

材料检测与质量控制新思考

----2009年三级理化检验人员技术培训班讲稿

鄢国强

上海材料研究所

2009.10.13

检测的地位

- 没有测量，就没有科学。

--门捷列夫

- 在现代制造业中，设计是主导，材料是基础，制造是关键，检测是保证。

--师昌绪院士

- 检测是国民经济和社会生活不可或缺的组成部分，是科学技术创新与发展的动力。一个国家分析检测能力的高低与其经济发展和社会进步密切相关，一个国家分析检测能力高低的直接体现了分析检测人员能力水平的高低。因此，提升分析检测人员的整体能力水平，是提高我国分析检测水平的关键所在。

--中国国家认证认可监督管理委员会孙大伟主任

各类检测实验室的现状

- 我国为社会提供公正数据的检测实验室总数大约有**20000**多家，所检产品种类覆盖了我国产品大类总数的**99%**。
- 由质检部门依法设置、依法授权和由部门自行设立的各种、各级质检实验室共有约**5500**多家，从业人员约**11**万余人，固定资产净值过百亿元，仪器设备拥有量约**33**万台套。
- 由质检部门依法设置、依法授权的国家质检中心**397**家，从业人员约**2**万余人，固定资产净值近**109**亿元，仪器设备拥有量约**15**万台套。

检测案例

- 工程材料的失效分析
- 引进消化吸收分析实例

工程工业中失效原因的比例

原因	(%)
腐蚀	29
疲劳	25
脆性断裂	16
过载	11
高温腐蚀	7
应力腐蚀、腐蚀疲劳、氢脆	6
蠕变	3
磨损、擦伤、冲刷	3

航空零件失效原因的比例

原因	(%)
疲劳	61
过载	18
应力腐蚀	8
过程磨损	7
腐蚀	3
高温氧化	2
应力破坏	1

失效分析的一般程序

- 收集背景资料并选取试样；
- 对失效零件进行初步考察（肉眼观察、拍照并记录）；
- 无损检测；
- 机械试验（包括硬度与韧性试验）；
- 选择、标记、保存和/或清理所有试样；
- 宏观显微镜检查及分析（断口表面、二次裂纹及其他表面现象）；
- 微观显微镜检查及分析；
- 选择与制备金相检验切片；
- 检查与分析金相检验切片；
- 确定失效机理；
- 化学分析（试块的、局部的、表面腐蚀产物、镀层或涂料的分析及显微探针试验）；
- 断裂力学分析；
- 模拟服役条件试验（必要时）；
- 分析全部证据，得出正式的结论并写出报告（包括建议书）。

微量元素作用大

- 剖析某国离合器中18种零件有17种用碳钢，其中微量元素起关键作用

部件名称	C%	Mn%	Si%	Ni%	Cr%	Cu%	Al%
支承环	0.64	0.71	0.26	0.08	0.11	0.11	0.001
限位销钉	0.06	0.32	<0.02	0.03	0.02	0.02	0.001
减震大弹簧	0.66	0.81	0.21	0.03	0.04	<0.02	0.003
减震小弹簧	0.68	0.61	0.26	0.02	0.03	0.03	0.009
传动带	0.72	0.41	0.18	0.08	0.24	0.09	0.003
传动带铆钉	0.04	0.32	<0.02	0.05	<0.02	0.04	0.002
波形片铆钉	0.03	0.39	<0.02	0.02	<0.02	0.02	0.001

先进工艺显神威

变速箱	法国汽车的变速箱零件，轴与齿轮均经过碳氮共渗，渗入量各个不同，输入轴用含碳0.26%的铬钢，经热处理后，表层（0.1mm深）含碳0.84%，氮0.027%；头档齿轮及被动齿轮表面含碳0.65%，而含氮0.067%及0.080%。
雨刮器	汽车雨刮器要求极佳的防锈性能，国外采用的工艺：镀锌—磷化—钝化—涂漆，防锈性最好的工艺是阴极电泳。
轴瓦	美国的汽油机与柴油机轴瓦用三层复合材料，钢背为低碳钢，中间层是铜铅锡合金，表层是铅87%、锡10%、铜3%的合金，在中间层与表层之间镀了一层约0.2微米的镍，称为镍栅，其作用是防止使用过程中表层因摩擦融化，扩散到中间层，导致化学组分改变而失效。

差距

我国产品质量与国际先进国家的差距主要表现在材料的微量组分和工艺上。

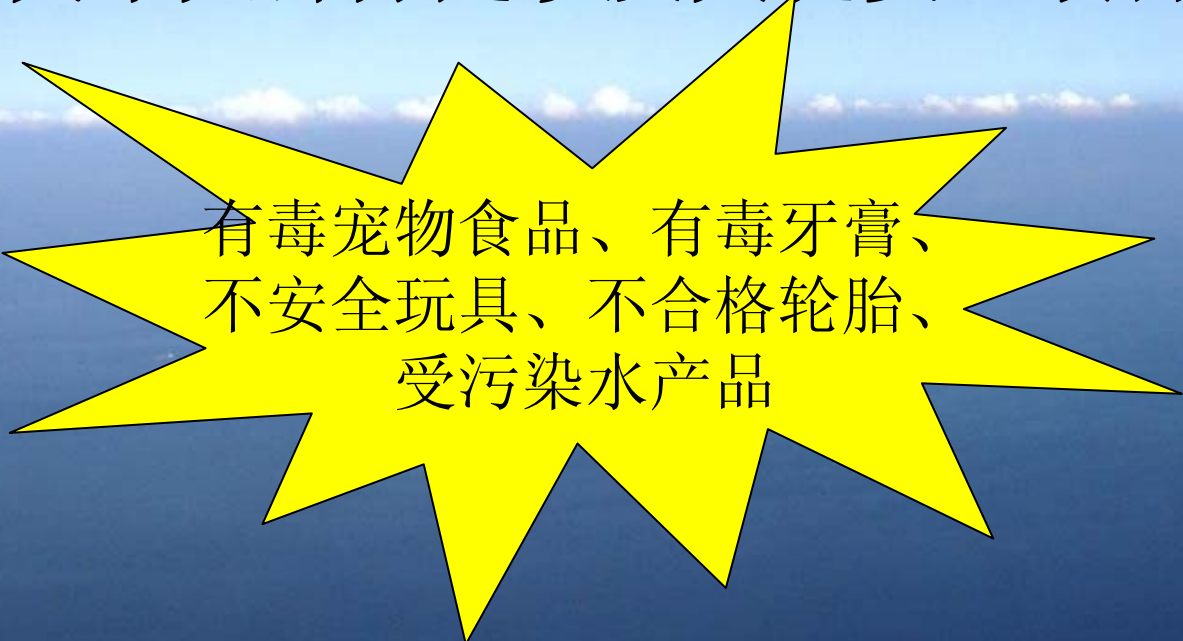
（霍胜华）

材料检测的作用

- 无论是过去、现在还是将来，材料检测及评价技术始终是保证和提高产品内在质量和产品性能的重要组成部分。
- 现代材料检测及评价技术是进行材料科学研究及材料工程应用、失效分析必不可少的研究方法，是对材料的组成成分、结构特征、组织形貌或缺陷等进行观察和分析的重要手段。
- 现代材料检测及评价技术在研究新材料的过程中获得进一步的发展和完善；反过来又在研究和开发新材料、新技术、新工艺、新方法的实践中发挥着至关重要的指导作用。

来自南方某省检验检疫局的统计

- 南方某省近期（**2009年9月**）出口家电型式试验检测的不合格产品占抽检数的**50%**左右，其中大部分是涉及关键安全项目不合格。



有毒宠物食品、有毒牙膏、
不安全玩具、不合格轮胎、
受污染水产品

中国制造，信任危机

来自上海的报道



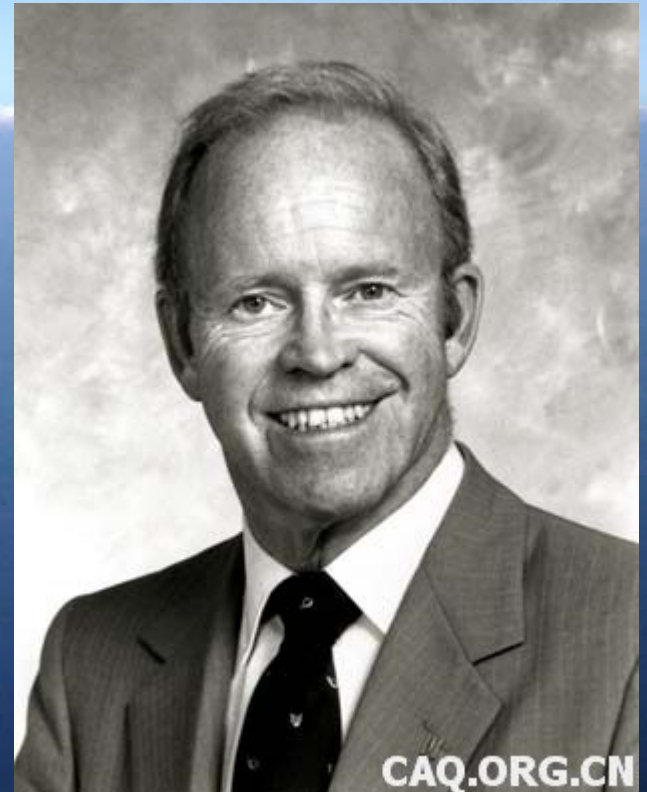
产品质量是生产制造
过程中的永恒主题，
应当时时重视、长抓
不懈！

质量的概念

- 质量就是符合要求，而不是好。
“好、优秀、美丽、独特”等术语都主观的和含糊的。

克劳士比(**Philip Crosby**)简介:

世界级商务运营的卓越管理模式，作为当代“伟大的管理思想家”、“零缺陷之父”、“世界质量先生”，致力于“质量管理”哲学的发展和应用，引发了全球源于生产制造业、继而扩大到工商业所有领域的质量运动，创造了其独有的词汇，其中“零缺陷”、“符合要求”、“预防”以及“不符合要求的代价”、“可靠的组织”等均出自克劳士比的笔下。包括**AT&T、BP、3M、IBM、GM、GE、Xerox、Motorola**等在内的“世界500强”的企业均实施了克劳士比管理哲学。



质量是符合要求

- 指定目标/需求的实现就是质量。这就意味着管理层必须认真对待定下来的要求，然后必须坚持要求每次都达到。如果认为每个要求都可以讨价还价，那么问题就总会存在。现在，我们就说如果你想要人们第一次就把事情做对，你就得告诉他们做的什么“事情”。这不但能应用到产品的要求上，而且可以是那些服务和行政管理的要求上。传统的观念说质量就是不断地评估、再评估。这样就产生了一种情况，就是没人知道他们应该做什么。

质量系统是预防

- 就像用免疫和其他预防的方法治疗疾病一样，我们就必须学会如何防止产生不符合要求而付出过多代价的问题。质量系统的作用是预防，而不是检验。检验是在过程结束后把坏的从好的里面挑选出来，而不是促进改进。预防发生在过程的设计阶段。包括沟通、计划、验证以及逐步消除出现不符合的时机。通过预防产生质量，要求资源的配置能保证工作正确地完成，而不是把资源浪费在问题的查找和补救上面。

何谓检测质量

- 检测质量就是检测结果与所接受的假设的一致性。它包括：检测结果的质量，检测过程的质量，仪器的质量和工作组织的质量。

质量概念中核心思想是先要对质量目标/需求做个具体的要求，在此基础上来实现这样的目标/需求。这种目标/需求的提出是基于实验室的定位和实力来指定的，没有明确的目标/需求的指定，那么我们的检测质量控制或保证都是盲目的。

如何建立检测质量的目标

- 检测有它特殊的统计特性，对于检测质量的目标建立，必须考虑实验室的人（检测人员的素质）、物（仪器、试剂和环境）、法（分析方法）的特点，只有在充分的方法验证基础上，考察本实验室实施某方法具体的统计属性，才能提出客观和合适的分析质量目标，从而正确的实施质量控制和质量保证。

检测质量逻辑链条是先建立适合自己实验室的检测目标，这种检测目标不是质量手册上的空洞口号，而是建立在本实验室对所采用方法验证的客观统计考察基础上的。

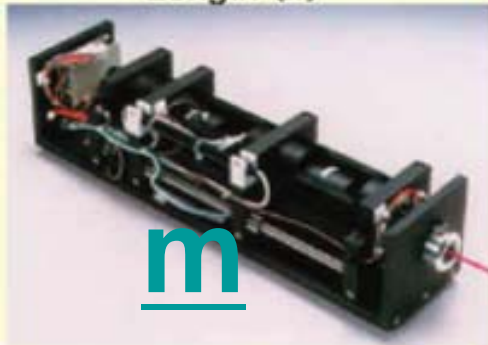
检测质量要素

- 检测质量要素就是围绕检测质量所要进行的活动。检测质量的要素包括：溯源性，不确定度，方法验证，参考物质和实验室之间的比对（能力验证）这**5**个方面。在实验室认可或资质认定中经常接触这些概念。

溯源性保证的是实施检测的仪器，试剂，量具等都可以溯源到国家基准；不确定度描述的是特定实验室所检测结果的分散性，它是客观存在的；方法验证是非常重要的环节，它提供给做检测的实验室质量的基础数据，如精密度，正确度等，而这些数据正是质量控制目标的重要前提。参考物质的使用是保证不同实验室结果可比性的重要方法；而实验室之间的比对和能力验证是控制分析质量重要的外部参考，单个实验室无法进行完整的准确度评价，必须通过比对或能力验证加以观察和考核。

SI 基本单位

Length (m)



m

Iodine Stabilized
He-Ne Laser

Electric current (A)



A

Quantum Hall
resistance system (R)



Josephson effect
voltage standards (V)

Amount of substance (mol)

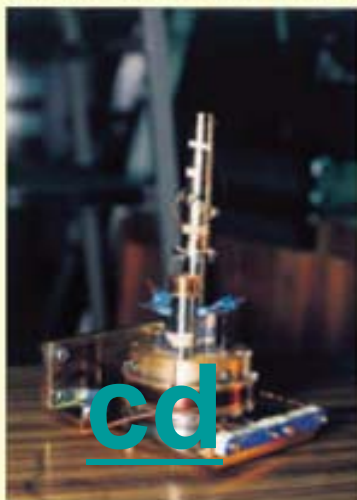


mol

Certified Reference
Materials

Thermodynamic
temperature (K)

Luminous intensity (cd)



cd

Receiver unit of the Cryogenic
electrical substitution radiometer

Mass (kg)



kg

Kilogram prototype

Time (s)



s

Cesium atomic fountain
frequency standard



K

Water triple-point cell

可阅几个相关的GB

- GB 3100-1993 国际单位制及其应用
- GB 3101-1993 有关量、单位和符号的一般原则
- GB 3102.1-1993 空间和时间的量和单位
- GB 3102.2-1993 周期及其有关现象的量和单位
- GB 3102.3-1993 力学的量和单位
- GB 3102.4-1993 热学的量和单位
- GB 3102.5-1993 电学和磁学的量和单位
- GB 3102.6-1993 光及有关电磁辐射的量和单位
- GB 3102.7-1993 声学的量和单位
- GB 3102.8-1993 物理化学和分子物理学的量和单位
- GB 3102.9-1993 原子物理学和核物理学的量和单位
- GB 3102.10-1993 核反应和电离辐射的量和单位
- GB 3102.11-1993 物理科学和技术中使用的数学符号
- GB 3102.12-1993 特征数
- GB 3102.13-1993 固体物理学的量和单位

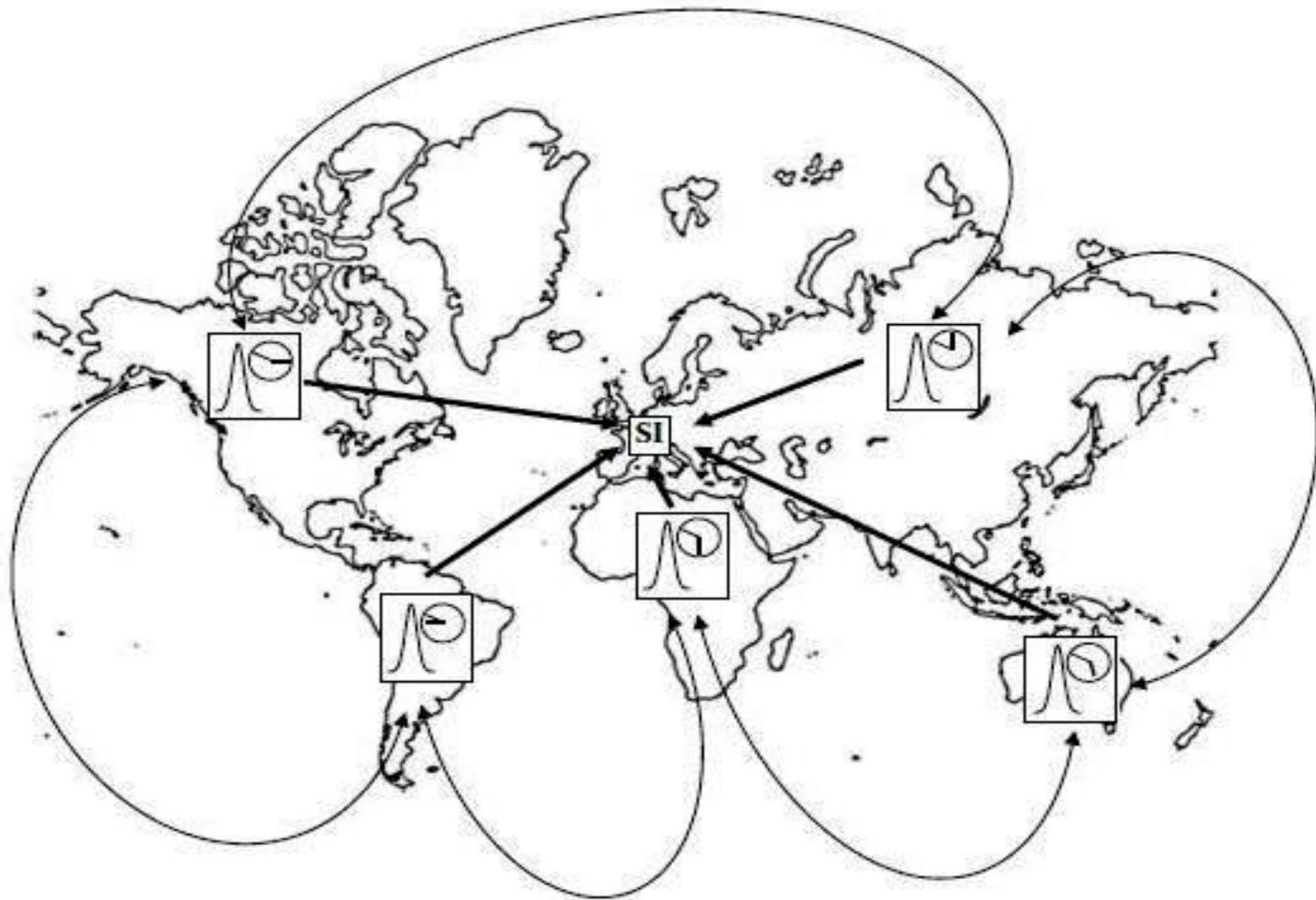
以质量测量为例说明溯源性



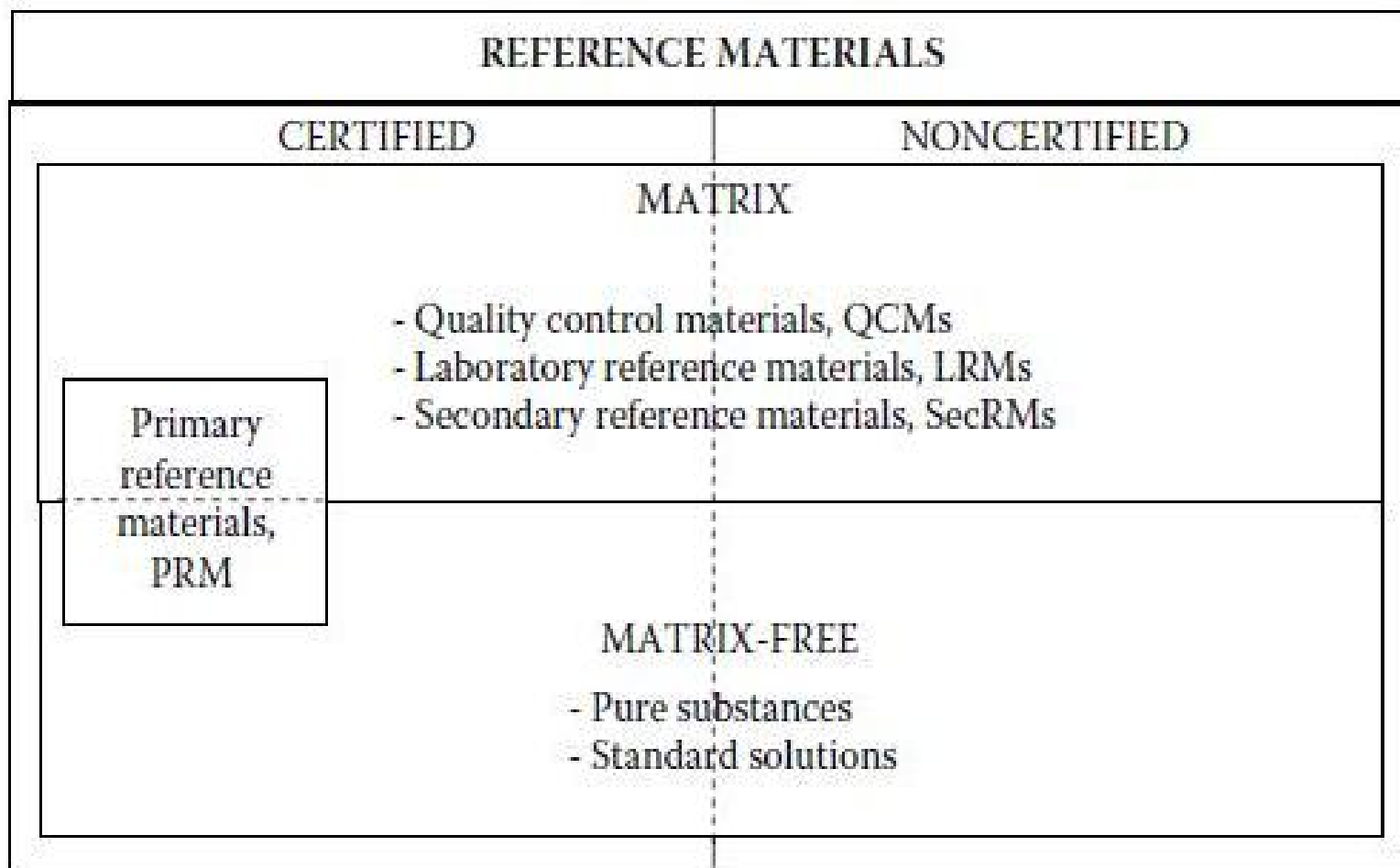
Reference:

Piotr Konieczka and Jacek Namiesnik,
Quality Assurance and Quality Control in
the Analytical Chemical Laboratory - A
Practical Approach,
CRC Press, Taylor&Francis Group,2009

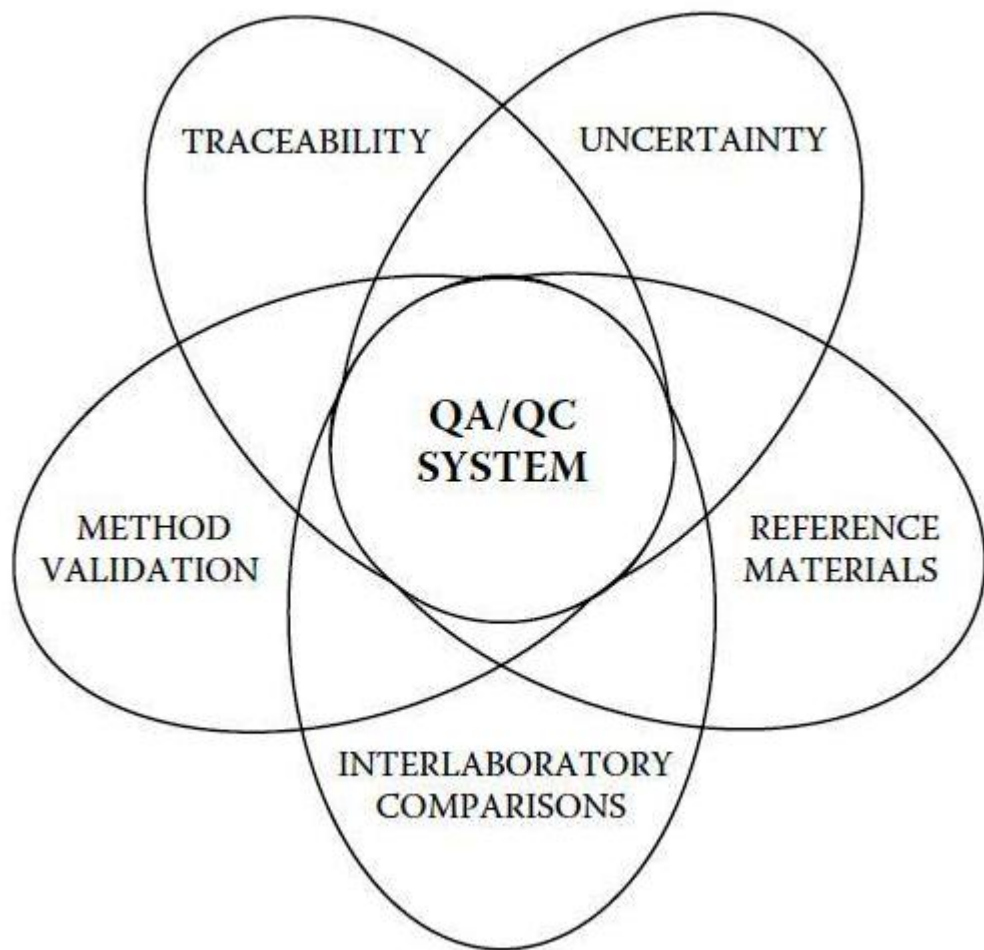
溯源性的逻辑关系



标准物质的分类

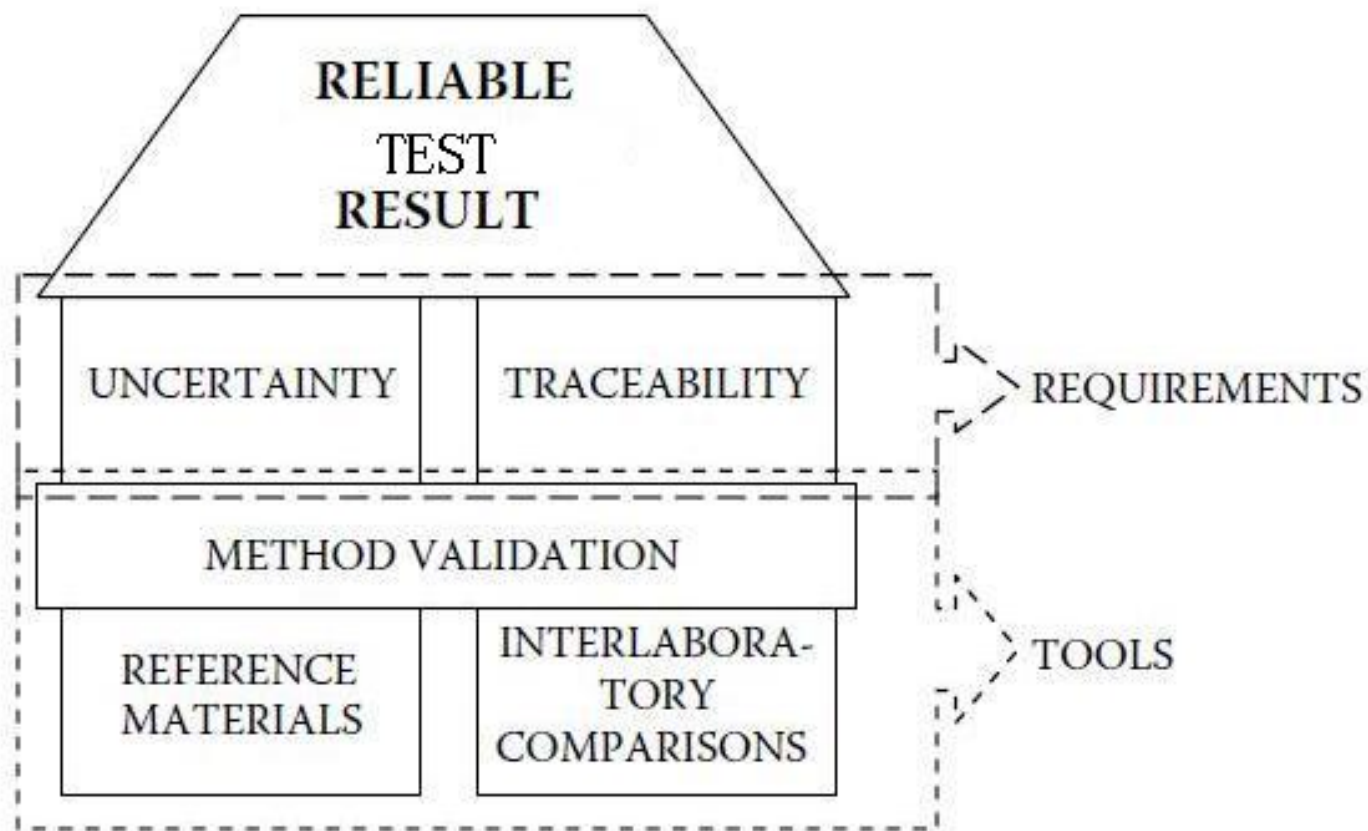


检测质量要素关联图



5个环节相互关联，密不可分。只有全面的运行起这**5**个方面的要素，一个实验室的检测质量才能得到保证和控制。

获得可靠检测结果 时各要素位置和作用



质量控制的定义

- 质量控制（**Quality Control**）是指为达到质量目标/需求所采取的作业技术和活动。

目的在于监视过程并排除质量环中所有阶段中导致不满意的原因，以取得经济效益。

质量保证的定义

- 质量保证（**Quality Assurance**）是指为了提供足够的信任表明实体能够满足质量要求，而在质量体系中实施并根据需要进行证实的全部有计划和有系统的活动。

内部质量保证——在组织内部质量保证向
管理者提供信任；

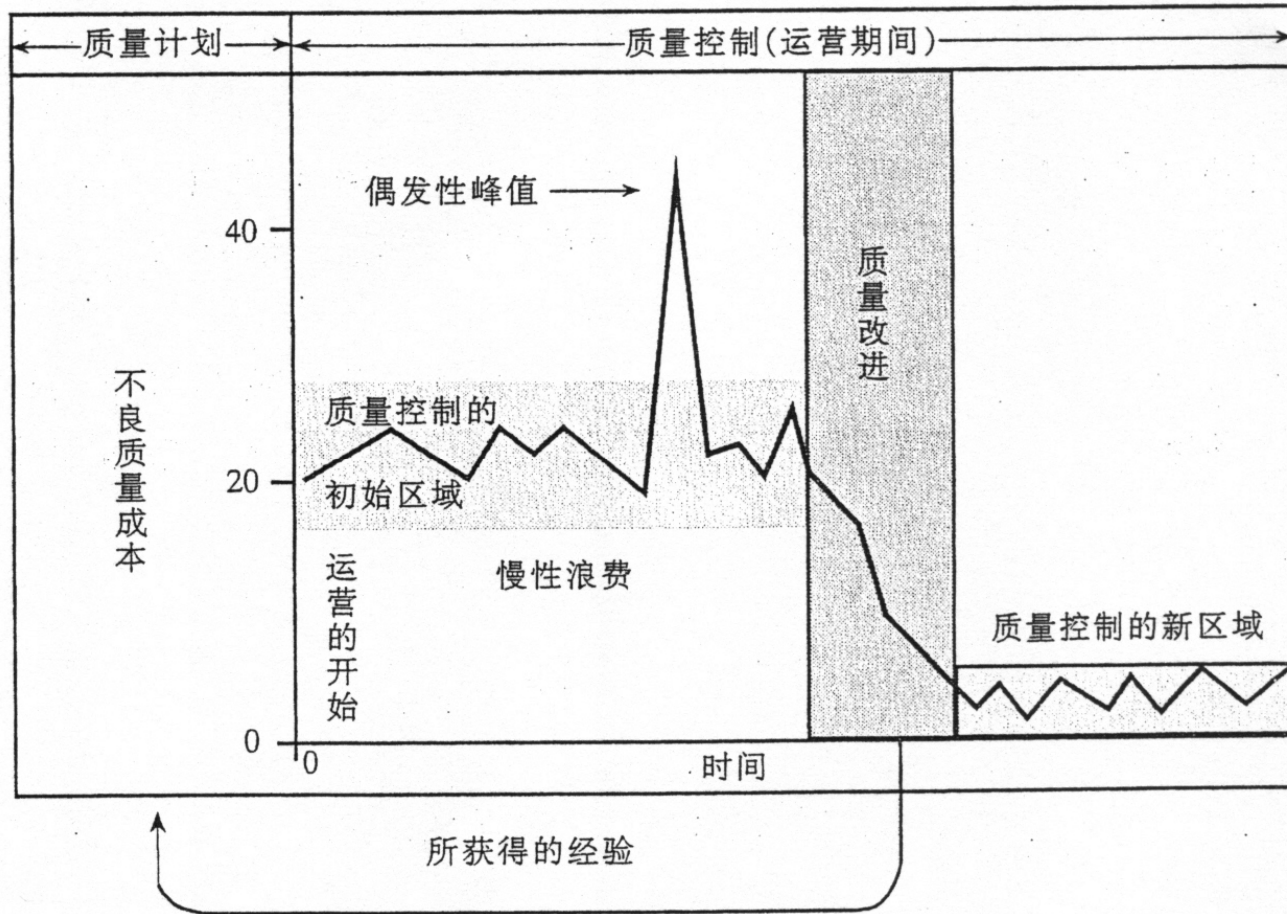
外部质量保证——实验室向顾客提供信任。

质量控制与质量保证的关系

- 质量控制和质量保证在某些活动中是相互关联的，很难绝对地分开或分清。可以说**ISO/IEC 17025:2005**标准中的**24**个要素，构成了质量保证体系。
- 质量控制主要是指监视控制全过程并识别不合格或不满意的结果，可以用“**核查 (Checks)**”来高度概括。

实际上质量控制和质量保证说的都是同一个东西，不同的学派采用了不同的解释而已。而对于我们学习检测质量来说，不同的观点都有可取的地方，都应该兼收并蓄。质量控制侧重用统计的方法发现质量的优劣，而质量保证则侧重质量体系的环节保证。

朱兰 (Juran) 三部曲示意图



通过改进，达到了一个新的绩效水平。质量保证的主要目的在于确认始终保持着控制。

国家标准中的质量控制

- 近几年国家标准的制定中，某些国家和行业标准的制定都把质量控制作为独立的章节，这也体现了质量控制的重要作用。

这些标准都是围绕质量控制和质量保证的**5**大要素进行编写的，大多标准对于方法验证的方面有很多的描述，如校正曲线，再加上数据处理和结果报告的规定等。

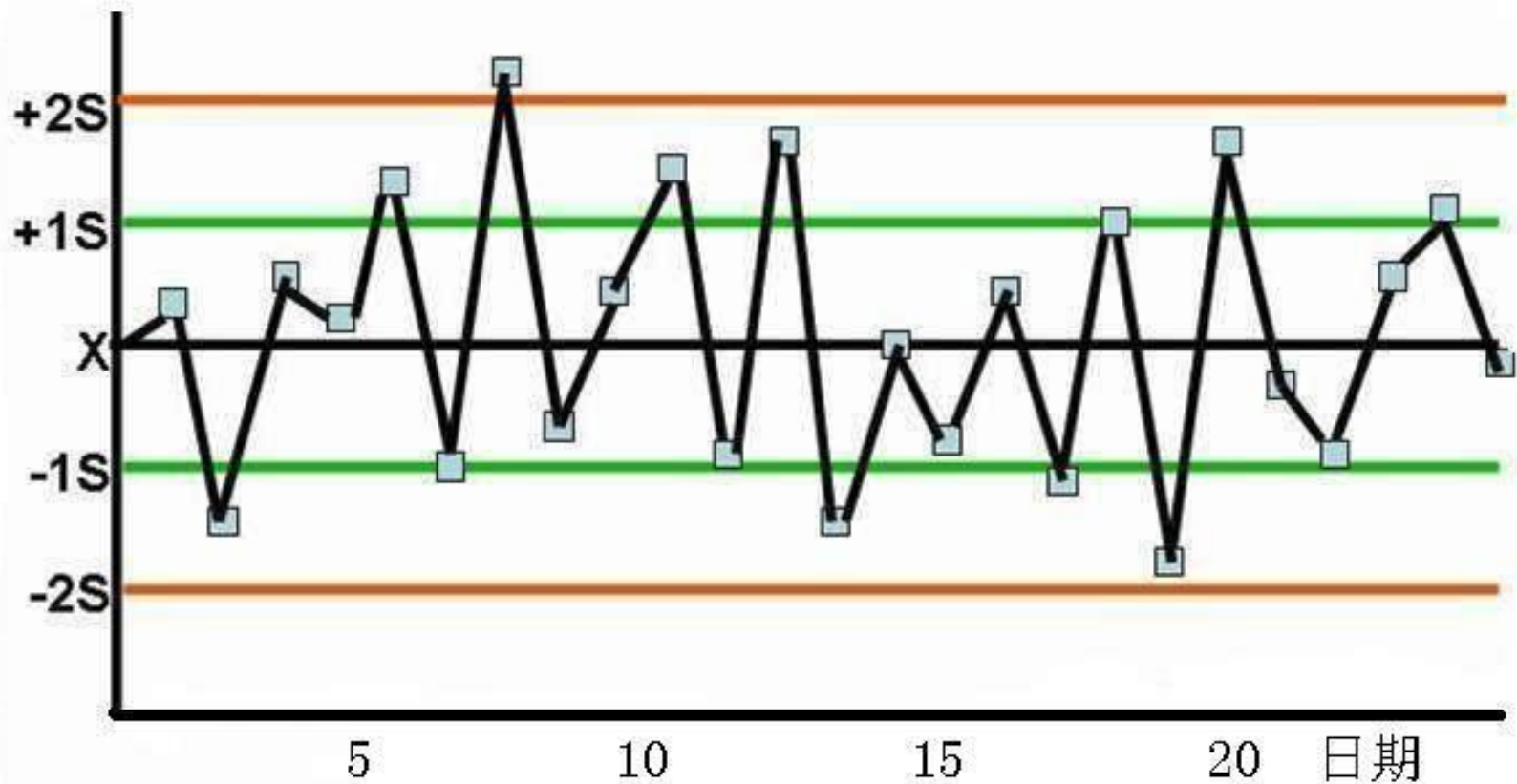
GB/T 5750.3-2006	生活饮用水标准检验方法 水质分析质量控制
GB 17378.2-2007	海洋监测规范 第2部分:数据处理与分析质量控制
GB/T 20468-2006	临床实验室定量测定室内质量控制指南
GB/T 27401-2008	实验室质量控制规范 动物检疫
GB/T 27402-2008	实验室质量控制规范 植物检疫
GB/T 27403-2008	实验室质量控制规范 食品分子生物学检测
GB/T 27404-2008	实验室质量控制规范 食品理化检测
GB/T 27405-2008	实验室质量控制规范 食品微生物检测
GB/T 27406-2008	实验室质量控制规范 食品毒理学检测
GJB 466-1988	理化试验质量控制规范
GJB 4602-1992 (GJBz 20105-1992)	航空维修无损检测质量控制磁粉探伤
EJ/T 620-1991	核工业无损检测质量控制规范
EJ/T 1073-1998	核工业理化分析实验室制定测量系统质量控制大纲导则
HB 5489-1991	航空非金属材料红外光谱质量控制
SN/T 1482-2004	实验室内部质量控制方法 MR 统计合并动态跟踪监控技术

质量控制要体现整体性

- 检测的最终目的是解决实际问题，所以质量控制必须覆盖整个检测过程。对于做实验室工作的人来说，采样环节经常是由别人完成的，所以国家规定了很多的采样规范。实验室严肃地表明“本分析结果只对送检样品负责”实际上就是对质量控制整体性的理解。这种整体性的含义也提醒我们，当出现质量失控的状况，你要考虑改进的细节也必须覆盖所有检测过程，才能提出行之有效的质量改进措施。

正确运用质量控制图

- **Shewhart**的质量控制图是由对质控物进行多次测定做出来的，跟我们的样品测定完全没有关系。实验室在绘制这个质控图时必须先选择合适的质控物，它可以是参考物质，也可以是实验室自己配制的加标样品。当实验室对该质控物进行多天多次测定之后，它的中心线，警戒线和控制线就可以画出来了。然后这样的质控物还要分批次的加入到我们的日常样品的检测当中，当日常检测该质控物的结果出来的时候，我们就可以把结果记录在**Shewhart**图上。形象的说，我们是安插了一个质控员到我们的日常检测当中，它的结果有问题，表明我的检测质量就有问题。质控员出现问题我们对检测结果也没办法改变，只是作为一个旁观者观察整个检测过程的状况。所以质量控制只能监测质量，而不能改观质量。当质控图提示有问题的时候我们就应该考察体系中的人，物、法等多个环节，找出问题，解决问题。



质量控制图显示了一个实验室的专业水准，其完整的过程包括：选取合适的质控物，客观的评价自己实验室的水准，判断在控与否的统计技术。

运用统计技术

- 质量控制中技术含量较高的地方就是统计原理的灵活运用。
- 判断在控和失控都基于数据的统计属性，其核心是正态分布。面对质量控制图上不断增加的质控物数据，就是判断这些堆积的数据是否是符合正态分布的。如果是正态分布就认为是在控的。
- 控制图以**2S**、**3S**作为判断的基准，正是基于小概率事件是不应该发生的。

再次强调质控五大要素

- 对于完整的质量控制过程，就是质量保证**5**大要素的实现和整合，如果没有这些要素的实现，任何质量控制都是空话。试想一下质控图的中心线跟真实值有差距，你的质量控制再好，所有的结果都有一个系统误差。质量控制图的使用只是质量保证中的一个环节，切不可代替质控**5**大要素的重要性。
- **ISO/IEC 17025: 2005**标准**5.9.1**中还提供了实验室质量监控的五种技术。质量监控不仅要有计划而且要加以评审。

检测市场需要什么

- 符合目的
- 准确
- 精确
- 定性的/定量的
- 一致的
- 可以依据其作出决定
- 以适当的形式提供
- 供给准时
- 最小成本和消耗下取得
- 可获取的/可溯源的
- 有效的
- 可重复的
- 可再现的

有效检测原则

- 检测结果对企业来说至关重要，不仅关系到成本，而且还对增加产量、有效利用资产和提高声誉有很大影响。认定选择适用的检测方法的原则如下：

检测方法应满足给定的目标；

采用正确的方法和设备；

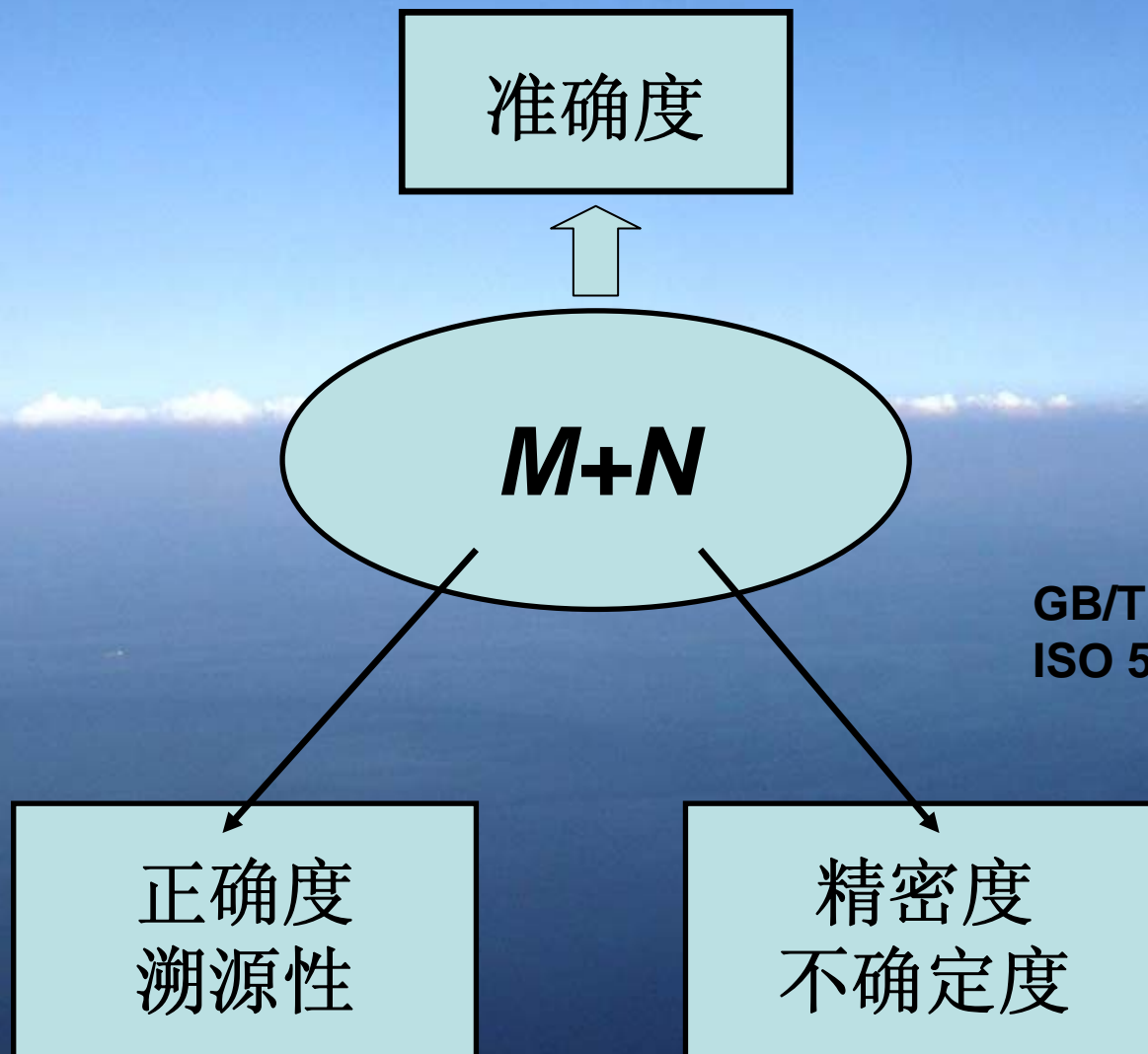
检测人员既要有资格又要有能力承担检测任务；

应对实验室的技术水平进行定期的评估；

无论在何处进行检测结果都要一致（可再现）；

应有QC和QA程序。

检测结果表述



GB/T 6379-2004
ISO 5725:1994, idt

材料检测与环境保护的责任

- 空气中的排放物
- 水中的排放物
- 非现场的废物处理
- 技术方面的挑战
 - 空气/水/固体中的低浓度
 - 样品采集的时间
 - 及时响应要求的高灵敏度的技术
 - 含污染物的样品

关注材料服役性能的检测

- 在实际服役状态或模拟服役条件下对材料性能的检测。其结果对产品的设计、失效分析和寿命评估等至关重要，我国许多重大产业的技术概念、设计源头、主要图纸和标准、重大问题的解决依赖于发达国家，原因之一是对材料服役性能测试和研究明显不足。常见机械工业材料的服役性能测试至少要考虑以下方面：
 1. 服役环境条件下的测试：周围温度、压力、介质、电化学特性等参数。如核电在高温高压水中、海洋钢结构在海水/海洋气氛中；
 2. 服役力学条件：考虑实际承受的应力，包括残余应力、交变载荷、裂纹等缺陷的存在；
 3. 针对全寿命的长时间试验和加速试验：考虑实际构件在全寿命服役期的损害过程，进行长时间试验并考虑加速试验，并对加速效应做评价。

关注全尺寸检测

- 通过开展实物检测，积累大量实验数据，为重大工程提供前瞻性服务。



韩国针对风力发电机叶片和飞机机翼进行全尺寸性能试验的现场

关注检测过程的微细环节

- 借助高速摄影观测子弹高速击中物体的过程



- 借助高倍扫描电子显微镜或透射电子显微镜观测材料变形的微观细节，如位错运动、裂纹萌生扩展及其与宏观性能的关系

谢谢！

E-mail: gqyan@sct.org.cn

Tel: 13701816859