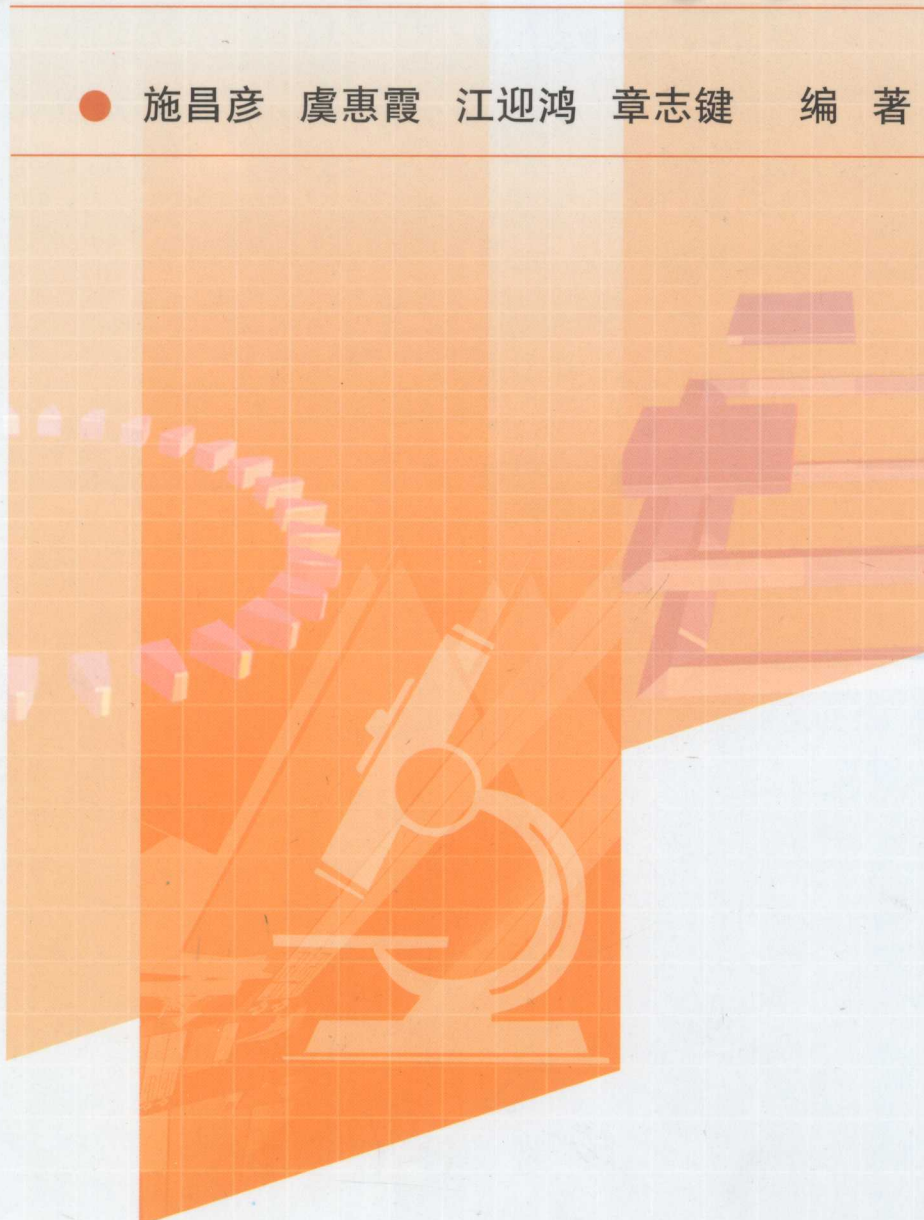




SHIYANSHI GUANLI YU RENKE

实验室管理与认可

● 施昌彦 虞惠霞 江迎鸿 章志键 编 著



中国计量出版社
CHINA METROLOGY PUBLISHING HOUSE

实验室管理与认可

施昌彦 虞惠霞 江迎鸿 章志键 编著

中国计量出版社

图书在版编目(CIP)数据

实验室管理与认可 / 施昌彦等编著. —北京:中国计量出版社,2009.1
ISBN 978-7-5026-2929-8

I. 实… II. 施… III. ①实验室-管理②实验室-认证 IV. N33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 179143 号

内 容 提 要

本书针对实验室管理与认可,根据作者多年工作的实践和经验,介绍了实验室质量管理的原则、工具、技术要求、管理要求以及认可要求,并提供了案例分析。

本书可供实验室管理人员、申请或已获实验室认可的实验室工作人员以及实验室认可考评员参考学习。

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲 2 号
邮政编码 100013
电话 (010)64275360
<http://www.zgjl.com.cn>
北京市媛明印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

787mm×1092mm 16 开本 印张 16.5 字数 330 千字
2009 年 1 月第 1 版 2009 年 1 月第 1 次印刷

*

印数 1—3 000 定价: 48.00 元

前 言

2005年ISO/IEC 17025:2005《检测和校准实验室能力的通用要求》发布。2006年我国认可组织进行了较大的调整,认可文件也随之更新,中国合格评定国家认可委员会发布了等同采用ISO/IEC 17025:2005的CNAS—CL01:2006《检测和校准实验室能力认可准则》。2008年,等同采用ISO/IEC 17025:2005的GB/T 27025—2008《检测和校准实验室能力的通用要求》发布实施。另外,针对向社会出具具有证明作用的数据的实验室以及授权进行量值传递、商品量检测、计量器具型式批准的法定计量检定机构,我国还分别制定了《实验室资质认定评审准则》和JJF 1069—2007《法定计量检定机构考核规范》。

实验室通过了认可、资质认定和授权考核,就标志着其已经依据相关标准、准则和规范建立了一套管理体系。只要严格依据该体系运作,实验室的工作质量就有保障。但实验室工作质量水平的提高,不仅依赖于管理的程序化、规范化,也依赖于管理思想与理念。ISO 9000:2000突破了标准中不列原则的限制,对质量管理八项原则进行了描述。就实验室而言,检测/校准服务过程管理、资源(人力、设备、设施、信息、财务等)管理、质量管理、技术管理、安全管理以及战略管理等均属于管理范畴;但质量管理始终是其基础与核心,一个不遵循管理规律的实验室很难有显著的发展。为此,本书根据实验室能力认可的要求,对检测/校准实验室的质量管理重点进行解读。

书中首先介绍计量、合格评定、检测/校准实验室认可三者之间的关系,对质量和质量管理及其体系的构建做了阐释。实验室管理活动大体上分为质量和技术两大部分,质量要求的内容广泛,本书仅介绍涉及全局的管理评审和内部审核;而技术活动,包括量值溯源、能力验证、误差与不确定度评定、数据控制在测量结果质量保证中的应用等,更是人们倍加关注的,也是本书的重要组成部分。另外,七项质量控制工具在企业质量管理活动中已有数十年的应用和发展,若能在实验室推广使用,对开拓思路和提高水平无疑会有积极意义。有鉴于此,编者也将其纳入本书的总体

框架。

管理评审、能力验证与内部审核是推动检测/校准实验室前进的“三驾马车”，分别由最高管理者、技术管理者和质量主管负责，这三项活动实际上反映了实验室的管理水平及技术能力。这部分内容尽可能采用案例方式叙述，以便于读者借鉴。

本书在编写过程中得到了华南国家计量测试中心、河南省计量科学研究院、苏州市计量测试研究所等诸多实验室的帮助，国家认监委刘安平先生、台湾工业技术研究院量测中心顾问陈岳舟先生、中国计量出版社李素琴女士等也提出了许多宝贵的意见，在此深表谢意。书中不妥之处，欢迎读者批评指正。

编者

2008年11月

目 录

第一章 计量、合格评定与检测/校准实验室认可	1
第一节 计量为合格评定奠定基础	1
第二节 合格评定及相关标准	10
第三节 实验室认可与检测、校准	13
第二章 质量、质量管理和管理体系	20
第一节 质量	20
第二节 质量管理	21
第三节 管理体系的构建与文件化	24
第三章 质量管理八项原则	29
第一节 以顾客为关注焦点	29
第二节 领导作用	31
第三节 全员参与	33
第四节 过程方法	34
第五节 管理的系统方法	35
第六节 持续改进	37
第七节 基于事实的决策方法	39
第八节 与供方互利	40
第四章 质量控制工具	42
第一节 因果图	42
第二节 检查表	43
第三节 排列图	45
第四节 分层图	48
第五节 散布图	49
第六节 直方图	52
第七节 休哈特控制图	56

第五章 内部审核	67
第一节 什么是内部审核	67
第二节 内部审核的组织	68
第三节 内部审核的关键步骤	70
第六章 管理评审	78
第一节 管理评审的目的	78
第二节 管理评审的组织与策划	79
第三节 管理评审的实施	82
第七章 法定计量单位	88
第一节 国际单位制	88
第二节 我国法定计量单位	93
第八章 误差和测量不确定度	99
第一节 测量、测量结果与误差	99
第二节 测量不确定度	103
第三节 数值修约	125
第四节 实验室认可对不确定度的要求	127
第九章 量值溯源/传递	132
第一节 量值溯源/传递与检定和校准	132
第二节 量值溯源/传递的实施	134
第三节 测量仪器和计量标准的期间核查	140
第四节 实验室认可对量值溯源的要求	146
第十章 能力验证	148
第一节 什么是能力验证	148
第二节 能力验证计划的基本类型	149
第三节 校准实验室间量值比对	150
第四节 检测实验室间能力验证	153
第五节 实验室认可对能力验证的要求	157
第十一章 数据控制在测量结果质量保证中的应用	160
第一节 定期使用有证标准物质开展内部质量控制	160
第二节 使用相同或不同方法进行重复检测或校准	161

第三节	对存留物品进行再检测或再校准	162
第四节	分析一个物品不同特性量的结果的相关性	163
第十二章	实验室认可评审	166
第一节	实验室管理标准的变化	166
第二节	实验室认可流程	177
第三节	实验室认可评审	179
第十三章	检测/校准实验室的其他评审活动	183
第一节	实验室资质认定评审	183
第二节	法定计量检定机构计量授权考核	187
附录一	ISO/IEC 17025: 2005 检测和校准实验室能力的通用要求	189
附录二	JJF 1069—2007 法定计量检定机构考核规范	215
附录三	实验室资质认定评审准则	244
参考文献		252

第一章 计量、合格评定与检测/校准实验室认可

第一节 计量为合格评定奠定基础

一、什么是计量

计量是实现单位统一、保障量值准确可靠的活动。现代计量学是关于测量的科学，它涵盖有关测量的理论与实践的各个方面，而不论测量的不确定度如何，也不论测量是在科学技术的哪个领域中进行的。计量工作是为经济、有效地满足社会对测量的需要而进行的一项法制、技术和管理方面的有组织的活动。

现代计量的内容通常概括为 6 个方面：

- (1) 计量单位与单位制；
- (2) 计量器具(或测量仪器)，包括实现或复现计量单位的计量基准、标准与工作计量器具；
- (3) 量值传递与溯源，包括检定、校准、测试、检验与检测；
- (4) 物理常量、材料与物质特性的测定；
- (5) 测量不确定度、数据处理与测量理论及其方法；
- (6) 计量管理，包括计量保证与计量监督等。

计量器具起着扩展和延伸人类感官和神经系统的作用，成为认识自然的有力工具；机器则替代和延伸了人类的体力劳动，成为改造自然的有力工具。而改造自然是以认识自然为前提的，只有通过获取准确信息的计量器具，机器才能发挥更大的作用。

二、计量的特点

计量的特点可以概括地归纳为准确性、一致性、溯源性和法制性四个方面。

1. 准确性

准确性是指测量结果与被测量真值的一致程度。由于实际上不存在完全准确无误的测量，与测量结果相联系的必然是反映测量质量的、适用于应用目的或实际需要的不确定度。从这个意义上说，计量是与测量结果置信度有关的、与不确定度评定联系在一起的规范化的测量。因此在给出量值的同时，必须给出适应于应用目的或实际需要的不确定度或误差范围，否则，所进行的测量的质量就无从判断，量值也就不具备充分的社会实用价值。所谓量值的准确，即是在一定的不确定度、误差极限或允许误差范围内的准确。

2. 一致性

一致性是指在计量单位统一的基础上，无论何时、何地，采用何种方法，使用何种计

量器具,以及由何人测量,只要符合有关的要求,其测量结果应在给定的区间内一致。也就是说,测量结果应该是可重复、可再现(复现)、可比较的。计量的一致性不仅适于国内,也适于国际,如,国际关键比对和辅助比对的结果,应在等效区间或协议区间内一致。

3. 溯源性

溯源性是指任何一个测量结果或计量标准的量值,都能通过一条具有规定不确定度的连续比较链与计量基准联系起来,使所有的同种量值都可以按照这条比较链通过校准向测量的源头追溯,也就是溯源到同一计量基准(国家基准或国际基准),使准确性和一致性得到技术保证。如果量值出于多源或多头,必然会在技术上和管理上造成混乱。假设我国和美国的测量标准没有溯源到同一国际标准,势必造成两国测量结果没有可比性,致使不能实现互认,从而给经济贸易和技术交流等带来障碍。可见量值溯源是测量数据可信性的基础。

4. 法制性

法制性源于计量的社会性。量值的准确可靠不仅依赖于科学技术手段,还要有相应的法律、法规、规范和行政监督管理。特别是对国计民生有明显影响、涉及公众利益和可持续发展,或者需要特殊信任的领域,必须由政府部门主导建立起法制保障,否则,量值的准确性、一致性和溯源性就不可能实现,计量的作用也难以发挥。

通过计量特性的分析,可见计量不同于一般的测量。测量是以确定量值为目的的操作,一般不具备、也不必具备计量的四个特性。所以,计量严于一般的测量。

三、测量结果的评定与表示

近年来国际上普遍引入测量不确定度的概念,对测量结果的水平或质量进行评定。ISO/IEC 17025:2005《检测和校准实验室能力的通用要求》中指明,校准实验室出具的每份证书或报告,都应包括有关测量结果不确定度评定的说明;在检测实验室出具的检测报告,必要时也应予以说明。

如何正确、统一地表达校准结果的可靠程度,是计量学中一个十分重要的问题。早在1980年,国际计量局就召集成立了不确定度表示工作组,有11个国家计量院的专家参加起草了《不确定度表述》建议书《INC-1(1980)》,提出了对不确定度评定与表示规定一个统一的可以接受的一般原则。1981年,第70届国际计量委员会批准了上述建议书,并发布了一份国际计量委员会建议书《C1-1981》。1986年,国际计量委员会重申采用测量不确定度表示的统一方法,又发布了《C1-1986》建议书,并要求国际计量委员会及其咨询委员会组织的所有国际比对及其他工作的参加者,在给出测量结果时,必须使用合成不确定度。

由于《INC-1(1980)》只是一份十分简单的纲要性文件,对于如何在具体工作中实施这些要点,缺乏一个实用的、较详细的指导性文件。考虑到国际标准化组织(ISO)能更好地反映工商界以及各不同学科广泛的需求,1986年,国际计量委员会把这一任务

交给了 ISO,要求在《INC-1(1980)》的基础上,起草一份能广泛应用的导则,以进一步促使国际上在测量结果表述中采用相同方法。这项工作得到另外 6 个国际组织的支持,它们是:国际计量局(BIPM)、国际电工委员会(IEC)、国际临床化学联合会(IFCC)、国际理论化学与应用化学联合会(IUPAC)、国际理论物理与应用物理联合会(IUPAP)、国际法制计量组织(OIML)。

1993 年,ISO 以 7 个国际组织的名义出版了《测量不确定度表示指南》(Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement,简称 GUM)第 1 版,1995 年又作了少量文字修改,并重印发布。

GUM 是国际计量界总结大量测量实践和误差理论研究的重要成果,对测量不确定度的定义、概念、评定方法和报告的表达方式等都作了明确的统一规定。它代表了当时国际上表示测量结果及其不确定度的约定做法,从而使不同国家、不同地区、不同学科、不同领域,在表示测量结果及其不确定度时具有一致的含义,各有关方面都重视采用实施。我国原国家质量技术监督局组织计量专家对 GUM 深入研究和探讨,原则上等同采用 GUM 的基本内容,于 1999 年 1 月批准发布了适合中国国情的 JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》,并从 1999 年 5 月起施行。

四、计量学基本术语的统一

统一计量学基本术语,对于形成计量界的共同语言、开展学术交流和普及计量知识、正确评价测量结果、实现法制计量管理规范化,都是十分重要的。

为了使计量学通用的基本名词在国际范围内得到统一理解,国际计量局、国际电工委员会、国际标准化组织、国际法制计量组织于 1984 年出版了《国际通用计量学基本名词》(International vocabulary of basic and general terms in metrology,简称 VIM),包括量和单位、测量、测量结果、测量器具、测量器具的特性、测量基准标准 6 章共计 138 条词目,并以 ISO 导则的形式发表。文本出版以后,在国际上得到广泛采用,在统一计量术语和概念方面发挥了积极作用。

但是第一版中也发现了一些不完善之处,需要重新修订。为此,扩大了工作组,在原有四个国际组织的基础上又增加国际临床化学联合会、国际理论化学和应用化学联合会、国际理论物理和应用物理联合会共七个国际组织的专家共同修订。经过数年努力,征集到大量评议意见,开了七次讨论会,于 1993 年最后定稿。

第二版的重点仍然是与计量学有关的通用基本概念,撷取一致同意的术语并连同其所表示的概念的描述。1993 年,《国际通用计量学基本术语》(International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology)发布。与第一版相比,主要是删去了一些有关测量方法的术语。大部分术语的定义都做了修改或修饰,比第一版更为简练、确切,如:真值、量值、计量学、不确定度、随机误差、系统误差等,都与原来的定义不完全相同。

国家计量技术规范 JJF 1001—1998《通用计量术语及定义》,等同采用 VIM 六章的词条;又参考《法制计量学基本名词》(Vocabulary of Legal Metrology,简称 VIML)增

加了“法制计量与计量管理”一章;对于“计量”和“测量”这两个容易混淆的名词,科学地界定了不同的含义;考虑到实施现行计量法律、法规的实际需要,约定计量单位与测量单位,计量器具与测量仪器,计量基准、标准与测量标准分别为三组同义术语,标准物质与参考物质也是同义术语,使以往出现的种种矛盾迎刃而解。并增加了关于不确定度评定和表示的三条词目。

五、GUM 和 VIM 修订工作的进展

计量学指南联合委员会(Joint Committee for Guides in Metrology,简称 JCGM)成立于 1997 年,由 1993 年起草 GUM 和 VIM 的七个国际组织创立,由 BIPM 局长担任主席,国际实验室认可合作组织(ILAC)后来也加入了 JCGM。

JCGM 下设两个工作组。第 1 工作组是“测量不确定度的表示”工作组,即 GUM 工作组,其任务是促进 GUM 的使用并为 GUM 的广泛应用制定补充件及其他文件。第 2 工作组是“国际计量学基本词汇和通用术语”工作组,即 VIM 工作组,其任务是负责 VIM 的维护和修订,并促进 VIM 的使用。

1. GUM 工作组的活动情况

GUM 发布于 1993 年,它以概率为基础描述测量的质量(品质),并引出了“测量不确定度”的概念,它将系统影响和随机影响同等对待,为已认识到的被测量的量值提供恰当的表达方法。

GUM 工作组的活动包括两方面内容:一是针对目前 GUM 还没有覆盖所有测量的情况,且 GUM 的有些内容需进一步明确,制定 GUM 的补充件及有关的其他文件;二是开始讨论 GUM 的修订问题。

GUM 修订的指导思想主要包括:保持现有 GUM 处理方法的有效性,即总体框架不作大的改动;但应更便于理解和使用;去除 GUM 中有关术语的不一致;对“真值不唯一”的情况(如在化学、医学中)能够进行处理;去除有关概率的相矛盾的观点(频率原理和贝叶斯原理)带来的内部不一致。另外,估计在 GUM 中还有一些需要改进的地方,如统一 A 类、B 类不确定度、弱化有效自由度、包含区间的处理、使用测量模型的重要性、公式化地表述贝叶斯理论和增加应用实例等。

目前 GUM 工作组起草的准备性文件的总题目是“测量数据的评价”,包括以下文件:

- a) GUM 的补充件 1—采用蒙特卡洛法传播概率分布。
- b) GUM 的简介及相关的文件。
- c) GUM 的补充件 2—具有多个输出量时的模型。
- d) GUM 的补充件 3—模型化。
- e) 测量不确定度在判定对规定要求的符合性时的作用。
- f) 概念和基本原理。
- g) GUM 在最小二乘法中的应用。

2. VIM 工作组的活动情况

VIM 的修订工作始于 1997 年,初衷是融合 GUM 的一些名词与概念,引入化学、医学实验室的一些概念,删除一些过时的名词与概念。但是,在修订中遇到了很大困难,其核心问题是:关于“测量”、“值”与“真值”、“测得值”与“测量结果”、“误差”等术语的概念还有不同认识,且对测量的认识还存在分歧。目前对测量有三种描述方法并广泛应用于不同领域,因此修订后的 VIM 要把这三种方法融合在一起。第 3 版 VIM (《国际计量学词汇—通用和基本概念与相关术语》)的最终草案于 2007 年 2 月 6 日完成,并于 2007 年 12 月以 ISO/IEC 指南 99:2007 的名义发布。

这三种方法是:a)经典方法;b)GUM 关于不确定度的方法;c)IEC 关于不确定度的方法。他们主要的差别在于:测量的目的是什么,如何定义测量结果,如何描述测量的质量以及真值的概念和作用。

(1) 描述测量的经典方法

经典方法首先是假设存在唯一的真值,即与被测量的定义一致的值,通过测量所赋予被测量的值与真值有差别,测量的目的是如何获得与真值尽可能接近的值,例如采取修正或进行多次重复测量等措施。如图 1-1 所示。

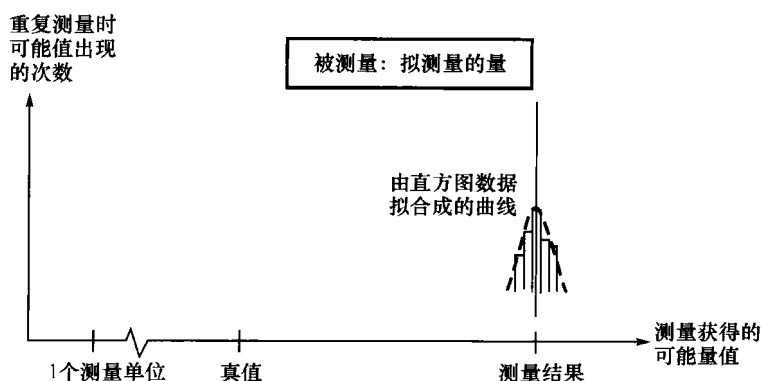


图 1-1

测量获得的值称为测量结果,测量不可能是完美的,测量结果偏离真值,就存在误差,包括系统误差和随机误差。如图 1-2 所示。

这种方法存在的问题在于:a)真值是不可知的;b)系统误差是以无限多次测量的平均值来定义的,但不可能进行无限多次测量;c)不可能知道所有系统误差的分量值;d)没有统一的方法进行误差合成,很难评定测量结果与真值的一致程度。因此,误差是不能准确知道的。如图 1-3 所示。

测量不确定度的问世就是解决经典方法中存在的问题:

- a) 是否可以知道真值和误差;
- b) 真值是否唯一,真值的概念有用吗;
- c) 如何利用大家公认的方法将“系统误差”和“随机误差”合成,并在测量结果的信

息中给出。

测量的经典方法

目的：尽可能确定测量真值

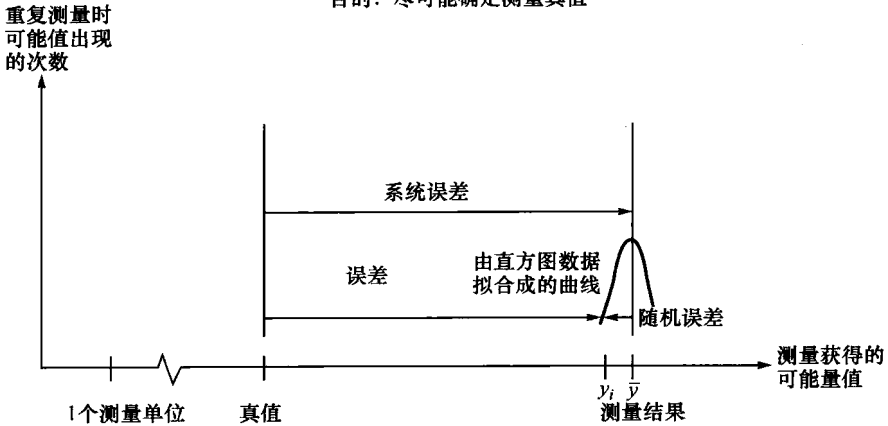


图 1-2

测量的经典方法

目的：尽可能确定测量真值

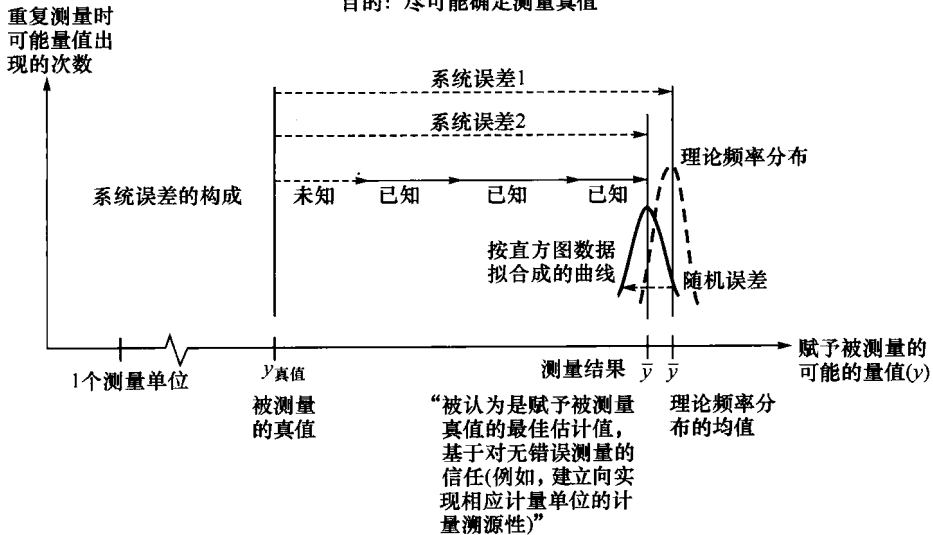


图 1-3

(2) GUM 方法

GUM 中利用不确定度的方法来表征测量比经典的方法更精炼，如图 1-4 所示。

GUM 的成功之处在于：可以用同等的方法来对待系统影响和随机影响，并提供了评定方法。该方法假定真值是不可知的，因此不可能知道测量误差。采用概率方法，将

各不确定度分量合成,通过在测量中获得的信息来描述测量结果。

测量的不确定度方法

基于由测量所得的信息,建立单个估计值实际上是被测量的值(被测量真值实质上是唯一的)的概率(用概率密度函数PDF表达)。或者,基于由测量所得的信息,建立可能值的区间(包含区间),认为被测量的值(被测量真值实质上是唯一的)以给定的置信水平存在于这一区间内,而可能值本来是唯一的真值。

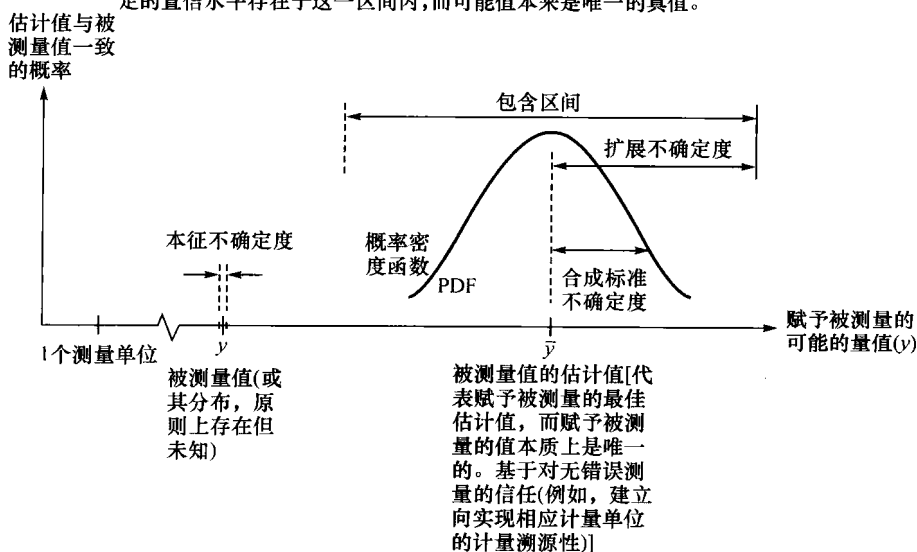


图 1-4 GUM 方法

GUM 不鼓励使用真值这个词,但不是舍弃真值这个概念,把值“value”认为就是真值“true value”;这样造成了一些麻烦。在 VIM 第三版中强调:在表达真值这个概念时应使用术语“true value(真值)”这个术语,而不要用“value(值)”。见图 1-5。GUM 认为测量结果是被测量的估计值。用“本征不确定度”来描述被测量定义的不确定度,定义的不确定度表明了被测量的定义值不是唯一的。当其他影响因素可忽略时,定义的不确定度是测量结果的最小不确定度。定义的不确定度不是测量过程得到的,是作为被测量的一部分考虑的。

注意:在 VIM 第三版中有测得值和测量结果两个术语,“measured value”(测量得到的值)定义为“代表测量结果的量值”。“measurement result”(测量结果)定义为:“由测量所得到的赋予被测量的量值及其有关的信息”。测得值是原来(VIM 第 2 版和 GUM 中)所定义的测量结果;而按现在定义的测量结果是用测得值及其不确定度或其他有关信息表示。在 VIM 第 3 版中尽可能地避免使用真值。

(3) IEC 方法

IEC 从原理上就怀疑量的真值是否存在,认为既然真值不可知,又何必提真值;并且 IEC 不采用概率的概念。IEC 关注测量结果的兼容性与测量仪器的校准图。

a) 测量结果的兼容性

VIM第3版关于测量的不确定度方法的术语

基于测量所得信息，建立单个估计值实际上是被测量的唯一的真值的概率(用概率密度函数PDF表达)。或者，基于测量所得信息，建立可能值的区间(包含区间)，认为被测量的真值以给定的置信水平存在于这一区间内

对应于被测量值的真值(真值本质上是唯一的)的单个估计值的概率

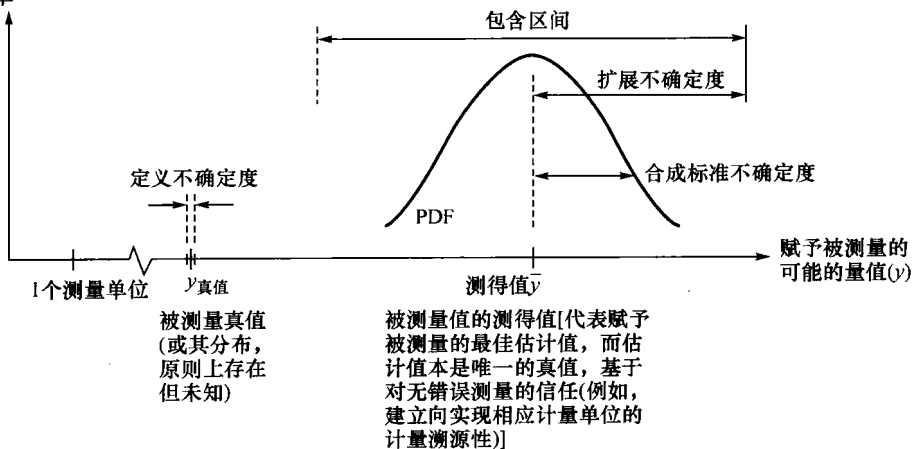


图 1-5 VIM 第 3 版关于测量的不确定度方法的术语

图 1-6 表示了对同一量的测量结果的四种情况,横条是测得值的不确定度,这些

测量的IEC方法

目的: 保证测量结果的兼容性

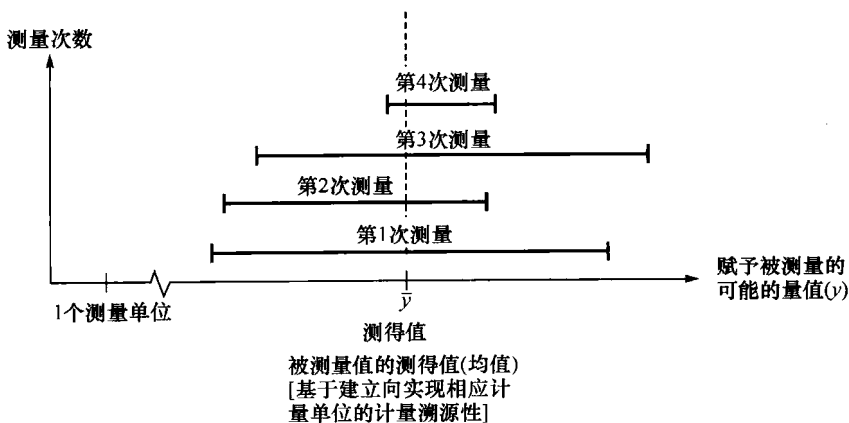


图 1-6 测量的 IEC 方法

横条在很大程度上是重合的,所以是兼容的。这种情况实际上是可以做到的,因为我们实际上并不知道测量值是否包含真值。但这种方法的缺点是在原理上未从概率论角度思考测量结果;在测量方程式中符号的含义不清,不知道其是否代表真值。

b) 测量仪器的校准图(图 1-7)

纵坐标上的标准值是仪器校准时由测量标准得到的值,对同一个标准值,仪器可能有一个示值范围(图 1-7 中为横线),它包括测量重复性或仪器漂移等引起的;对仪器的某个示值可以从校准曲线上得到其校准值,对于每个校准值有测量不确定度(图 1-7 中为竖线)。这个校准图非常有用,但在给出的范围内没有概率分布,因为不是用概率统计的方法得到的。这是与 GUM 方法的主要区别。

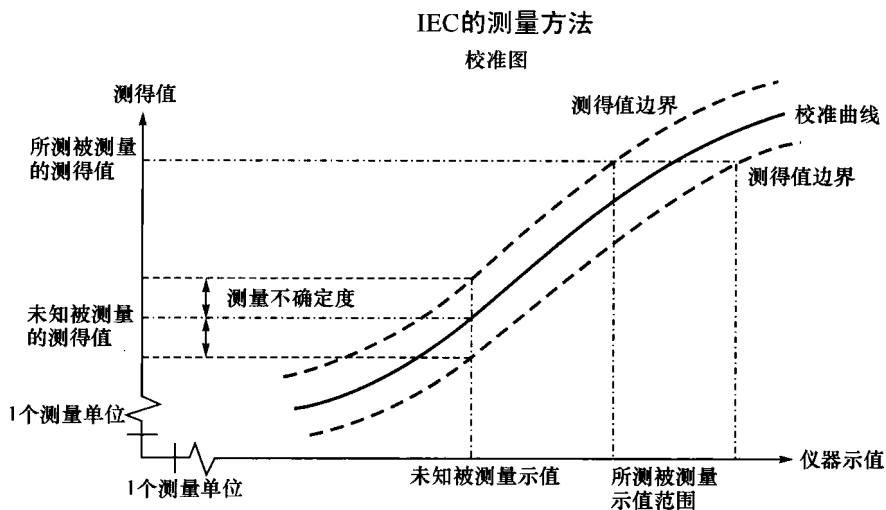


图 1-7

c) 测量的约定值混合法(Conventional Value Hybrid Approach to measurement, CVHA)

鉴于“误差”的使用仍然是如此广泛,仍然保留了该术语,将“误差”与“不确定度”同时使用,称为测量的约定值混合法。该方法分为二步:

第一步:用更高等级的标准对测量标准进行校准,得到的测得值 \bar{y} 与真值之差为系统误差,但因真值未知,因此系统误差为未知,如图 1-8 所示。

第二步:高一等级的标准给出的值作为约定真值,它是具有不确定度的。被校测量标准的示值的测得值与约定真值之差是可以知道的,它是被校测量标准的系统误差中的已知部分。测得值的误差由系统误差的未知部分、系统误差的已知部分及随机误差三部分组成,如图 1-9 所示。当约定真值的不确定度相对于被测标准的不确定度小得多时,问题可简化。