化学检测实验室
如何开展质量控制活动

鄢国强
CNAS主任评审员

测量与化学检测活动

- 测量是人类认识世界、改造世界的手段和工具，并已经深入日常生活的方方面面。所有科技创新活动均依托于测量的支持，80%以上的经济贸易活动都依赖于测量结果的支撑。在工业化进程中，三次工业革命都与计量测试技术的突破息息相关，体现了量值定义世界。

工业1.0 –机械化	工业2.0 –电气化	工业3.0 –信息化	工业4.0 –物联信息化
第一次工业革命	第二次工业革命	第三次工业革命	第四次工业革命
1784年出现第一台机械织布机，用蒸汽动力代替人力	1870年出现传送带，出现流水线模式，零部件生产与产品装配分工	1960年美国发明晶体管，推出PLC和PC，机器代替了人的体力和脑力	2013年，智能化，个性化
蒸汽时代，手工业-工业	电气时代，大规模生产时代	信息时代，产能过剩时代	?

- 在所有的测量活动中，化学分析测量的数量已经超过了所有测量活动的50%，是工矿企业、食品安全、环境保护、医疗卫生等行业必不可少的依据。
- 开展检测质量控制活动在于提高化学分析测量的质量，保证结果准确、可靠、可比和一致，真正实现“一次测量，全球通行”。

化学检测----无处不在的测量

- 环境 **Environmental**
  - 有机物，无机物，标记的同位素
  - 水、土壤，植物，沉淀物
- 食品 **Food**
  - 成分
  - 肉，鱼，奶制品，蔬菜
- 工业 **Industrial**
  - 燃料，玻璃，陶瓷，塑料，矿石，
  - 职业卫生和身体检查
- 金属 **Metals**
  - 纯金属及合金

什么是质量控制？ Quality control

- 质量控制是指为达到质量要求所采取的作业技术和活动。

- 质量控制是为了通过监视质量形成过程，消除质量环上所有阶段引起不合格或不满意效果的因素。以达到质量要求，获取经济效益，而采用的各种质量作业技术和活动。

- 质量控制是为使产品或服务达到质量要求而采取的技术措施和管理措施方面的活动。质量控制的目标在于确保产品或服务质量能满足要求（包括明示的、习惯上隐含的或必须履行的规定）。

2017版标准中涉及的质控要求

ISO/IEC 17025:2017（检测和校准实验室能力的通用要求）

General Requirements for Competence of Testing and Calibration Laboratories

7.7 确保结果有效性—从实验室整个质量管理体系的角度来要求的；

7.11 数据控制和信息管理—从实验室的数据控制的角度来要求的。

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。

7.7 确保结果有效性

7.7.1 实验室应有监控结果有效性的程序。记录结果数据的方式应便于发现其发展趋势，如可行，应采用统计技术审查结果。实验室应对监控进行策划和审查，适当时，监控应包括但不限于以下方式：

a) 使用标准物质或质量控制物质；

b) 使用其他已校准能够提供可溯源结果的仪器；

c) 测量和检测设备的功能核查；

d) 适用时，使用核查或工作标准，并制作控制图；

e) 测量设备的期间核查；

7.7 确保结果有效性

f) 使用相同或不同方法重复检测或校准；

g) 留存样品的重复检测或重复校准；

h) 物品不同特性结果之间的相关性；

i) 审查报告的结果；

j) 实验室内比对；

k) 盲样测试。

7.7 确保结果有效性

7.7.2 可行和适当时，实验室应通过与其他实验室的结果比对监控能力水平。监控应予以策划和审查，包括但不限于以下一种或两种措施：

a) 参加能力验证；

b) 参加除能力验证之外的实验室间比对。

7.7.3 实验室应分析监控活动的数据用于控制实验室活动，适用时实施改进。如果发现监控活动数据分析结果超出预定的准则时，应采取适当措施防止报告不正确的结果。

7.11数据控制和信息管理

7.11.2 用于收集、处理、记录、报告、存储或检索数据的实验室信息管理系统，在投入使用前应进行功能确认，包括实验室信息管理系统中界面的适当运行。当对管理系统的任何变更，包括修改实验室软件配置或现成的商业化软件，在实施前应被批准、形成文件并确认。

7.11.6 应对计算和数据传送进行适当和系统地检查。

CNAS-CL01-G001:2018《CNAS-CL01<检测和校准实验室能力认可准则>应用要求》

7.7.1a) 实验室对结果的监控应覆盖到认可范围内的所有检测或校准（包括内部校准）项目，确保检测或校准结果的准确性和稳定性。当检测或校准方法中规定了质量监控制要求时，实验室应符合该要求。适用时，实验室应在检测方法中或其他文件中规定对应检测或校准方法的质量监控制方案。实验室制定内部质量监控方案时应考虑以下因素：

- 检测或校准业务量；
- 检测或校准结果的用途；
- 检测或校准方法本身的稳定性与复杂性；
- 对技术人员经验的依赖程度；
- 参加外部比对（包含能力验证）的频次与结果；
- 人员的能力和经验、人员数量及变动情况；
- 新采用的方法或变更的方法等。

7.7.1b) 适用时，实验室应使用质量控制图来监控检测或校准结果的准确性和精密度。

7.7.1c) 一些特殊的检测活动，检测结果无法复现，难以按照7.7.1a)进行质量控制，实验室应关注人员的能力、培训、监督以及与同行的技术交流。

7.7.2 外部质量监控方案不仅包括 CNAS-RL02《能力验证规则》中要求参加的能力验证计划，适当时，还应包含实验室间比对计划。实验室制定外部质量监控计划除应考虑 7.7.1a)中描述的因素外，还应考虑以下因素：

•内部质量监控结果；

•实验室间比对（包含能力验证）的可获得性，对没有能力验证的领域，实验室应有其他措施来确保结果的准确性和可靠性；

•CNAS、客户和管理机构对实验室间比对（包含能力验证）的要求。

7.11.2 实验室使用信息管理系统（LIMS）时，应确保该系统满足所有相关要求，包括审核路径、数据安全和完整性等。实验室应对LIMS 与相关认可要求 的符合性和适宜性进行完整的确认，并保留确认记录；对 LIMS 的改进和维护应确保可以获得先前产生的记录。

CNAS-CL01-A002:2018 《CNAS-CL01<检测和校准实验室能力认可准则>在化学检测领域的应用说明》

7.7.1 实验室应对检测结果有效性进行监控

7.7.1.1 监控应覆盖到申请认可或已获认可的所有检测技术和方法，以确保并证明检测过程受控以及检测结果的准确性和可靠性。内部质量控制方法应包括但不限于空白分析、重复检测、比对、加标和控制样品的分析中的一种或几种。内部质控实施时还应考虑内部质量控制频率、规定限值和超出规定限值时采取的措施。

7.7.1.2 如果检测方法中规定了内部质量控制计划和程序，包括规定限值，实验室应严格执行。如果检测方法中无此类计划，适用时，实验室应采取以下方法：

（1） 空白

（2） 实验室控制样品

（3） 加标

（4） 重复检测

7.7.1.3 适用时，实验室应使用控制图监控实验室能力。质量控制图和警戒限应基于统计原理。实验室也应观察和分析控制图显示的异常趋势，必要时采取处理措施。

注：适用时，实验室可参考 ISO 5725《测试方法与结果的准确度(正确度与精密度)》 第 6 部分和国际理论和应用化学协会(IUPAC)“分析化学实验室内部质量控制协调指南”中给出的指南。

7.7.1.4 对于非常规检测项目，应加强内部质量控制措施，必要时进行全面的分析系统验证，包括使用标准物质或已知被分析物浓度的控制样品，然后进行样品或加标样品重复分析，确保检测结果的可靠性和准确性。

7.7.2 实验室应尽可能参加能力验证或实验室间比对以验证其能力，其频次应与所承担的工作量相匹配。

注：CNAS公布的 CNAS-RL02《能力验证规则》中规定的实验室参加能力验证活动的频 次是实验室获得或维持认可的最低要求。实验室应根据检测工作量、检测方法的稳定性、内部质量控制情况、人员、设施、设备等变化情况确定参加能力验证和实验室间比对的频率。

CNAS-CL01-A011:2018 《CNAS-CL01<检测和校准实验室能力认可准则>在金属材料检测领域的应用说明》

7.7.1 实验室对金相检验、微观结构分析等人为因素影响较大的检测活动，应加强质量监控，可通过实施人员比对或者实验室间比对以保证相关检测人员能力。 对于仪器法化学成分分析，应按标准方法的要求建立校准曲线，并使用与检测样品含量匹配的标样对建立的校准曲线进行验证。应定期使用中间点的标样检查校准曲线，建立定期检查结果可否接受的判定标准，且该判定标准应与测量不确定度相当。

7.7.2 实验室按 CNAS-RL02 选择参加能力验证计划时，如果认可的检测项目在同一子领域内有多项可获得的能力验证活动，应避免连续只参加同一项目的能力验证，参加的人员、设备也应考虑适当更换。

7.7.3 适用时，实验室应建立控制图，观察和分析控制图显示的趋势，必要时采取处理措施。

如何开展质量控制活动？

- 编制质量监控检测有效性的程序；
- 策划年度内、外部质量监控方案；
- 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。

如何策划内、外部质量监控年度计划

- 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策划（编制）切实可行的质量监控年度计划。

质量监控计划实例

序号 No.	责任人 Responsible Person	监控方式 Monitoring Method	试验人员 Test Person	试验设备 Test Equipment	计划时间 Plan Time	判断依据 Judgement Basis	备注 Note
1	XXX	有证标样监控	郭X	分光光度计	1-6月	标准物质的不确定度	铝合金
2	XXX	有证标样监控	刘X	滴定法	1-6月	标准物质的不确定度	钴基合金
3	XXX	仪器比对	游XX/陈X	氮氢氧分析仪	1-6月	方法的再现性R	钛合金
4	XXX	仪器比对	刘X/张XX	石墨炉/ICP-MS	1-6月	方法的再现性R	纯锌
5	XXX	人员比对	罗XX/郑X	红外碳硫分析仪	1-6月	方法的再现性R	铸铁
6	XXX	人员比对	毛XX/宋XX	重量法	1-6月	方法的再现性R	钼铁
7	XXX	仪器比对	戴XX/黄XX	ICP-OES/AAS	7-12月	方法的再现性R	镍基合金
8	XXX	仪器比对	刘X	原子吸收光谱仪/原子荧光光度计	7-12月	方法的再现性R	钢铁
9	XXX	留样再测	洪XX	GC-MS	7-12月	方法的再现性R	高分子材料
10	XXX	留样再测	毛X	滴定法	7-12月	方法的再现性R	高碳铬铁
11	XXX	人员比对	张XX/郭X	直读光谱仪	7-12月	方法的再现性R	不锈钢

12	XXX	人员比对	庄XX/宁XX	滴定法	7-12月	方法的再现性R	锡合金
13	XXX	方法比对	胡XX	光度法/滴定法	7-12月	方法的再现性R	镍铁
14	XXX	方法比对	徐XX	光度法/ICP-AES	7-12月	方法的再现性R	铜合金
15	XXX	有证标样监控	陆XX	XHB3000	1-3月	依据GB/T 231.2示值误差和示值重复性要求评价	
16	XXX	留样再测	程XX	8150LK	1-3月	参照GB/T 230.2示值误差和示值重复性要求评价	
17	XXX	人员比对	陈XX、梅XX	Zwick Z400	1-3月	参照GB/T 228.1附录M评价	
18	XXX	留样再测	吴XX	XHB3000	4-6月	参照GB/T 231.2示值误差和示值重复性要求评价	
19	XXX	有证标样监控	傅XX	FV-ARS900(FV-800)	4-6月	依据GB/T 4340.2示值误差和示值重复性要求评价	
20	XXX	人员比对	郑X、凌XX、许X	150HFP-5100	4-6月	依据NMMT-WIO-L06-2014要求评价	
21	XXX	有证标样监控	梅XX	8150LK	7-9月	依据GB/T 230.2示值误差和示值重复性要求评价	
22	XXX	设备比对	黄XX	Zwick Z400/Zwick Z250	7-9月	参照GB/T 228.1附录M评价	
23	XXX	人员比对	吴XX、傅XX	WDW-100	7-9月	参照GB/T 228.1附录M评价	

24	XXX	留样再测	程XX	FV-ARS900(FV-800)	10-12月	参照GB/T 4340.2示值误差和示值重复性要求评价	
25	XXX	设备比对	刘XX	INSTRON-5982/INSTRON-1195/WDW-100	10-12月	参照GB/T 228.1附录M评价	
26	XXX	人员比对	郑X、凌X、许X	MTS 370 Load Frame	10-12月	依据NMMT-WIO-L06-2014要求评价	
27	XXX	人员比对	秦XX/吕XX	金相显微镜	1-6月	对同一样品显微组织进行判定，两人对显微组织判断结果一致	
28	XXX	有证标样监控	陆XX	显微硬度计	1-6月	符合GB/T4340.2标准对示值误差最大允许值的要求	
29	XXX	留样再测	忻XX	金相显微镜	1-6月	进行镀层厚度测量，两次检测结果的测量不确定度符合GB/T6462-2005标准要求	
30	XXX	人员比对	秦XX、王XX、孙X	/	7-9月	在相同试验条件下，不同人员对同一试样进行检验，样品侵蚀情况、低倍组织类型和级别判断的一致性	
31	XXX	有证标样监控	沙XX	扫描电子显微镜	7-9月	标准样品的检验结果符合GB/T 17359-1998标准要求	
32	XXX	人员比对	吕X、陆X、孙X	金相显微镜	7-9月	对奥氏体晶粒度评级，两次检测结果应符合GB/T6394-2002标准要求误差在0.5级	
33	XXX	留样再测	王XX	金相显微镜	10-12月	两次检验显微组织判定一致	
34	XXX	有证标样监控	忻XX	显微硬度计	10-12月	符合GB/T4340.2标准对示值误差最大允许值的要求	
35	XXX	人员比对	沙XX/杨XX	扫描电子显微镜	10-12月	在同样检测条件下，两人检测结果均符合GB/T 17359-1998标准要求	

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)
  - ◆利用实验室间比对的方法确定实验室的检测能力。

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。

PT结果的后续措施

- 满意
  - 记录在案以备使用（5.6 对参加了能力验证且有稳定满意表现的合格评定机构，CNAS 在各类评审中可 考虑适当简化相关项目的能力确认过程。）
- 不满意
  - 采取纠正措施
  - 确证有效性

（4.4.1注 1：纠正措施有效性的验证方式包括：再次参加能力验证活动或通过 CNAS 评审组的现场评价。注 2：当合格评定机构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。 注 3：符合认可项目依据的标准或规范的判定方法可参见 CNAS-GL002《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》的附录 C。）

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)。

（4.4.2 合格评定机构参加能力验证的结果虽为不满意，但仍符合认可项目依据的标准或规范所规定的判定要求，或当合格评定机构参加能力验证结果为可疑或有问题时，合格评定机构应对相应项目进行风险评估，必要时，采取预防或纠正措施。）

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。

CNAS-RL02:2018《能力验证规则》

4.2 制定参加能力验证工作计划的要求

4.2.1 合格评定机构的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，包括参加能力验证工作计划和不满意结果的处理措施等内容。

4.2.2 合格评定机构应分析自身的能力验证需求，制定参加能力验证的工作计划并实施，同时根据人员、方法、场所和设备等变动情况，定期审查和调整参加能力验证的工作计划。

4.2.3 参加能力验证工作计划应考虑以下因素（不限于）：

a) 认可范围所覆盖的领域；

b) 人员的培训、知识和经验；

c) 内部质量控制情况；

d) 检测、校准和检验的数量、种类以及结果的用途；

e) 检测、校准和检验技术的稳定性；

f) 能力验证是否可获得。

4.2.4 在没有适当能力验证的领域，合格评定机构应当通过强化其他质量保证手段（例如：CNAS-CL01中7.7条款规定的方式）来确保能力，这些措施也应当作为合格评定机构相关质量控制计划或参加能力验证工作计划的组成部分。

4.3 参加能力验证的最低要求

4.3.1 初次认可和扩大认可范围

4.3.1.1 只要存在可获得的能力验证，合格评定机构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，或虽为有问题（可疑）结果，但仍符合认可项目依据的标准或规范所规定的判定要求。

4.3.1.2 若无特殊理由，申请认可的合格评定机构应参加 CNAS 指定的能力验证计划，例如：亚太实验室认可合作组织（APLAC）的能力验证计划。

4.3.1.3 对于多场所合格评定机构，其每个场所均应分别满足 4.3.1.1 的要求。

4.3.2 复评审和监督评审

4.3.2.1 只要存在可获得的能力验证，获准认可合格评定机构参加能力验证的领域和频次应满足 CNAS 能力验证领域和频次的要求(见附录 B)。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，鼓励获准认可合格评定机构积极参加。

4.3.2.2 即使满足能力验证领域和频次要求，获准认可合格评定机构也应参加 CNAS 指定的能力验证计划。

4.3.2.3 对于多场所合格评定机构，其每个场所均应分别满足 4.3.2.1 的要求。

4.5 选择能力验证活动的要求

4.5.1 合格评定机构应优先选择按照 ISO/IEC 17043 运作的能力验证计划，并按照以下顺序选择参加：

a) CNAS认可的能力验证提供者（PTP）以及已签署PTP相互承认协议（MRA）的认可机构认可的PTP在其认可范围内运作的能力验证计划；

b) 未签署PTP MRA的认可机构依据ISO/IEC 17043认可的PTP在其认可范围内运作的能力验证计划；

c) 国际认可合作组织运作的能力验证计划，例如：亚太实验室认可合作组织（APLAC）等开展的能力验证计划；

d) 国际权威组织实施的实验室间比对，例如：国际计量委员会（CIPM）、亚太计量规划组织（APMP）、世界反兴奋剂联盟（WADA）等开展的国际、区域实验室 间比对；

e) 依据ISO/IEC 17043获准认可的PTP在其认可范围外运作的能力验证计划；

f) 行业主管部门或行业协会组织的实验室间比对；

g) 其他机构组织的实验室间比对。

CNAS公布的检测领域开展能力验证参考信息

SCT – CNAS认可的PTP

CNAS

中国合格评定国家认可委员会

能力验证提供者认可证书

（注册号：CNAS PT0055）

兹证明：

上海材料研究所检测中心

上海市邯郸路 99 号，200437

符合 ISO/IEC17043：2010《能力验证提供者能力的要求》（CNAS-CL03《能力验证提供者认可准则》）的要求，具备承担本证书附件所列能力验证计划服务的能力，予以认可。

获认可的能力范围见标有相同认可注册号的证书附件，证书附件是本证书组成部分。

签发日期：2016-12-22

有效期至：2022-12-21

初次认可：2016-12-22

中国合格评定国家认可委员会授权人

中国合格评定国家认可委员会（CNAS）经国家认证认可监督管理委员会（CNCA）授权，负责实施合格评定国家认可制度。CNAS 是国际实验室认可合作组织（ILAC）和亚太实验室认可合作组织（APLAC）成员。本证书的有效性可登陆www.cnas.org.cn获认可的机构名录查询。

2019年SCT组织的能力验证项目

序号	计划编号	计划名称	测试项目	实施时间	费用 (RMB)
1	SCT-PT-1901	低合金钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S	2019年 3~7月	1200
2	SCT-PT-1902	用火花源原子发射光谱法测定低合金钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S	2019年 7~12月	1000
3	SCT-PT-1903	不锈钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni	2019年 3~7月	1200
4	SCT-PT-1904	用火花源原子发射光谱法测定不锈钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni	2019年 7~12月	1000
5	SCT-PT-1905	用火花源原子发射光谱法测定低合金钢中化学成分分析	Cr、Ni、Cu、Mo、Ti、Al、V	2019年 3~7月	1000
6	SCT-PT-1906	铝合金中化学成分分析	Si、Fe、Cu、Mg、Mn	2019年 3~7月	1000
7	SCT-PT-1907	铜合金中化学成分分析	Cu、Pb、Fe、Ni、Sn	2019年 7~12月	1000

2019年SCT组织的能力验证项目

序号	计划编号	计划名称	测试项目	实施时间	费用 (RMB)
8	SCT-PT-1908	钢中O、N含量的测定	O、N	2019年 3~7月	1000
9	SCT-PT-1909	扫描电镜分析-X-射线能谱法分析奥氏体不锈钢中Cr和Ni的含量	Cr，Ni	2019年 7~12月	1200
10	SCT-PT-1910	金属平均晶粒度的测定	平均截距、晶粒度级别	2019年 7~12月	1200
11	SCT-PT-1911	钢中非金属夹杂物含量的测定	非金属夹杂物测量结果、非金属夹杂物分级	2019年 3~7月	1000
12	SCT-PT-1912	结构钢的低倍组织缺陷评级	缺陷分类、级别评定	2019年 7~12月	1000
13	SCT-PT-1913	钢中残余奥氏体定量测定（X射线衍射法）	残余奥氏体相的体积分数	2019年 3~7月	1200
14	SCT-PT-1914	粒度分析（激光衍射法）	D10、D50、D90	2019年 3~7月	1200

2019年SCT组织的能力验证项目

序号	计划编号	计划名称	测试项目	实施时间	费用 (RMB)
15	SCT-PT-1915	X射线衍射法残余应力分析	残余应力	2019年 7~12月	1200
16	SCT-PT-1916	金属布氏硬度测试	HBW 10/3000	2019年 3~7月	1000
17	SCT-PT-1917	金属布氏硬度测试	HBW 5/750	2019年 7~12月	1200
18	SCT-PT-1918	金属洛氏硬度测试	HRC	2019年 3~7月	1000
19	SCT-PT-1919	金属维氏硬度测试	HV5	2019年 3~7月	1000
20	SCT-PT-1920	金属维氏硬度测试	HV10	2019年 7~12月	1000
21	SCT-PT-1921	金属材料棒材室温拉伸试验（Rm为400-1000MPa,试样直径10mm,两端M16螺纹,需配套夹具）	抗拉强度、下屈服强度、断后伸长率、断面收缩率、规定塑性延伸强度	2019年 7~12月	1200

2019年SCT组织的能力验证项目

序号	计划编号	计划名称	测试项目	实施时间	费用 (RMB)
22	SCT-PT-1922	金属材料板材室温拉伸试验	抗拉强度、下屈服强度、断后伸长率、规定塑性延伸强度	2019年 3~7月	1200
23	SCT-PT-1923	金属材料室温夏比冲击试验（R=2mm）（推荐150J及以上试验机）	冲击吸收能量KV2	2019年 3~7月	1500
24	SCT-PT-1924	金属材料低温（-40℃）夏比冲击试验（R=2mm）（推荐150J及以上试验机）	冲击吸收能量KV2 （-40℃）	2019年 3~7月	1500
25	SCT-PT-1925	金属材料室温夏比冲击试验（R=8mm）（推荐150J及以上试验机）	冲击吸收能量KV8	2019年 3~7月	1500
26	SCT-PT-1926	金属材料应变控制低周疲劳试验	失效循环数Nf	2019年 3~7月	1800

2019年SCT组织的测量审核项目

序号	计划编号	计划名称	可选测试参数	领域编码	费用 (RMB)
1	SCT MA001	合金结构钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Mo、Cu	0201	1500（5个元素1000）
2	SCT MA002	钢中碳硫测定	C、S	0201	1000
3	SCT MA003	不锈钢中化学成分分析	C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Mo、Cu	0201	1500（5个元素1000）
4	SCT MA004	碳素钢化学成分分析	C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Mo、Cu	0201	1500（5个元素1000）
5	SCT MA005	黄铜合金中化学成分分析	Cu、Zn、Pb、Al、Ni、Fe、Sn、Mn	0201	1500
6	SCT MA006	铝合金中化学成分分析	Si、Fe、Cu、Mg、Mn	0201	1500
7	SCT MA007	金属材料棒材室温拉伸试验(试样直径10mm,两端M16螺纹)	抗拉强度、下屈服强度、断后伸长率、断面收缩率、规定塑性延伸强度	0301	1200
8	SCT MA008	金属材料布氏硬度试验	HBW10/3000，HBW5/750	0301	1200

2019年SCT组织的测量审核项目

序号	计划编号	计划名称	可选测试参数	领域编码	费用 (RMB)
9	SCT MA009	金属材料洛氏硬度试验	HRC	0301	1200
10	SCT MA010	钢中非金属夹杂物含量	非金属夹杂物总长度及分级	0302	1000
11	SCT MA011	合金结构钢的低倍组织缺陷评级	缺陷分类、级别评定	0302	1000
12	SCT MA012	扫描电镜分析-X-射线能谱法分析奥氏体不锈钢中Cr和Ni的含量	Cr、Ni	0302	1200
13	SCT MA013	金属材料维氏硬度试验	HV5 HV10	0301	1200
14	SCT MA014	金属材料室温夏比冲击试验（R=2mm）（推荐150J及以上试验机）	冲击吸收能量KV2	0301	1600
15	SCT MA015	金属材料低温（-40℃）夏比冲击试验（R=2mm）（推荐150J及以上试验机）	冲击吸收能量KV2 （-40℃）	0301	1600
16	SCT MA016	金属平均晶粒度的测定	平均截距、晶粒度级别	0302	1000

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。

- 标准物质分析结果的控制

$$\mathbf{En}= \frac{|x-X|}{\sqrt{U_{lab}^2+U_{ref}^2}} \le 1$$

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。

实例1：使用有证标准物质进行内部质量控制

例1：电感耦合等离子体光谱分析法测定钛合金中铝和钒含量，使用标准物质1ARM314A：铝：（5.50±0.03）%；钒：（4.98±0.04）%。

某检测人员按ASTM E2371-13标准测试得：铝：（5.52±0.05）%，钒：（5.00±0.05）%，用下式进行计算比较：

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

- Al：$\dfrac{5.52-5.50}{\sqrt{0.05^2+0.03^2}}=0.34\le 1$
- V：$\dfrac{5.00-4.98}{\sqrt{0.05^2+0.04^2}}=0.31\le 1$

结果表明质控满意。

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

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

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

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

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 σ_r 和复现性标准偏差 σ_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 μ_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。

实例2：按临界值（CD 值）评定

例2：分析者采用红外吸收法测定某低合金钢标准物质中的碳，5次独立测量的结果为0.204%、0.206%、0.209%、0.201%、0.211%，已知该标准物质碳的认定值为0.202%，判断测量结果与认定值是否一致。

- GB/T 20123-2006中对0.20%的碳量，方法再现性限R=0.0133，重复性限r=0.00403。

$$CD=\frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{R^2-r^2\left(\frac{n-1}{n}\right)}=\frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{0.0133^2-\frac{4}{5}\times 0.00403^2}=0.0090$$

$$\left|\bar{x}-\mu\right|=\left|0.2062-0.202\right|=0.0042<0.0090$$

- 则该实验室的测量结果可以接受，结果判定为满意结果。

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；

Δ为标准方法中规定的允许差。

- 若Z≤1，则判定实验室的结果为满意，否则判定为不满意。

实例3：按专业标准方法规定评定

例3：分析者采用GB/T 7999-2015测定某铝合金标准物质中的铜，3次独立测量的平均结果为0.320%，已知该标准物质铜的认定值为0.305%，判断测量结果与认定值是否一致。

GB/T 7999-2015中对0.30%的含量，相对允许差为14%。

$$Z=\frac{x_{lab}-x_{ref}}{\Delta}=\frac{0.320-0.305}{0.14\times0.305}=\frac{0.015}{0.0427}=0.35<1$$

- 则该实验室的测量结果可以接受，结果判定为满意结果。

CNAS-GL027:2018

（CNAS-GL39:2016）

化学分析实验室内部质量控制指南 ——控制图的应用

一、定义

分析批**analytical run, batch of analyses**：
由同一分析人员、用相同的程序和试剂在同一台仪器上同时或不间断地依次对由数个待测样品和控制样品组成的一组样品进行的一组分析。

控制图**control chart**：
内部质量控制的一种主要工具。将控制值按特定顺序绘制在图中并与控制限比较，以判断过程和结果是否处于控制状态。

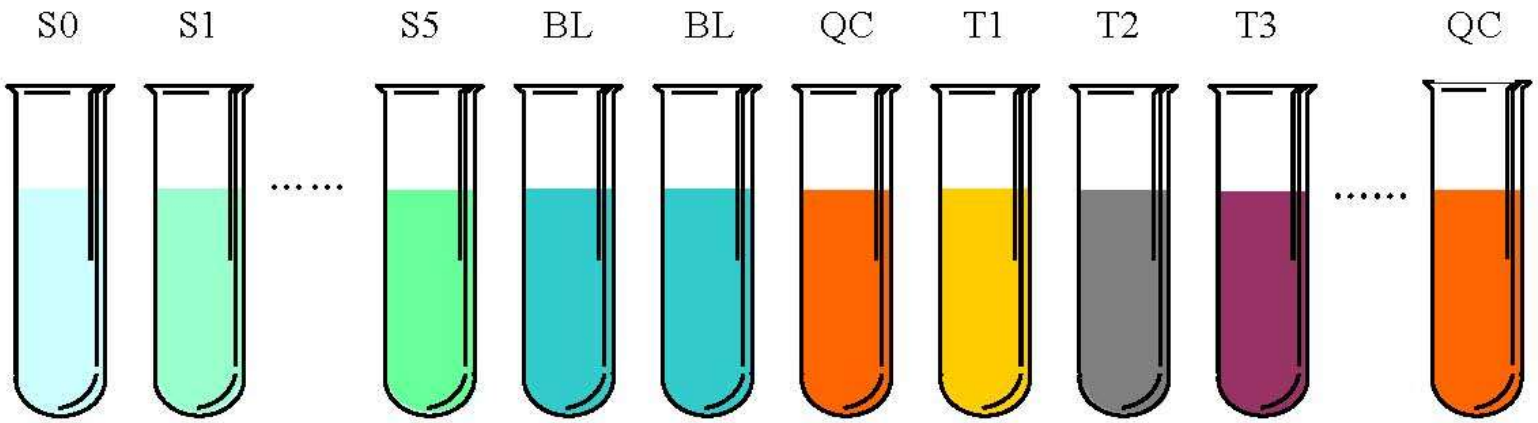
控制限**control limits**：
控制图上用于判断过程和结果是否处于控制状态的界限。控制限有两类，即统计控制限**(statistical control limits)**和目标控制限**(target control limits)**。每一类控制限有行动限**(action limit，AL)**和警告限**(warning limit，WL)**两个控制限值。

控制样品**control sample**：
分析结果用于构建控制图的样品，如标准溶液、待测样品、空白样品。

控制值**control value**：
控制样品的分析结果，可以是单值、均值或极差。控制值应比常规样品分析结果多保留一位有效数字，并且可以报告负值，低于定量限（**LOQ**）时也应报告数值。

二、控制图的原理

控制图是实验室进行内部质量控制最重要的工具之一，其基础是将控制样品与待测样品放在一个分析批(图1)中一起进行分析，然后将控制样品的结果(即控制值)绘制在控制图上(图2)，实验室可以从控制图中控制值的分布及变化趋势评估分析过程是否受控、分析结果是否可以接受。



S0 空白；S1-S5 系列标准溶液；BL 空白样品；QC 控制样品；T1、T1、T3… 待测样品

图 1. 一个分析批(含两个控制样品)

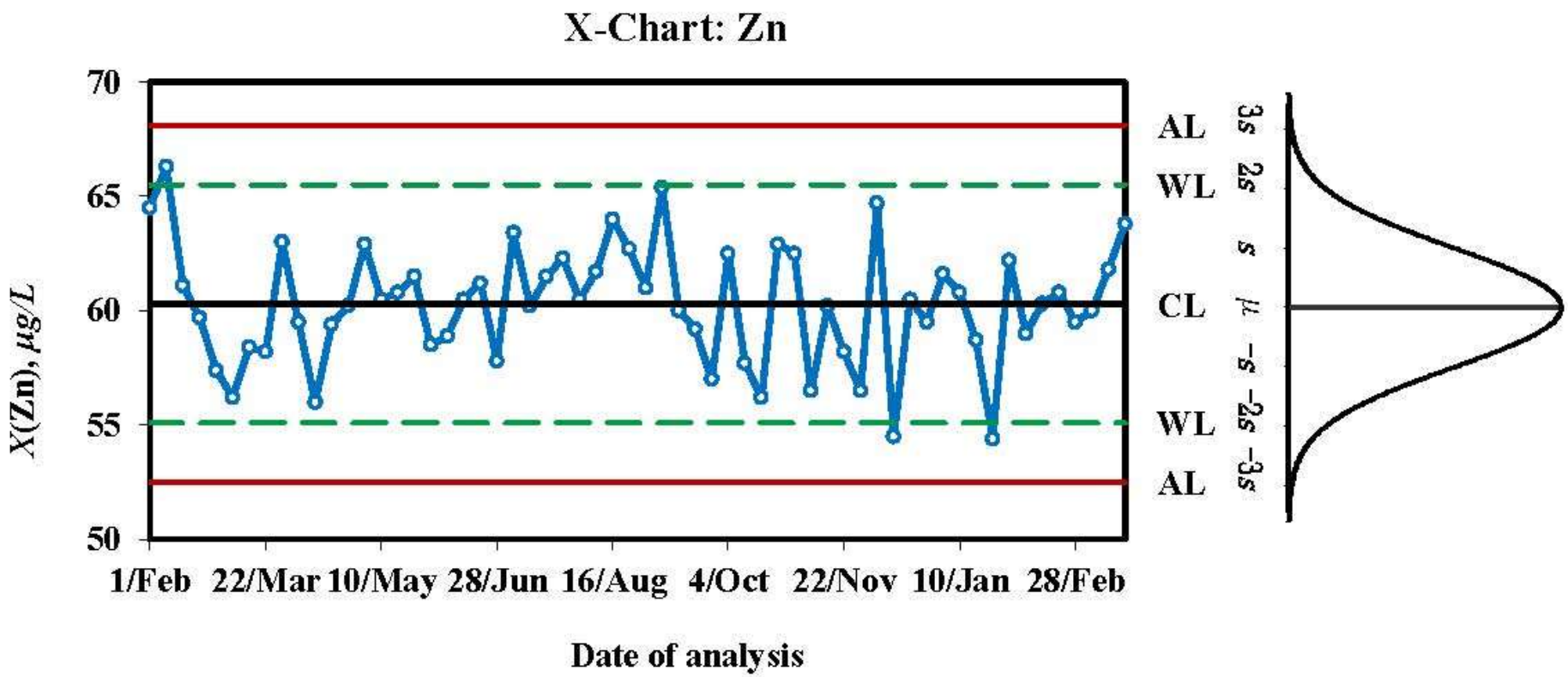


图 2. 控制图与正态分布曲线之间的关系

控制图的中位线**(central line, CL)**代表控制值的平均值或参考值。

警告限**(warning limit，WL)**：警告限位于中位线两侧的两倍标准偏差**(2*s*)**距离处。在服从正态分布的情况下，约**95%**的数据将落在警告限之内。

行动限**(action limit，AL)**：另外两条线位于中位线两侧的三倍标准偏差**(3*s*)**距离处。 在服从正态分布的情况下，约有**99.7%**的数据落在行动限之内。从统计学上来讲，在**1000**次测量中只有**3**次测量的结果会落在行动限之外。因此，在通常情况下，如果控制值落在行动限之外，分析程序中存在差错的概率是非常高的。

三、控制图的类型

- **X-图**

  以单个分析结果或多个分析结果的均值绘制的**X-**图可用于监控控制值的系统效应和随机效应。如果使用与待测样品类似的标准物质作为控制样品，则可以监控偏倚**(bias)**。与单值图相比较，均值图难于区别批内和批间精密度。

- R-图（*r%-图*）

  极差（**R**）是指两个或两个以上独立样品的单个测量结果中最大值和最小值之差。**X-**图表明控制值落在控制限内的情况，而**R-**图的首要目的是监控重复性。在一个分析批中对待测样品进行双样重复分析，计算两个平行结果之间的差值，然后将差值绘制在控制图上，则可得到最简单的**R-**图。

四、控制样品的类型

- 第一类：有证标准物质/标准样品(CRM)
- 第二类：标准溶液、室内样品或室内标准物质/标准样品（RM）
- 第三类：空白样品
- 第四类：待测(常规)样品

五、控制限

- **X-图的控制限和中位线**
- **(1)** 控制限

统计控制限：计算一个长时间段(如一年)内控制值的标准偏差(s)。警告限为+2s和-2s，行动限为+3s和-3s。

目标控制限：根据对分析质量的要求即对s_{Rw}的要求估计控制图的标准偏差s。警告限为+2s和-2s，行动限设为+3s和-3s。

(2) 中位线

通常情况下采用一个长时间段(如一年)内控制值的平均值作为控制图的中位线。当控制样品为标准物质时中位线也可以是控制样品的参考值。

- **R-图或r%-图的控制限和中位线**

极差图只有上控制限，因为极差总是正值。

(1) 统计控制限：计算一个长时间段内（如一年）极差的平均值。对双样平行分析(n=2)，s=极差的均值/1.128。中位线为极差的平均值。上警告限为+2.833s。上行动限为+3.682s。

- (2) 目标控制限：根据对重复性的要求估计控制图中的标准偏差s。当n=2时，中位线为1.128s。上警告限为+2.833s。上行动限为+3.686s。

- 计算R(r%)控制图中控制限的因子(2.833和3.686)可以从附录B表B3中查得，对这些因子的解释见表B3的说明。

六、控制分析的频度

- (1) 试样数量较少(n<20)、分析频率较高、样品基质类似：每个分析批中至少插入一个控制样品，绘制单值图或均值图。随机选择至少一个待测样品进行重复分析。至少插入一个空白样品。
- (2)试样数量较多(n>20)、分析频率较高、样品基质类似：每20个试样插入一个控制样品。如果每个分析批的试样数量不同，可在每个分析批中插入固定数量的控制样品并绘制均值图，从而予以标准化。否则，应绘制单值图。至少随机选择5%的待测样品做重复分析。每20个试样插入一个空白样品。

- (3)分析频率较高、样品基质类似、但分析物浓度范围宽：按(2)的建议插入控制样品，但至少应有两个浓度水平，一个接近典型试样的中位浓度水平，另一个以大约在上十分位或下十分位浓度水平为宜。两个控制值应绘制在独立的控制图上。至少随机选择5%的待测样品做重复分析，每20个试样插入一个空白样品。
- (4)非常规分析：统计控制不适用这种情况。建议每个试样均进行重复分析。如果合适，插入足够数量且分析物浓度不同的加标样品或合成控制样品。插入空白试验。由于没有控制限，可将偏倚和精密度与来自目的适宜性的限值或其他既定的判定标准进行比较。

七、控制数据的解释及失控的处置

- 控制数据的解释

(1) 方法受控；

(2)方法受控但统计失控；

(3)方法失控。

- 失控的处置

(1)识别粗大误差；

(2) 消除系统误差；

(3) 改善精密度。逐个步骤进行检查。

例： 直读光谱法测定低合金钢中的Ni

控制样品	控制图	控制限	中位线
钢样-常规样品	X-图	目标控制限	平均值

以高Ni浓度的钢为控制样品。X-图中镍的浓度单位为质量%，质控要求以相对于镍含量的百分比表示。一年期间控制值的平均值为4.58，标准偏差为0.026%。控制样品按完整的测量程序(磨光和测量)分析。扩展测量不确定度(U)的要求为4%(rel)。则合成标准不确定度(uc)为2%(rel)。要求的sRw通常设定为合成标准不确定度的50%，因而可以获得要求s_{Rw}的的估计值为：

s_{Rw}=uc/2=U/4=4%(rel)/4=1%(rel)或0.0458%(abs)

从要求的s_{Rw}可以计算得到目标控制限：

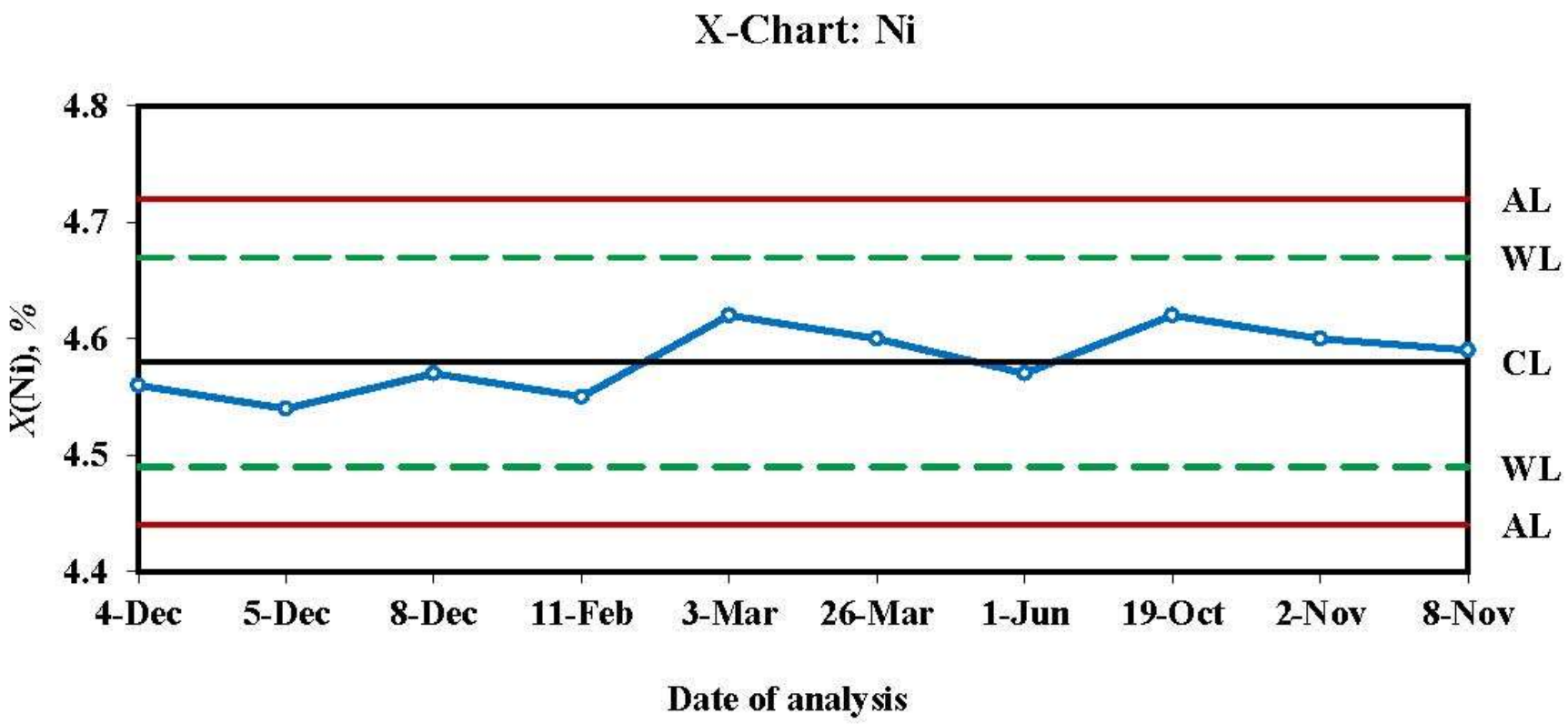
$\bar{x}$x=4.58%

s_{target}=0.0458

CL: 4.58%

WL: (4.58±2×0.0458)%=(4.58±0.09)%(4.67%, 4.49%)

AL: (4.58±3×0.0458)%=(4.58±0.24)%(4.72%, 4.44%)


X-Chart: Ni
4.8
4.7
4.6
4.5
4.4
X(Ni), %
AL
WL
CL
WL
AL
4-Dec
5-Dec
8-Dec
11-Feb
3-Mar
26-Mar
1-Jun
19-Oct
2-Nov
8-Nov
Date of analysis

附1：上材检测联系方式

检测业务：**021-65556775-505，021-65531122**

标样销售：**021-65556775-292，021-55540083**

培训业务：**021-65556775-251，021-55541230**

能力验证：**021-65556775-296，021-34080517**

检测中心网址：**www.sct.org.cn**

理化检验分会网址：**www.ptcai.org**

附2：上材检测公众号

谢谢！

Tel: 021-51370560;18117303859

E-mail: gqyan@vip.sina.com

Http://www.gqyan.com