取开启抽湿机的措施,待检测室相对湿度调整到种子检验规程规定的范围内再开展检测活动。

又比如,天平对气流和震动比较敏感,在使用天平等称量设备时,需要注意天平的摆放位置与空调出风口、窗口、电动粉碎机等的位置关系。如果发现天平水平条件下,称量显示的数值仍一直跳动不停,就要考虑是否是气体对流或震动对天平的影响,可以通过关闭空调、窗户的措施来解决,而电动粉碎机与天平尽量不要摆放在同一个台面,可以有效避免震动对天平准确性和稳定性的影响。

4.4 能力验证过程对细节的把控

4.4.1 检测前准备 检验机构收到验证样品后,不要急于马上检测,应先对样品状态进行确认,检查能力验证样品的密封状态、编号、重量等,如果样品包装发生损坏或样品实际重量与标称重量误差大于5%时,应及时与国家中心反映并申请补寄样品。

仔细阅读作业指导书也是能力验证关键的一环。一般组织方都会在能力验证项目的作业指导书上给出明确的试验要求,给定明确的保存要求、试验条件、检测方法和结果上报时间等重要信息。检验机构在收到样品后应首先下载作业指导书并仔细阅读,切忌收到样品后匆忙按照常规或习惯方法直接进行分析。

4.4.2 检测过程规范 能力验证项目检测过程应严格按照《农作物种子检验规程》等国家和行业标准要求,在操作过程中注意对一些重要试验细节的把控。比如净度分析,试样或半试样及其成分重量称重的小数位数,各成分需要确保保留4位有效数字;计算各成分的重量百分率时,全试样分析和半试样分析保留的小数位数不同,需要加以注意,否则影响最终计算结果;同时需注意重型混杂物的区分和计算公式运用。

4.4.3 检测后续处理 能力验证项目检测结束后,

需及时对数据进行后续处理,数据处理应按照《农作物种子检验规程》和组织方的作业指导书的要求严格执行,认真填写能力验证样品检验报告,并由相关人员进行校核、审核与批准,最后再报送能力验证结果。

5 讨论

能力验证不仅是考察检验机构技术水平和能力的手段,也是一种帮助检验机构自校的手段^[8]。其实施目的在于帮助检验机构及时发现本级实验室质量管理体系中存在的问题,促进其检验检测能力的提高,并对能力验证结果进行相应的处理。对于通过能力验证活动并获得满意结果的检验机构,该结果可以作为充实本检验机构内部质量控制的手段,可用于人员比对、仪器比对和方法比对的验证,也可作为仪器设备的期间核查,同时可以用于质量监督员的日常质量监督。对于出现非满意结果或者离群值的检验机构,应在规定期限内排查出一些本级机构日常没有发现或不常见的错误方法和误差来源,积极采取相应整改措施,并重复验证,同时将整改报告报送能力验证组织机构,以此不断修正和提升本级检验机构的技术水平和整体实力。

参考文献

- [1] 杜燕斌. 能力验证在质量体系中的运用和方法. 计量工作者论坛, 2012, 22 (3): 55-57
- [2] 王嘉滨. 重视能力验证活动提升检测实验室水平. 黑龙江科学, 2013 (4): 88-89
- [3] 晋芳, 张力科, 赵建宗, 傅友兰, 刘丰泽. 全国农作物种子质量检验机构发芽试验技术能力分析. 中国种业, 2015 (7): 12-14
- [4] 冯铸. 山西种子检验能力验证情况初报. 种子科技, 2006 (3): 33-34
- [5] 唐凌天, 符斌. 实验室能力验证的发展. 中国无机分析化学, 2013, 3 (4): 11-15
- [6] 孙中华. 种子企业能力验证活动中存在的问题及对策. 种子世界, 2017 (3): 10-11
- [7] 赵建宗, 晋芳, 张力科, 刘丰泽, 傅友兰, 金石桥. 农作物种子检验机构能力验证作用、问题与对策. 中国农技推广, 2017 (5): 6-8
- [8] 陈少泓, 张良珍. 浅谈检验检测机构参加能力验证的经验. 广东化工, 2020, 47 (15): 156-169

(收稿日期: 2022-01-20)