

# 检测实验室 如何开展质量控制活动

“原子发射光谱分析与应用” 技术培训班讲稿

鄢国强  
上海材料研究所



# 什么是质量控制？

质量控制是指为达到质量要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。

## Quality control

# 什么是质量保证？

- 质量保证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—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。

## Quality assurance

## 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。可以说实验室认可的标准中的**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。

## 需要监控的26个环节：

1. 4.1.5g质量监督员的充分监督；
2. 4.4合同评审；
3. 4.6采购服务与供给的控制；
4. 4.7对客户的服务；
5. 4.9不合格检测工作的控制；
6. 4.10纠正措施；
7. 4.11预防措施；
8. 4.12.2技术记录；
9. 4.13内部审核；
10. 4.14管理评审；
11. 5.2.1对培训中人员的监督；
12. 5.2.3对合同制人员和另外的技术人员及关键支持人员的监督；
13. 5.3.2监测、控制和记录环境条件；
14. 5.4.2在开始检测前，实验室应证实其能够正确执行标准方法；
15. 5.4.4实验室所制定的方法在使用前应经适当确认；
16. 5.4.5.2对非标准方法的确认；
17. 5.4.7.1计算和数据传输应经过适当的系统性检查；
18. 5.4.7.2a计算机作为数据采集、存储、处理系统时，应进行适当的确认；
19. 5.5.2仪器设备在投入使用前和每次使用前的检查或校准；
20. 5.5.10必要时对设备的校准状态的可信度进行期间核查；
21. 5.6.1对检测结果有重要影响的所有设备，包括辅助测量设备，在投入使用前应进行校准；
22. 5.6.3.3参考标准、标准物质的期间核查；
23. 5.7.1应注意抽样过程中需控制的因素以确保检测结果的有效性；
24. 5.8样品管理程序对样品的控制要求；
25. 5.9有质量控制程序监控检测结果的有效性；
26. 5.10结果报告的质量控制要求。

## 实验室认可标准中涉及的质控要求

### ISO/IEC 17025:2005（检测和校准实验室能力通用要求） General Requirements for Competence of Testing and Calibration Laboratories

**5.4.7 数据控制**——从实验室的数据控制的角度来要求的；

**5.9 检测结果质量的保证**——从实验室整个质量管理体系的角度来要求的。

实验室对这两个条款的实施情况，  
就是实验室开展质量控制的效果的反映。

## 5.4.7 数据控制

1. 对于非计算机和非自动化设备所进行的计算和数据的转移应进行适当的和系统的检查（校核）；
2. 当利用计算机或自动化设备对检测数据进行采集、处理、记录、报告、存储或检索时，实验室应确保：
  - a) 由使用者开发的计算机软件应被制定成足够详细的文件，并对其适用性进行适当的确认，确认只需表明满足使用即可；
  - b) 建立并实施数据保护程序，这些程序包括但不限于数据的输入或采集、数据存储、数据转移和数据处理的完整性和保密性；
  - c) 维护计算机和自动化设备以确保其功能正常，并提供保护检测数据完整性所必需的环境和运行条件。
3. 通用商业软件（如文字处理、数据库和统计程序），在其设计的应用范围内做一般使用则可以认为已经过充分确认。但实验室软件进行了设置或调整需进行确认。

**“无纸实验室”， LIMS—安全、保密与控制**

## 5.9 检测结果质量的保证

- 实验室应在统计技术的应用上开展有效的质量控制
- 实验室质量控制的五种技术：
  1. 定期使用有证标准物质和/或使用次级标准物质进行内部质量控制；
  2. 参加实验室间比对或能力验证计划；
  3. 利用相同或不同方法进行重复检测；
  4. 对存留物品进行再检测；
  5. 分析一个物品不同特性结果的相关性。



## 如何开展质量控制活动

- 编制质量监控检测有效性的程序
- 编制质量监控年度计划
- 实施质量监控计划
- 评价质量监控措施
- 质量控制数据超出预定判据时实施纠正措施
- 质量控制活动情况输入到管理评审

通过对核查标准长期重复得测量来监控检测过程的稳定性



## 如何编制质量监控年度计划

- 实验室在编制质量监控年度计划之前，应对其检测能力的控制水平、人员操作技能、检测结果的稳定性、设备以及标准物质控制方面的效果等进行识别分析以及进行必要的风险评估和趋势分析。在此基础上有针对性地编制切实可行的质量监控年度计划。

# 能力验证—外部质量控制活动

## ■ 实验室间比对

- ◆ 根据预定条件，由两个或多个实验室就相同或类似的试验项目开展试验的组织、实施和评估活动。

## ■ 能力验证 (PT)

- ◆ 利用实验室间比对，按照预先制定的准则评价参加者的能力（ISO/IEC17043, 3.7）。




## 能力验证

- ISO/IEC 17043: 2010  
“Conformity assessment - General requirements for proficiency testing”。

规定了能力验证提供者应满足的质量管理和技术要求，是CNAS对能力验证提供者能力进行认可的基本依据。

CNAS-CL03: 2010

- 
- 实验室应将能力验证作为重要的外部质量评价活动，按照CNAS-RL02:2010《能力验证规则》以及相应认可准则中的规定参加能力验证和利用能力验证结果
  - 实验室质量管理体系文件中，应有参加能力验证的程序和记录要求，包括参加能力验证的工作计划和不满意结果的处理措施
  - 在没有适当能力验证的领域，实验室应当通过强化内部质量控制和自行开展与其他实验室的比对等措施来确保其能力。这些措施也应当作为实验室的相关质量控制计划或参加能力验证活动的工作计划的一部分

# 能力验证

稳健统计Z比分数

$$Z = \frac{x - \tilde{x}}{IQR \times 0.7413}$$

$|Z| \leq 2$       满意结果;  
 $2 < |Z| < 3$       有问题或可疑结果;  
 $|Z| \geq 3$       不满意或离群的结果。

$x$  —— 实验室的报告值  
 $\tilde{x}$  —— 中位值  
 $IQR$  —— 四分位数间距

## 有关ZB、ZW的意义

- | ZW | 主要反映实验室的随机误差;
- | ZB | 主要反映实验室的系统误差。

| ZW |  $\geq 3$  , 表明实验室之内的一致性差, 也就是实验结果的重复性较差。其原因很大程度上表明实验室内可能存在较大的随机误差;

| ZB |  $\geq 3$  , 表明实验室之间的一致性差, 也就是实验结果的再现性(复现性)较差, 即实验室之间存在较大偏差。其原因很大程度上表明实验室可能存在系统误差。

## 测量审核

- 将实验室对被测物品的实际测试结果与参考值进行比较以确认实验室能力的活动；
- 一项与PT计划类似的外部质量保证措施；
- 通常与PT相互配合使用；
- 认可机构可向外部寻求样品/实物，如国家计量院。

测量审核是对一个参加者进行“一对一”能力评价的能力验证计划。



# 测量审核

- 表现的评价
  - ◆ En值判断

$$E_n = \frac{x_{LAB} - x_{REF}}{\sqrt{U_{LAB}^2 + U_{REF}^2}}$$

$|E_n| \leq 1$  , 满意  
 $|E_n| > 1$  , 不满意

$x_{LAB}$ : 实验室的测量结果  
 $U_{LAB}$ : 实验室报告的不确定度  
 $x_{REF}$ : 被测物品的参考值  
 $U_{REF}$ : 参考值的不确定度

参见: CNAS-GL02:2006能力验证  
结果的统计处理和评价指南



## PT结果的后续措施

- 满意


- ◆ 记录在案以备使用

- 不满意

- ◆ 采取纠正措施
- ◆ 确证有效性

## 出现不满意结果采取的措施


- a) 最根本原因分析;
  - b) 造成的影响;
  - c) 采取的纠正措施及相关证据(包括有效性验证及证据)。
- 
- 实验室的纠正措施和验证活动应在**180**天(自收到能力验证结果报告之日起计)内完成。实验室应保存上述记录以备评审组检查。

- 
- 纠正措施有效性的验证方式包括：再次参加**CNAS** 组织或承认的能力验证、参加测量审核或通过**CNAS** 评审组的现场评价。
  - 当实验室使用同一设备或方法对不同认可项目出具数据，在能力验证中出现不满意结果时，其纠正措施应当考虑到所有与该设备或方法相关的项目。
  - 当**CNAS** 实施专项能力验证计划时，可对出现不满意结果的获认可实验室采取暂停直至撤销等措施。

## 参加PT的频次

### ■ 在APALC MRA 001中规定了当有合适PT时的最少频次

- 1 只要存在可获得的能力验证，合格评定机构初次申请认可的每个子领域应至少参加过1次能力验证且获得满意结果（申请认可之日前3年内参加的能力验证有效）
- 2 只要存在可获得的能力验证，获准认可合格评定机构应满足CNAS能力验证领域和频次要求且获得满意结果。对CNAS能力验证领域和频次表中未列入的领域（子领域），只要存在可获得的能力验证，获准认可合格评定机构在每个认可周期内应至少参加1次
- 3 当合格评定机构使用了不同型号设备、多台相同设备和/或不同方法对于同一项目（或参数）出具数据时，其中应至少有一台设备或一种方法参加1次能力验证并在内部开展仪器设备比对或方法比对
- 4 对于多场所合格评定机构，在申请认可时，其每个从事检测、校准或检查的场所均应满足1要求；在获得认可之后，其每个场所均应满足2的要求

- 
- 当获准认可实验室的人员、设备、方法标准、认可范围或影响其能力的其他方面发生重大变化时，应通过增加参加能力验证的频次来证明其能力。
  - 获准认可实验室有义务参加**CNAS** 指定的能力验证计划，如：国际能力验证计划或**CNAS** 专项能力验证计划。



## PT的作用和意义

### ■ 对认可机构

- a) 评价实验室技术能力的重要技术方法之一，判断和监控实验室能力的有效手段；
- b) 维持认可机构间国际互认的基础之一。

### ■ 对实验室

- a) 满足认可机构、有关管理机构等的要求；
- b) 实验室自身进行质量控制的一种手段；
- c) 向客户证实具有技术能力。

## 使用有证标准物质进行内部质量控制

- 所用的标准物质应符合以下要求
  1. 标准物质管理水平与预期应用水平相适应；
  2. 标准物质的基体与待测试样的基体应尽可能接近；
  3. 标准物质应与待测试样的有相同的形态；
  4. 标准物质使用应在有效期内；
  5. 标准物质的不确定度应与顾客对准确度的要求相适应，一般用1/3原则选用标准物质。
- 标准物质分析结果的控制

$$\frac{|x - X|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \leq 1$$

$x$ 和 $X$ 为检测的结果值和标准物质参考值；  
 $U_{lab}$ 和 $U_{ref}$ 为检测结果值的扩展不确定度和标准物质的扩展不确定度。

使用标准物质是极其鼓励的，但仍有不确定度，不仅其真值有不确定度，分析具体样品时特定标准物质的相关性也有不确定度。因此，在特定情况下需要判断所声明使用的标准物质与样品性质合理接近的程度。



## 利用相同或不同方法进行重复检测

### ■ 利用相同方法进行重复检测

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}} = \frac{|x_1 - x_2|}{\sqrt{2}U} \leq 1$$

$x_1$ 和 $x_2$ 为两次检测的结果值;  
 $U$ 为检测的扩展不确定度( $U_1 = U_2 = U$ )。

### ■ 利用不同方法进行重复检测

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}} \leq 1$$

$x_1$ 和 $x_2$ 为两次检测的结果值;  
 $U_1$ 和 $U_2$ 为两次检测结果值的扩展不确定度。

## 对存留物品进行再检测

- 对存留物品进行再检测同样是重复性检测

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\sqrt{2}U} \leq 1$$

$x_1$ 和 $x_2$ 为两次检测的结果值；

$U$ 为检测结果值的扩展不确定度。

## 按临界值（CD值）评定

- 当实验室对测量的不确定度缺乏正确的评定，而用于该测量的标准方法提供有可靠的重复性标准偏差  $\sigma_r$  和复现性标准偏差  $\sigma_R$  时，可采用本方法对测量结果进行判定。
- 根据ISO5725-6，按下式计算CD值：

$$CD = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(2.8\sigma_R)^2 - (2.8\sigma_r)^2 \left( \frac{n-1}{n} \right)}$$

- 实验室在重复条件下n次测量的算术平均值  $\bar{y}$  与参考值  $\mu_0$  之差  $|\bar{y} - \mu_0|$  小于临界值CD值，则该实验室的测量结果可以接受，实验时结果判定为满意结果，否则判定为不满意结果。

## 按专业标准方法规定评定

- 在En值及CD 值不可获得时，如相应专业标准规定了测量结果的允许差，可按标准规定评定。
- 按下式计算Z 值：

$$Z = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\Delta}$$

$x_{lab}$ 为实验室的测量结果；

$x_{ref}$ 为被测物质的参考值；

$\Delta$ 为标准方法中规定的允许差。

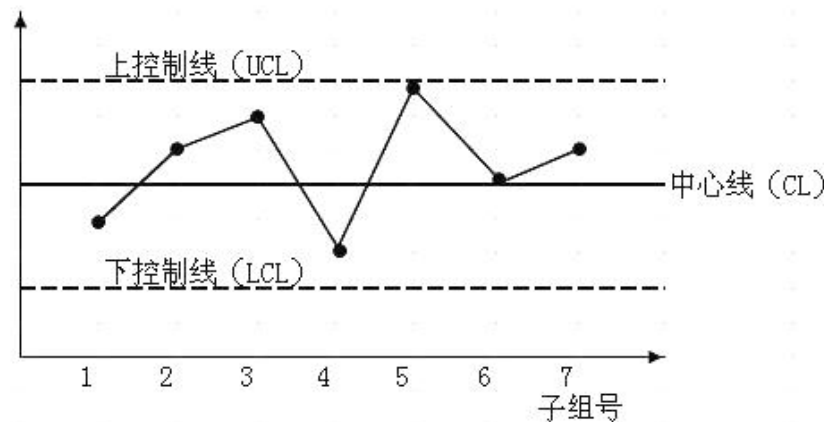
- 若 $Z \leq 1$ ，则判定实验室的结果为满意，否则判定为不满意。

# 统计过程控制在检测结果质控中的应用

- 美国休哈特（W.A.Shewhart）于1924年5月16日首次提出了控制图理论，并应用控制图监控过程，使世界进入了统计过程控制（SPC—statistical process control）的新时代。休哈特将过程控制理论应用在生产线上的制造过程控制中，从而实现了利用控制图来预测产品质量波动的发展趋势，进而做到以预防为主，达到改善产品质量的目的。
- 把实验室所进行的检测（过程）看作数据结果的制造过程，可以利用休哈特控制图对实验室的测量系统、测量过程进行监控。
- 休哈特将数据结果的波动成因分为两大类，即随机的普通因素造成的微小波动和特殊异常因素造成的大波动。前者是系统或过程所固有的，在过程中始终存在，使不可避免的，对输出影响或波动较小，相当于背景，可暂且听之任之；而后者不是系统或过程所固有的，在系统或过程中必然而且突然有异常因素存在而引起系统或过程输出有异常的波动（大波动），这一异常波动的出现可以从控制图上明显地观察出来。当发现异常波动时需要尽快找出原因（异常原因），采取措施消除原因，并保证使之不再重新出现。……最终达到只存在普通因素而造成的小波动而无异常因素造成的大波动状态，我们就称此系统所处的状态为稳定状态（简称稳态）。系统进入稳态是实验室测量系统追求得目标，在稳态下，测量结果的质量才是稳定的。

## 休哈特（常规）控制图的性质

- 休哈特控制图要求从过程中以近似等间隔抽取的数据。此间隔可以用时间来定义（如：每小时）或用数量来定义（如：每批）。通常，这样抽取的子组在过程控制中称子组，每个子组由具有相同可测量单位和相同子组大小的同一产品或服务所组成。从每一子组得到一个或多个子组特性，如子组平均值  $\bar{X}$ 、子组极差  $R$  或标准差  $s$ 。
- 休哈特控制图就是给定的子组特性值与子组号对应的一种图形，它包含一条中心线（CL），作为所点绘特性的基准值。在评定过程是否处于统计控制状态时，此基准值通常为所考察数据的平均值（标称值、目标值）。控制图还包含由统计方法确定两条控制限，位于中心线的各一侧，称为上控制限（UCL）和下控制限（LCL）：



休哈特控制图的控制限分别位于中心线两侧的 $3\sigma$ 距离处，为所点绘统计量的总体组内标准差。 $3\sigma$ 控制限表明，若过程处于统计控制状态，则大约有99.7%的子组值将落在控制界限内。即大约有0.3%的风险，或每点绘1000次中平均有3次描绘点会落在控制限之外。--行动限

## 休哈特控制图的类型

- 常规控制图主要有两种类型：
  1. 计量控制图-用来控制单个的可测量的特性，即控制过程的水平和过程的变异性
    - 平均值图 ( $\bar{X}$ ) 与极差 ( $R$ ) 或标准差 ( $s$ ) 图；
    - 单值 ( $X$ ) 图与移动极差 ( $R$ ) 图；
    - 中位数 ( $Me$ ) 图与极差 ( $R$ ) 图。
  2. 计数控制图-用来判断合格与不合格类型的检验，提供一些总结性的数据而改善过程
    - 不合格品率 ( $p$ ) 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。
- 每一种类型的控制图又有两种不同的情形：
  1. 标准值未给定；
  2. 标准值给定。  
标准值即为规定的要求或目标值。

# 计量控制图控制限公式

## ■ 常规计量控制图控制限公式

统计量	标准值未给定		标准值给定	
	中心线	UCL 与 LCL	中心线	UCL 与 LCL
$\bar{X}$	$\bar{\bar{X}}$	$\bar{\bar{X}} \pm A_2 \bar{R}$ 或 $\bar{\bar{X}} \pm A_3 \bar{s}$	$X_0$ 或 $\mu$	$X_0 \pm A \sigma_0$
$R$	$\bar{R}$	$D_3 \bar{R}, D_4 \bar{R}$	$R_0$ 或 $d_2 \sigma_0$	$D_1 \sigma_0, D_2 \sigma_0$
$s$	$\bar{s}$	$B_3 \bar{s}, B_4 \bar{s}$	$s_0$ 或 $c_4 \sigma_0$	$B_1 \sigma_0, B_2 \sigma_0$

注： $X_0$ 、 $R_0$ 、 $s_0$ 、 $\mu$  和  $\sigma_0$  为给定的标准值。

## ■ 单值计量控制图控制限公式

统计量	标准值未给定		标准值给定	
	中心线	UCL 与 LCL	中心线	UCL 与 LCL
单值 $X$	$\bar{X}$	$\bar{X} \pm E_2 \bar{R}$	$X_0$ 或 $\mu$	$X_0 \pm 3\sigma_0$
移动极差 $R$	$\bar{R}$	$D_4 \bar{R}, D_3 \bar{R}$	$R_0$ 或 $d_2 \sigma_0$	$D_2 \sigma_0, D_1 \sigma_0$

注：1  $X_0$ 、 $R_0$ 、 $\mu$  和  $\sigma_0$  为给定的标准值；2  $\bar{R}$  表示  $n=2$  时观测值的平均移动极差；  
3 表中系数由表中  $n=2$  时查得（ $E_2 = 3/d_2$ ）。



子组中  
观测值  
个数n

# 计量控制图计算控制限的系数表

中心线系数

n	A	A2	A3	B3	B4	B5	B6	D1	D2	D3	D4	C4	1/C4	d2	1/d2
2	2.121	1.880	2.659	0.000	3.267	0.000	2.606	0.000	3.686	0.000	3.267	0.7979	1.2533	1.128	0.8865
3	1.732	1.023	1.954	0.000	2.568	0.000	2.276	0.000	4.358	0.000	2.574	0.8862	1.1284	1.693	0.5907
4	1.500	0.729	1.628	0.000	2.266	0.000	2.088	0.000	4.698	0.000	2.282	0.9213	1.0854	2.059	0.4857
5	1.342	0.577	1.427	0.000	2.089	0.000	1.964	0.000	4.918	0.000	2.114	0.9400	1.0638	2.326	0.4299
6	1.225	0.483	1.287	0.030	1.970	0.029	1.874	0.000	5.078	0.000	2.004	0.9515	1.0510	2.534	0.3946
7	1.134	0.419	1.182	0.118	1.882	0.113	1.806	0.204	5.204	0.076	1.924	0.9594	1.0423	2.704	0.3698
8	1.061	0.373	1.099	0.185	1.815	0.179	1.751	0.388	5.306	0.136	1.864	0.9650	1.0363	2.847	0.3512
9	1.000	0.337	1.032	0.239	1.761	0.232	1.707	0.547	5.393	0.184	1.816	0.9693	1.0317	2.970	0.3367
10	0.949	0.308	0.975	0.284	1.716	0.276	1.669	0.687	5.469	0.223	1.777	0.9727	1.0281	3.078	0.3249
11	0.905	0.285	0.927	0.321	1.679	0.313	1.637	0.811	5.535	0.256	1.744	0.9754	1.0252	3.173	0.3152
12	0.866	0.266	0.886	0.354	1.646	0.346	1.610	0.922	5.594	0.283	1.717	0.9776	1.0229	3.258	0.3069
13	0.832	0.249	0.850	0.382	1.618	0.374	1.585	1.025	5.647	0.307	1.693	0.9794	1.0210	3.336	0.2998
14	0.802	0.235	0.817	0.406	1.594	0.399	1.563	1.118	5.696	0.328	1.672	0.9810	1.0194	3.407	0.2935
15	0.775	0.223	0.789	0.428	1.572	0.421	1.544	1.203	5.741	0.347	1.653	0.9823	1.0180	3.472	0.2880
16	0.750	0.212	0.763	0.448	1.552	0.440	1.526	1.282	5.782	0.363	1.637	0.9835	1.0168	3.532	0.2831
17	0.728	0.203	0.739	0.466	1.534	0.458	1.511	1.356	5.820	0.378	1.622	0.9845	1.0157	3.588	0.2787
18	0.707	0.194	0.718	0.482	1.518	0.475	1.496	1.424	5.856	0.391	1.608	0.9854	1.0148	3.640	0.2747
19	0.688	0.187	0.698	0.497	1.503	0.490	1.483	1.487	5.891	0.403	1.597	0.9862	1.0140	3.689	0.2711
20	0.671	0.180	0.680	0.510	1.490	0.504	1.470	1.549	5.921	0.415	1.585	0.9869	1.0133	3.735	0.2677
21	0.655	0.173	0.663	0.523	1.477	0.516	1.459	1.605	5.951	0.425	1.575	0.9876	1.0126	3.778	0.2647
22	0.640	0.167	0.647	0.534	1.466	0.528	1.448	1.659	5.979	0.434	1.566	0.9882	1.0119	3.819	0.2618
23	0.626	0.162	0.633	0.545	1.455	0.539	1.438	1.710	6.006	0.443	1.557	0.9887	1.0114	3.858	0.2592
24	0.612	0.157	0.619	0.555	1.445	0.549	1.429	1.759	6.031	0.451	1.548	0.9892	1.0109	3.895	0.2567
25	0.600	0.153	0.606	0.565	1.435	0.559	1.420	1.806	6.056	0.459	1.541	0.9896	1.0105	3.931	0.2544

资料来源: ASTM, Philadelphia, PA, USA

## 钢中C测定的应用实例:单值-移动极差图 (X-R)

- 选择QC样品的质量特性时，即选择样品的某个测定项目，要选择影响产品质量比较重要的，易出现问题的，波动较大、稳定性较差的测定项目，碳元素在钢号判定中起决定作用，在钢的光谱分析中，选择碳作为质量特性值。
- 要求样品均匀、无砂眼、无裂纹的钢标准样品或自制控样作为QC样品，而且含量应在日常分析范围内。控制图管理样品只用于日常质量控制使用，不能用于其它工作。
- 根据检测标准对QC标准样品的质量特性值进行25次再现性分析，即每天测试一次，连续测试25天。

## 等精度测试结果 ( $\bar{X}$ ) 及移动极差 ( $R$ )

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\bar{X}$	0.202	0.205	0.201	0.196	0.203	0.205	0.202	0.199	0.197	0.200
$R$		0.003	0.004	0.005	0.007	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003
序号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
$\bar{X}$	0.203	0.201	0.202	0.207	0.203	0.200	0.196	0.199	0.203	0.205
$R$	0.003	0.002	0.001	0.005	0.004	0.003	0.004	0.003	0.004	0.002
序号	21	22	23	24	25					
$\bar{X}$	0.201	0.203	0.200	0.205	0.203					
$R$	0.004	0.002	0.003	0.005	0.002					

## 计算控制限

### ■ 计算均值

➤  $\bar{X} = \sum x_i / n$

$$R = |x_{i+1} - x_i|$$

$$\bar{R} = \sum R / (n - 1)$$

### ■ 计算中心线和控制限

➤ X图:

$$CL = \bar{X} = 0.202$$

$$UCL = \bar{X} + 2.66\bar{R} = 0.213$$

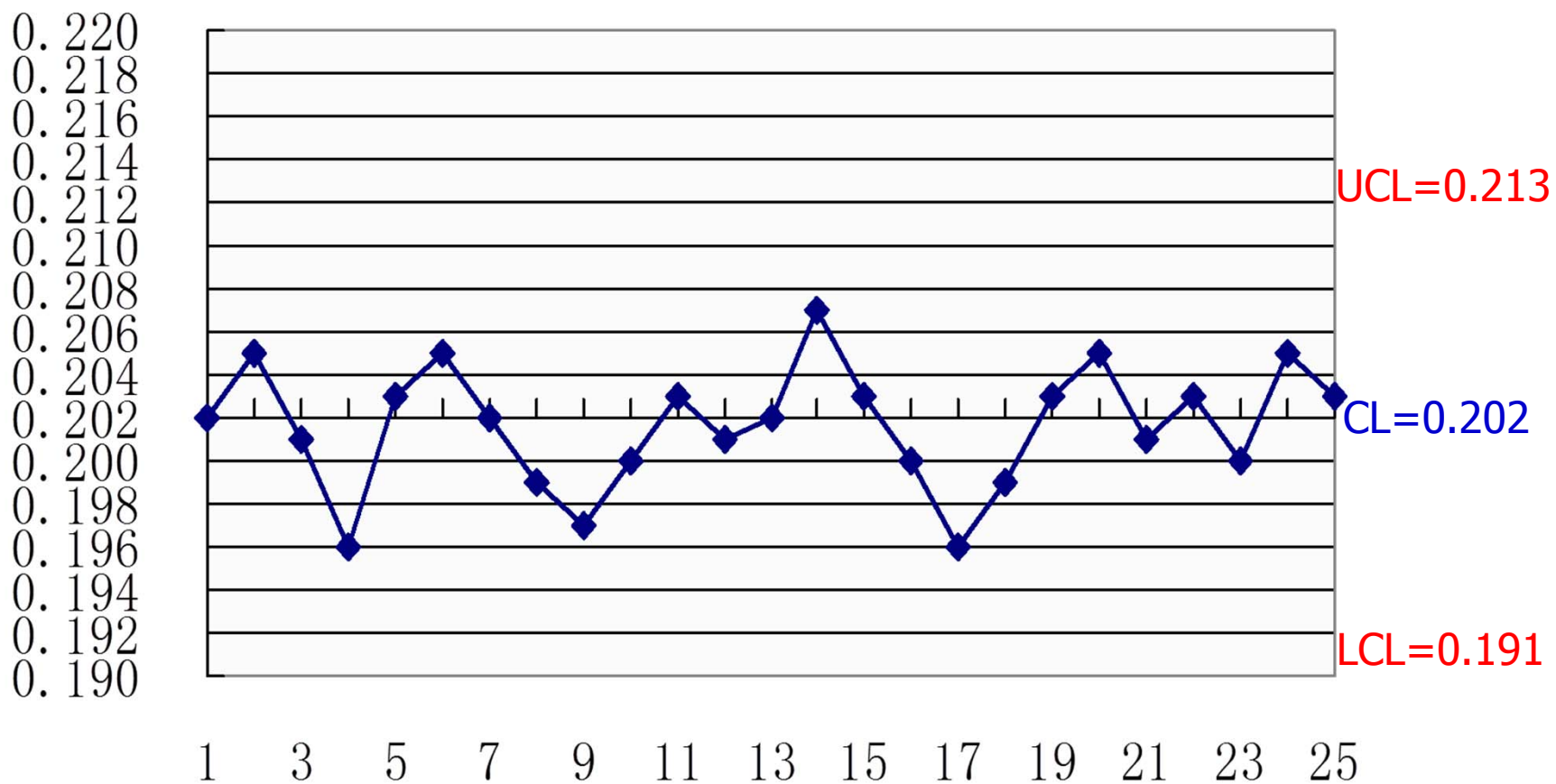
$$LCL = \bar{X} - 2.66\bar{R} = 0.191$$

R图:

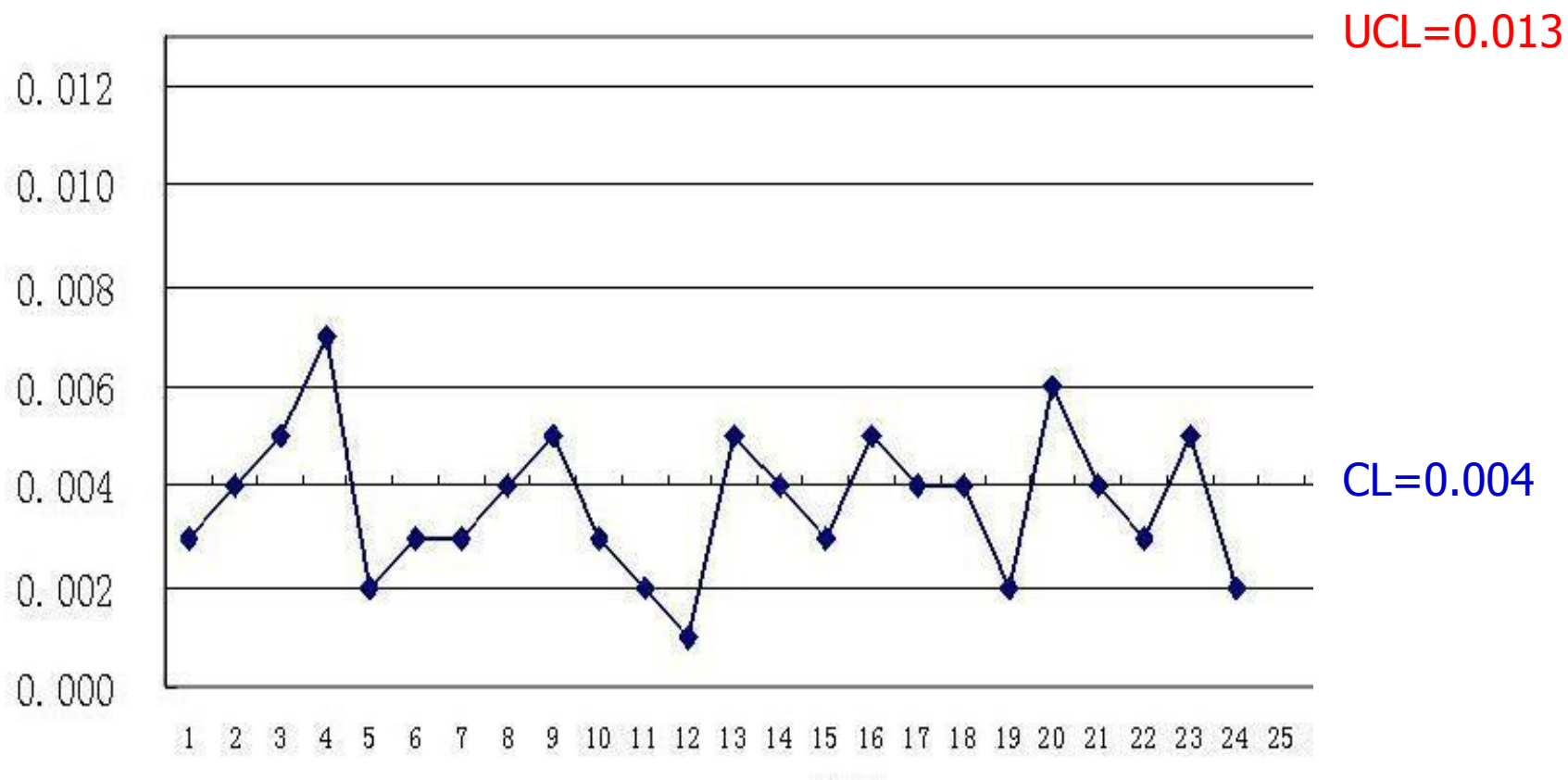
$$CL = \bar{R} = 0.004$$

$$UCL = 3.27\bar{R} = 0.013$$

# 单值控制图



# 移动极差控制图





## 钢中Mn测定的应用实例:平均值与标准差图 ( $\bar{X}-s$ )

- 根据AAS检测标准方法对QC样品的质量特性值进行25次再现性分析,即每天重复测试5次。

# 测试结果、平均值与标准差

样品号：2008-H-0345		试样名称：碳素钢			检测员：张三			检测日期：2008-05-08					
样品#	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Mn%	0.382	0.382	0.385	0.379	0.384	0.385	0.387	0.387	0.388	0.381	0.386	0.385	0.386
	0.378	0.380	0.382	0.380	0.385	0.385	0.385	0.386	0.382	0.385	0.387	0.384	0.386
	0.385	0.380	0.383	0.384	0.387	0.384	0.385	0.386	0.385	0.383	0.386	0.386	0.384
	0.375	0.381	0.379	0.384	0.386	0.385	0.387	0.385	0.386	0.384	0.387	0.385	0.386
	0.379	0.382	0.382	0.382	0.385	0.385	0.386	0.382	0.386	0.386	0.385	0.384	0.381
$\bar{X}$	0.3798	0.3810	0.3822	0.3818	0.3854	0.3848	0.3860	0.3852	0.3854	0.3838	0.3862	0.3848	0.3846
$s$	0.0038	0.0010	0.0022	0.0023	0.0011	0.0004	0.0010	0.0019	0.0022	0.0019	0.0008	0.0008	0.0022
样品#	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
Mn%	0.382	0.386	0.387	0.385	0.387	0.388	0.385	0.386	0.384	0.387	0.387	0.390	
	0.387	0.387	0.388	0.387	0.387	0.385	0.387	0.390	0.386	0.385	0.387	0.390	
	0.385	0.385	0.385	0.385	0.384	0.387	0.386	0.390	0.386	0.388	0.389	0.389	
	0.388	0.387	0.386	0.386	0.383	0.386	0.385	0.389	0.388	0.388	0.386	0.389	
	0.388	0.386	0.388	0.384	0.389	0.386	0.384	0.385	0.385	0.386	0.390	0.390	
$\bar{X}$	0.3860	0.3862	0.3868	0.3854	0.3860	0.3864	0.3854	0.3880	0.3858	0.3868	0.3878	0.3896	
$s$	0.0025	0.0008	0.0013	0.0011	0.0024	0.0011	0.0011	0.0023	0.0015	0.0013	0.0016	0.0005	



## 计算控制限

### ■ 计算均值

$$\bar{X} = \sum X_i / n$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

### ■ 计算中心线和控制限

➤  $\bar{X}$  图:  $CL = \bar{\bar{X}} = \sum \bar{X} / 25 = 0.3860$

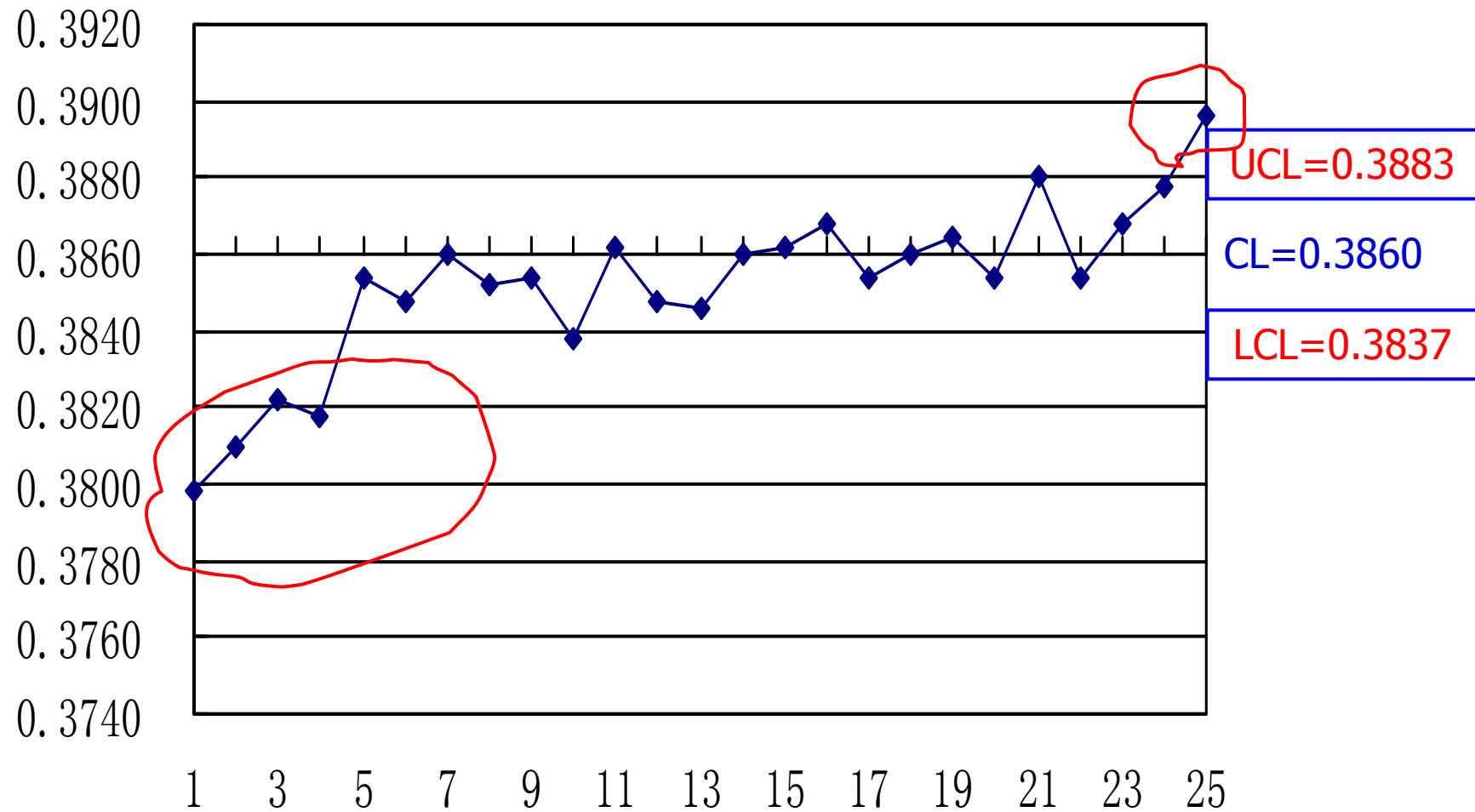
$$UCL = \bar{\bar{X}} + A_3 \bar{s} = 0.3860 + 1.427 * 0.0016 = 0.3883$$

$$LCL = \bar{\bar{X}} - A_3 \bar{s} = 0.3860 - 1.427 * 0.0016 = 0.3837$$

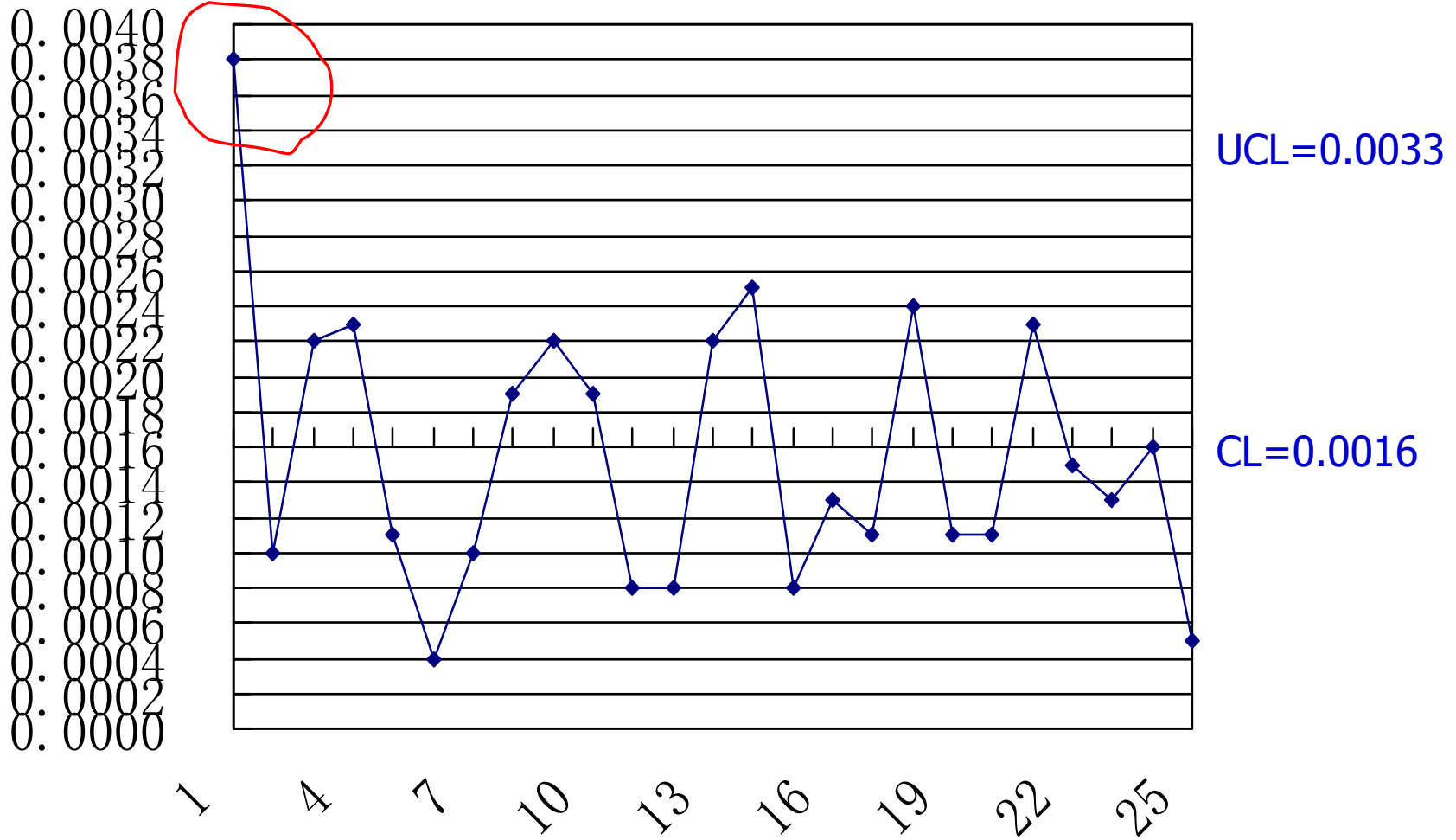
➤  $s$  图:  $CL = \bar{s} = \sum s / 25 = 0.0016$

$$UCL = B_4 \bar{s} = 2.089 * 0.0016 = 0.0033$$

# 平均值控制图 ( $\bar{X} - s$ )



# 标准差控制图

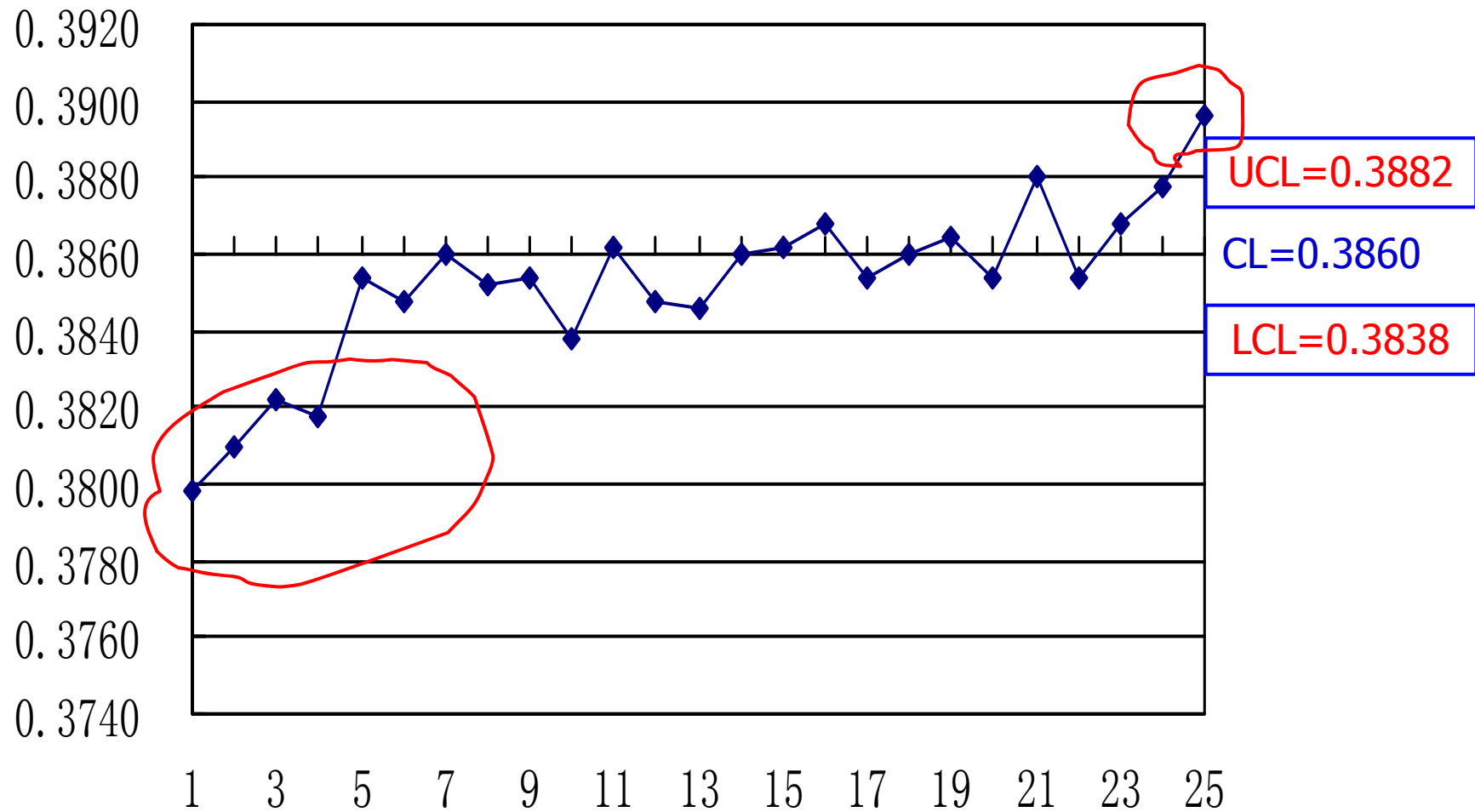


# 平均值与极差

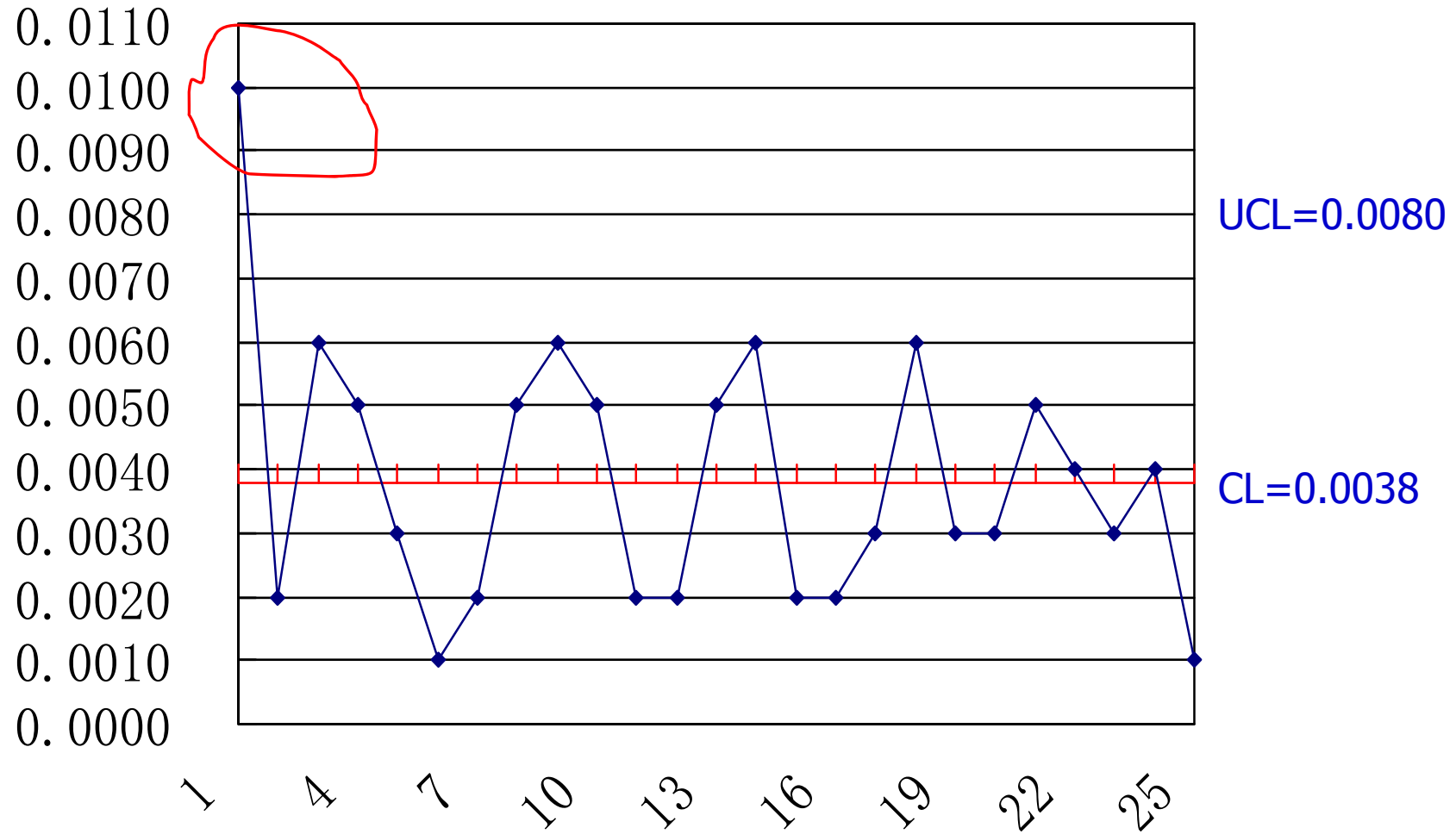
样品号：2008-H-0345		试样名称：碳素钢				检测员：张三			检测日期：2008-05-08				
样品#	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Mn%	0.382	0.382	0.385	0.379	0.384	0.385	0.387	0.387	0.388	0.381	0.386	0.385	0.386
	0.378	0.380	0.382	0.380	0.385	0.385	0.385	0.386	0.382	0.385	0.387	0.384	0.386
	0.385	0.380	0.383	0.384	0.387	0.384	0.385	0.386	0.385	0.383	0.386	0.386	0.384
	0.375	0.381	0.379	0.384	0.386	0.385	0.387	0.385	0.386	0.384	0.387	0.385	0.386
	0.379	0.382	0.382	0.382	0.385	0.385	0.386	0.382	0.386	0.386	0.385	0.384	0.381
$\bar{X}$	0.3798	0.3810	0.3822	0.3818	0.3854	0.3848	0.3860	0.3852	0.3854	0.3838	0.3862	0.3848	0.3846
S	0.0038	0.0010	0.0022	0.0023	0.0011	0.0004	0.0010	0.0019	0.0022	0.0019	0.0008	0.0008	0.0022
R	0.010	0.002	0.006	0.005	0.003	0.001	0.002	0.005	0.006	0.005	0.002	0.002	0.005
样品#	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
Mn%	0.382	0.386	0.387	0.385	0.387	0.388	0.385	0.386	0.384	0.387	0.387	0.390	
	0.387	0.387	0.388	0.387	0.387	0.385	0.387	0.390	0.386	0.385	0.387	0.390	
	0.385	0.385	0.385	0.385	0.384	0.387	0.386	0.390	0.386	0.388	0.389	0.389	
	0.388	0.387	0.386	0.386	0.383	0.386	0.385	0.389	0.388	0.388	0.386	0.389	
	0.388	0.386	0.388	0.384	0.389	0.386	0.384	0.385	0.385	0.386	0.390	0.390	
$\bar{X}$	0.3860	0.3862	0.3868	0.3854	0.3860	0.3864	0.3854	0.3880	0.3858	0.3868	0.3878	0.3896	
S	0.0025	0.0008	0.0013	0.0011	0.0024	0.0011	0.0011	0.0023	0.0015	0.0013	0.0016	0.0005	
R	0.006	0.002	0.002	0.003	0.006	0.003	0.003	0.005	0.004	0.003	0.004	0.001	

1、 $\bar{R} = 0.0038$ ; 2、 $\pm A_2 \bar{R} = \pm 0.577 * 0.0038 = \pm 0.0022$ ; 3、 $D_4 \bar{R} = 2.114 * 0.0038 = 0.0080$

# 平均值控制图 ( $\bar{X} - R$ )



# 极差控制图



# 在未给定标准的条件下建立计量值控制图 以实现控制状态

1. 从过程中连续采集样本量均为 $n$ 的20-30个样本， $n=4-5$ 。
2. 在采集样本时，精确的记录下过程中的任何变化，如操作者、设备及原材料的变化。
3. 从这些数据中计算出试行的控制限。
4. 将数据在标有试行控制限的图上打点以判断是否有失控的样本，亦即是否有点子落在控制限外。
5. 如果没有点子落在试行限外，就可以说此过程处于“受控”状态，这些控制界限就可以用做维持控制状态。
6. 如果某些点子落在试行限外，就可以说此过程处于“失控”状态，亦即存在着可归因的变异原因。在这种情况下，就必须确定每个点子失控的原因，如果可能的话要从上述第二步的记录中来加以确定，从数据中剔除这些样本，并重新计算试行控制限。如果仍有点子落在新的控制限外，则必须重复上述步骤，直到没有点子落在控制限外为止。最终所得的一组控制限便可以用于以后的过程控制。



## 实验室质量控制新标准

- **GB/T 27407-2010**实验室质量控制 利用统计质量保证和控制图技术 评价分析测量系统的性能
- **GB/T 27408-2010**实验室质量控制 非标准测试方法的有效性评价 线性关系





# 参考文献

- GB/T4091-2001 (idt ISO 8258:1991)  
《常规控制图》
- ISO 5725:1994 1-6 《测量方法和结果的准确度（正确度和精密度）》
- CNAS-GL02:2006（能力验证结果的统计处理和评价指南）



# 谢谢!

**Tel: 021-65557357**  
**E-mail: [gqyan@live.com](mailto:gqyan@live.com)**  
**[Http://www.gqyan.com](http://www.gqyan.com)**