

实用统计技术系列图书

ISO/IEC 17025参考读物

实验室质量管理 统计技术

周尊英 刘心同 主编



中国质检出版社
中国标准出版社

014034563

N33
39

实/用/统/计/技/术/系/列/图

ISO/IEC17025 参考读物

实验室质量管理 统计技术

周尊英 刘心同 主 编



中国质检出版社

中国标准出版社

北 京



北航

C1714989

N33
39

图书在版编目(CIP)数据

实验室质量管理统计技术/周尊英等主编. —北京:中国标准出版社,2014. 3
ISBN 978-7-5066-7477-5

I. ①实… II. ①周… III. ①实验室—质量管理—统计方法 IV. ①N33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 319580 号

内 容 提 要

本书共 15 章,主要阐述了实验室质量管理与统计技术之间的关系、统计技术必要的基础知识和理论、实验室误差理论、实验室常用的数据处理方法等内容,最后还介绍了常用统计软件及其应用。附录是统计技术分析中常用的 t 分布表、 F 分布表等,方便读者查阅。

本书主要读者对象为实验室检验人员,以及从事产品质量检验、管理、监督及管理体系认证、科学研究的人员及大专院校统计技术相关专业师生等。

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 23.25 字数 576 千字

2014 年 3 月第一版 2014 年 3 月第一次印刷

*

定价:66.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

编写人员名单

顾 问 葛志荣

主 编 周尊英 刘心同

副主编 丁海龙 王 岩 王 骏

刘海峰 金 伟 赵发宝

编写成员(以姓氏笔画为序)

王 斐 王 霞 王洛高

左兆迎 卢志晓 田发亮

叶佳宇 刘文萍 刘培海

苏 征 林令海 胡明杰

姜 涛 张 超 郭合颜

柳庆芳 龚求娣 薛秋红

审 核 赖 凡 王文增

前 言

随着我国国民经济的迅猛发展,国际国内贸易快速增长,全民生活水平的不断提升,公众对商品、健康、安全、卫生、环保等质量的需求越来越高。而成千上万个形形色色、门类众多的实验室则担负着质量把关的重要职责。实验室的主要产品是质量指标的检验数据(包括数字数据和非数字数据),检验数据的正确与否涉及方方面面的切身利益和组织的声誉,因而,检验结果的准确可靠始终是实验室质量管理的第一要务。从实验室具体工作程序,如检验方法的选择和制定、方法确认、仪器设备的检定及校准、量值溯源、期间核查、实验室间比对、能力验证、样品抽取、检验过程质量控制、数据处理、统计分析、不确定度评估、结果的校正与评判等都离不开统计技术的支持。因此,在国际质量管理体系标准中,都明确规定了统计技术是质量管理体系的基础。只有以统计技术为基础,才能使实验室出具的试验数据和报告准确可靠。

本书编写的主要目的是介绍在实验室的实际工作中如何运用统计技术,提高检验结果的准确度,进一步提升实验室的质量管理水准,使实验室的检测能力达到国际先进水平。

为促进统计技术的普及,提高实验室统计技术应用的整体水平,编写人员查阅了大量国际、国内的有关实验室质量管理的现行有效的标准以及国家有关机构颁发的文件精神,并参阅研究了国内外有关专家、权威编著的名著和文献,紧密地与实验室质量管理实践及科学研究成果相结合,编写了本书。因此,本书的概念规范严谨,内容新颖,理念先进并突出了创新。本书以尽量多的实例和示例对深奥的统计技术理论加以说明,做到深入浅出、通俗易懂。

本书共分15章,第1章阐述了实验室质量管理与统计技术之间的关系,并简略地阐述了在实验室质量管理体系中常用的一些统计技术;第2章简要介绍了统计技术一些必要的基础知识和理论;第3章介绍了实验误差理论;第4章介绍了实验室常用的一些数据处理方法;从第5章至第15章分别阐述了在实验室质量管理体系中常用的一些统计方法,它们分别为第5章的试验数据统计推断、



第6章的试验过程统计控制、第7章的过程能力分析、第8章的实验室方法的制定、第9章的方法确认、第10章的量值溯源与期间核查、第11章的实验室间比对与能力验证、第12章的不确定度的评估、第13章的相关分析与方差分析、第14章的抽样、第15章的统计软件及其应用。

本书可供不同行业 and 不同领域的企业、事业、质量管理、质量检验等部门的实验室检验人员和从事产品质量检验、质量管理、质量监督、管理体系认证、科学研究等人员以及大专院校统计技术课程的参考读物。对于提高实验室质量管理水平、普及统计技术的应用、完善和健全实验室质量管理体系、保证检验结果准确度、加强实验室与国际接轨等方面将有很大的帮助、促进和推动作用。

本书编写过程中,得到了国家质检总局、山东出入境检验检疫局、日照出入境检验检疫局、中国医科大学有关领导和专家的大力帮助和支持,在此一并表示感谢!

本书由周尊英、刘心同担任主编,王岩、王骏、刘海峰、赵发宝、丁海龙、金伟参与策划与编写等工作。各章初稿的编写分工如下:第1章由王骏、薛秋红编写;第2章由左兆迎编写;第3章由王霞编写;第4章由郭合颜编写;第5章由卢志晓编写;第6章由姜涛、刘文萍共同编写;第7章由金伟编写;第8章由田发亮编写;第9章由苏征编写;第10章由刘培海编写;第11章由龚求娣、王斐共同编写;第12章由叶佳宇、胡明杰共同编写;第13章由张超、柳庆芳共同编写;第14章由林令海、王洛高共同编写;第15章由丁海龙编写。全书由赖凡、王文增审核。

由于编者水平所限,书中难免有不当之处,敬请读者批评指正。

编者

2014年1月28日

目 录

第 1 章 实验室质量管理与统计技术	1	2.2.1 随机变量	20
1.1 质量管理的发展	1	2.2.2 离散型随机变量的概率分布	21
1.1.1 产品质量检验阶段	1	2.2.3 连续型随机变量的概率分布	23
1.1.2 统计质量管理阶段	1	2.3 正态分布的特性值	27
1.1.3 全面质量管理阶段	2	2.3.1 总体分布的特性值	27
1.2 实验室质量管理的发展	2	2.3.2 样本分布的特性值	27
1.2.1 国际实验室认可机构与标准的发展	2	2.3.3 次序统计量的特性值	28
1.2.2 我国实验室认可机构与标准的发展	3	2.3.4 产品质量特性(检验指标)的类别	28
1.3 实验室质量管理体系对统计技术的需求	4	2.3.5 对分布特性值的要求	29
1.3.1 统计技术在质量管理体系中的作用	4	2.3.6 样本分布特性值的分布	29
1.3.2 实验室质量管理体系对统计技术的需求	5	2.4 抽样分布	30
1.3.3 统计技术在实验室质量管理体系中潜在需求的识别	5	2.4.1 χ^2 分布	30
1.4 实验室质量管理体系常用统计技术	9	2.4.2 t 分布	30
1.4.1 描述性统计	9	2.4.3 F 分布	32
1.4.2 试验设计	11	2.5 大数定律和中心极限定理	32
1.4.3 假设检验	12	2.5.1 大数定律	32
1.4.4 测试分析	13	2.5.2 中心极限定理	33
1.4.5 过程能力分析	14	第 3 章 试验误差理论	35
1.4.6 回归分析	15	3.1 概述	35
1.4.7 抽样	16	3.2 测试误差的表示与分类	36
1.4.8 SPC(统计过程控制)图	17	3.2.1 测试误差与误差的表示方法	36
第 2 章 试验数据的分类与概率分布	19	3.2.2 误差的分类	37
2.1 试验数据的分类	19	3.3 准确度(正确度、精密度)	40
2.2 试验数据的概率分布	20	3.3.1 准确度	40
		3.3.2 正确度	40
		3.3.3 精密度	41
		3.3.4 准确度与正确度和精密度的关系	42
		3.4 准确度的评价	43



3.4.1 用标准物质评价测试结果的 准确度	43	5.2 估计	80
3.4.2 测试精密度与正确度的 评价	44	5.2.1 估计的术语和定义	80
3.4.3 回收率试验	48	5.2.2 点估计 (point estimation)	81
3.5 如何提高测试结果的准确度	49	5.2.3 区间估计 (interval estimation)	82
第4章 试验数据处理	52	5.3 假设检验	84
4.1 数值修约	52	5.3.1 概述	84
4.1.1 有效数字	52	5.3.2 假设检验的有关术语和 定义	84
4.1.2 有效位数	53	5.3.3 假设检验中的两类错误	87
4.1.3 修约间隔	53	5.3.4 假设检验的步骤	88
4.1.4 数值的修约规则	53	5.3.5 假设检验的类别和方法	88
4.1.5 GB/T8170 的数值修约规则 的理论依据	55	5.3.6 总体均值的假设检验	89
4.2 运算法则、演算与记数规则	55	5.3.7 总体方差的假设检验	94
4.2.1 加法与减法的运算	56	5.3.8 总体比率的假设检验	96
4.2.2 乘法和除法的运算	56	5.3.9 P 值比较法	98
4.2.3 四则运算的演算	56	5.3.10 非参数假设检验	100
4.2.4 乘方、开方以及对数、 反对数的运算	57	第6章 试验过程统计控制	104
4.2.5 记数的一般规则	58	6.1 概述	104
4.3 离群值的判断与处理	59	6.2 利用标准样品进行质量监控	104
4.3.1 离群值的术语和定义	59	6.2.1 利用标准样品进行内部 质量控制	105
4.3.2 离群值的来源、判断与 处理	59	6.2.2 利用过程能力图进行 质量控制	106
4.3.3 离群值判断的简易方法	60	6.3 统计过程控制(SPC)图	109
4.3.4 GB/T4883 标准离群值的 判断和处理	62	6.3.1 概述	109
4.4 数据插补	67	6.3.2 常规控制图中符号的表示	110
4.4.1 数据插补的应用	67	6.3.3 常规控制图的性质	111
4.4.2 线性内插法	67	6.3.4 常规控制图的类型及其 选择	113
4.5 样本数字特征	69	6.3.5 计量控制图及其应用	113
4.5.1 样本数字特征概述	69	6.3.6 $\bar{X}$ 控制图与 R 图或 S 图及其 应用	114
4.5.2 样本数字特征的分类	69	6.3.7 $\bar{X}$ 控制图及其应用	115
4.5.3 位置数字特征及其计算	70	6.3.8 中位数(Me)控制图及其 应用	115
4.5.4 离散数字特征及其计算	74	6.3.9 常规控制图的控制程序与	
第5章 试验数据的统计推断	79		
5.1 概述	79		



解释	116	8.3.1 方法精密度试验	149
6.3.10 变异的可查明原因的模式 检验	117	8.3.2 方法正确度试验	149
6.3.11 常规控制图的过程控制与 过程能力	118	8.3.3 回收率试验	151
6.3.12 计数控制图及其类型与 应用	118	8.4 确定制定方法精密度(数据)的 基本方法	151
6.3.13 建立控制图之前的预备工作及 建立控制图的步骤	119	8.4.1 概述	151
6.3.14 计量控制图的示例	121	8.4.2 数据汇总与统计分析	152
第7章 过程能力分析	126	8.4.3 实验室制定方法精密度的 说明	154
7.1 过程能力与过程能力分析	126	第9章 方法确认	156
7.2 过程能力指数	127	9.1 概述	156
7.2.1 过程能力指数 C_p (PCI)	127	9.1.1 实验室质量管理标准的 要求	156
7.2.2 实际过程能力指数 C_{PK}	130	9.1.2 方法确认的应用范围与 技术	157
7.2.3 计量值单侧规格情况的 过程能力指数	134	9.2 方法确认评估的参数	157
7.2.4 计数值数据时过程能力 指数的计算	135	9.2.1 准确度 (正确度、精密度)	158
7.2.5 过程能力指数等级的评定	135	9.2.2 检出限	158
7.2.6 过程能力分析的应用	136	9.2.3 回收率	159
7.3 过程能力分析在实验室质量管理中 的应用	137	9.2.4 线性和范围(range)	160
7.3.1 分项管理概述	137	9.2.5 变异系数(精密度评估)	161
7.3.2 检测项目重要性的分类	137	9.2.6 偏倚(bias) (正确度评估)	162
7.3.3 检测项目过程能力指数 C_p 的 分类	138	9.2.7 稳健度和交互灵敏度	162
7.3.4 分项管理的检验分类	138	9.2.8 选择性和专一性	162
7.3.5 分项管理的实施	139	9.2.9 重复性	163
第8章 实验室方法的制定	141	9.2.10 再现性	163
8.1 概述	141	9.2.11 灵敏性	163
8.1.1 实验室测试方法的选择	141	9.2.12 耐变形	164
8.1.2 实验室测试方法的制定	141	9.2.13 不确定度(uncertainty)	164
8.2 试验条件的选择	143	9.3 准确度评估的常用方法	164
8.2.1 试验设计概述	143	9.3.1 精密度的评估方法	164
8.2.2 正交设计试验	144	9.3.2 正确度的评估方法	165
8.3 准确度的评价	149	9.3.3 准确度直接评估的方法	170
		9.4 测试方法的准确度试验	170
		9.4.1 概述	170
		9.4.2 正确度试验(正确度估计、 偏倚试验)	171



9.4.3 精密度试验	174	第 12 章 不确定度的评估	232
9.4.4 准确度试验综合示例	175	12.1 概述	232
第 10 章 量值溯源与期间核查	181	12.1.1 不确定度的发展史	232
10.1 量值溯源	181	12.1.2 质量管理标准和认可机构的要求	233
10.1.1 质量管理体系标准对量值溯源的要求	181	12.1.3 测量不确定度与测试不确定度	234
10.1.2 检定与校准	181	12.2 不确定度的术语及定义	235
10.1.3 量值溯源与传递	183	12.3 不确定度的评定方法	238
10.2 仪器设备的自校准	184	12.3.1 评估不确定度的步骤	238
10.2.1 实验室测试仪器的自校准	184	12.3.2 测量不确定度的来源分析	238
10.2.2 抽样设备的校准	193	12.3.3 测量模型的建立	240
10.3 期间核查	199	12.4 标准不确定度的评定	241
10.3.1 期间核查的定义与目的意义	199	12.4.1 标准不确定度的 A 类评定	241
10.3.2 期间核查的对象	200	12.4.2 标准不确定度的 B 类评定	242
10.3.3 测量仪器(计量标准)的期间核查	201	12.4.3 合成标准不确定度	245
10.3.4 检测仪器的期间核查	203	12.4.4 扩展不确定度的确定及结果表示	248
10.3.5 标准物质的期间核查	207	12.4.5 测量不确定度的简化	249
第 11 章 实验室间比对与能力验证 ..	213	12.5 测试不确定度评定示例	249
11.1 概述	213	第 13 章 相关分析与方差分析	266
11.1.1 实验室间比对	213	13.1 概述	266
11.1.2 能力验证	214	13.1.1 相关关系	266
11.1.3 实验室质量管理标准对实验室间比对和能力验证的要求	214	13.1.2 相关关系的分类	267
11.2 统计技术的应用	215	13.1.3 相关关系的判断	267
11.2.1 偏倚的估计	215	13.1.4 相关系数的计算	270
11.2.2 t 检验法	215	13.1.5 一元线性回归分析	271
11.2.3 h 值检验法	216	13.1.6 回归方程的显著性检验	275
11.2.4 E_n 值检验法	218	13.1.7 利用回归方程进行预测和监控	277
11.2.5 经典 Z 统计法	219	13.1.8 相关分析在测试质量保证中的应用	279
11.2.6 稳健统计方法	223	13.2 方差分析	281
11.3 能力验证样品的均匀性和稳定性检验	229	13.2.1 方差分析中的统计	88
11.3.1 样品的均匀性检验	229		
11.3.2 样品的稳定性检验	230		



术语	282	检验	317
13.2.2 方差分析的基本思想	283	15.3.5 两独立样本均数比较 t 检验	318
13.2.3 方差分析的方法步骤	283	15.3.6 单因素方差分析	320
13.2.4 应用方差分析的条件	283	15.4 定性资料统计分析	321
13.2.5 单因素方差分析	283	15.4.1 建立数据文件	321
第14章 抽样	287	15.4.2 观察例数加权	321
14.1 概述	287	15.4.3 计算率或构成比	321
14.1.1 抽样在实验室测试中的意义	287	15.4.4 完全随机设计两样本率比较的 χ^2 检验	322
14.1.2 100%检验与抽样检验	287	15.4.5 配对设计两样本率比较的 χ^2 检验	323
14.2 随机抽样常用的方法	288	15.5 基于秩次的非参数检验	323
14.2.1 简单随机抽样	288	15.5.1 Wilcoxon 符号秩检验与符号检验法	324
14.2.2 分层抽样	289	15.5.2 Wilcoxon 秩和检验	325
14.2.3 系统抽样	289	15.6 回归与相关	326
14.2.4 等距抽样	289	15.6.1 直线回归	326
14.2.5 整群抽样	290	15.6.2 线性相关分析	328
14.3 统计抽样方法	290	15.6.3 多元线性回归	329
14.3.1 统计抽样方法简介	290	15.7 统计图	332
14.3.2 统计抽样标准	291	15.7.1 单值移动极差 (个体移动全距)图	332
14.3.3 GB/T2828.1 标准使用简介	291	15.7.2 均值-极差控制图	334
14.4 散装物料的抽样	303	15.7.3 饼形图	335
14.4.1 概述	303	15.7.4 散点图	336
14.4.2 一般抽样理论	303	15.7.5 能力验证室间 Z 值棒图	338
14.4.3 煤炭抽样方案的设计	304	15.7.6 尧敦图	340
第15章 统计软件及其应用	309	附录1:正态分布函数表	346
15.1 SPSS 系统简介	309	附录2:计量值控制图系数表	348
15.1.1 SPSS 启动与退出	309	附录3: χ^2 分布的分位数表	349
15.1.2 数据编辑窗口	310	附录4: t 分布的分位数表	350
15.1.3 查看器窗口	311	附录5: F 分布的分位数表	351
15.2 数据录入	312	附录6:格拉布斯检验法的临界值表	352
15.2.1 定义变量	312	附录7(a):狄克逊检验法的临界值表	353
15.2.2 数据录入与保存	313	附录7(b):双侧狄克逊检验法的	
15.3 定量资料统计分析	314		
15.3.1 正态性检验	314		
15.3.2 描述性分析	315		
15.3.3 单样本 t 检验	317		
15.3.4 配对设计两样本均数比较 t 检验			



临界值表	354
附录 8: 偏度检验法的临界值表	355
附录 9: 峰度检验法的临界值表	355
附录 10: 符号检验表	356
附录 11: 秩和检验表	357

附录 12: 相关系数检验表	358
附录 13: t 界值表	359

参考文献	360
------------	-----

1.1 质量管理的发展

质量管理的历史可追溯到 20 世纪 20 年代或更早,随着西方国家工业化及大规模生产的发展,加之科学技术的进步,质量管理也在不断地发展。对于不同时期,质量管理的理论、技术和方法有不同的特点。质量管理的发展大致经历了三个阶段。

1.1.1 产品质量检验阶段

这一阶段大约是在 20 世纪 20 年代~40 年代。20 世纪初,美国工程师泰勒(Taylor)总结了工业革命以来的经验,根据大工业管理实践,提出了一套工业管理理论,其中有一条主张就是企业中要想提高效率,就必须把计划职能和执行职能分开。为检查计划执行情况,其间必须有一个检查环节,使产品的检验从制造过程中分离出来,成为一个独立的工序。这是对手工业生产方式的一项重大改革。自此,在企业管理中产生了一支专职检验队伍及部门。

质量检验对手工业生产来说,无疑是一个很大的进步,因为它有利于提高生产率,有利于分工的发展。但从质量管理的角度来看,质量检验的效能较差,因为它的特点是按照标准的规定,对成品进行检验,即从成品中挑出不合格品,这种质量管理方法的任务只是“把关”,即严禁不合格品出厂或流入下一道工序,而不能预防废品的产生,仍然造成了人力、物力、财力的浪费。

1924 年,美国统计学家休哈特(W. A. Shewhart)博士提出了“预防缺陷”的概念,并创建了质量控制图。与此同时,道奇(H. F. Dodge)、罗米格(H. G. Romig)等统计专家又提出了“抽样检验法”。在一些企业中推行,取得了明显的效果。但由于当时的生产力发展有限,对产品质量的要求也不太高,所以,用统计技术进行质量管理未被普遍接受。质量检验阶段一直延续到 20 世纪 40 年代。

1.1.2 统计质量管理阶段

这一阶段大约是在 20 世纪 40 年代~60 年代。由于第二次世界大战对大量产品,特别是军需品的需求,质量检验工作立即显示出其弱点,检验部门成了生产中最薄弱的环节。由于事先无法控制质量,以及检验工作量大,军火生产常常延误交货期,影响前线军需供应。这时,几乎被人们遗忘的、未被普遍接受的休哈特“防患于未然”的控制图法及道奇、罗米格的“抽样检验法”被重新重视起来。美国政府和国防部组织统计技术专家相继制定了三个质量控制标准。

第二次世界大战后,美国的产业界顺利地战时生产转入到和平生产,统计技术在国民工业生产中得到了广泛的应用。随后,在欧美各国相继推行。这标志着将事后检验的观念转变为预防质量事故的发生,并事先加以预防的观念,使质量管理工作前进了一大步。



但是这个阶段曾出现了一种偏见,就是过分地强调统计技术,忽视了组织管理工作和生产者的主观能动性。使人们误认为“质量管理就是统计技术”、“质量管理是少数数学家和学者的事情”,因而对统计技术质量管理产生了一种高不可攀、望而生畏的感觉。这种倾向也阻碍了统计技术的推广。在统计质量管理阶段,统计技术起到了关键的作用,特别是描述性统计、质量控制图以及统计抽样等统计方法得到了广泛的应用。

1.1.3 全面质量管理阶段

第二次世界大战以后,生产力发展迅速,科学技术日新月异,产品更新换代频繁,用户对产品质量的要求越来越高,越来越全面。1960年,美国的质量管理专家费根堡编写了《全面质量管理》一书,系统地阐述了全面质量管理,因此其理论就成为一门系统的科学。以后,日本引进了这种理论,并结合本国的国情加以改进和发展,使这套理论日臻完善。

1949年,日本为了提高产品竞争能力,开始举办质量管理学习班,学习质量管理的基础知识。1950年,他们邀请美国专家戴明博士讲学,以后又到美国去考察。但是由于片面地认为产品质量低,主要是因为技术落后,把引进新技术作为重点,生搬硬套地学习统计质量管理方法,收效不大。1954年,日本又聘请美国质量管理专家朱兰博士进行质量管理普及方法的讲学,开始把企业管理工作纳入不断提高产品质量的轨道。从1960年开始,日本企业创造了全面质量控制(TQC)的质量管理方法,广泛地开展QC小组活动,全面质量管理不断扩大和开展。20世纪70年代以后,日本的全面质量管理便超过了美国。

除了日本以外,欧洲各国也十分重视质量管理的研究开发工作,欧洲质量管理组织(EOQC)是世界上最大的区域性国际质量管理组织,也是东、西方质量管理领域内合作得较好的典型。欧洲各国从单纯的检验发展到全面质量管理,但对质量检验工作仍然十分重视。欧洲对培养人们的质量意识也十分重视,他们提出保证产品质量、不断改善人类生活,把质量看作保证和提高人民生活的重要条件。

1978年以来,我国引进了全面质量管理理论,并在机械、纺织、电子、化工、兵器、基建等行业相继推行。1980年,国家经委颁发《工业企业全面质量管理暂行办法》,成为在全国范围内推行全面质量管理工作的纲领性文献。此后,全面质量管理在全国各地区各行业的许多企业广泛推行,有力地促进了企业管理,调动了广大职工参加企业管理的积极性和创造性,提高了工作质量、工程质量和产品质量,取得了显著的效果。

以上三个质量管理发展阶段质的区别是,质量检验阶段靠的是事后把关,是一种防守型的质量管理;统计质量控制阶段主要靠在生产过程中实施控制,把可能发生的问题消灭在生产过程之中,是一种预防型的质量管理;而全面质量管理,则保留了前两者的长处,对整个系统采取措施,不断提高质量,可以说是一种进攻型或者是全攻全守型的质量管理。三个阶段之间既有区别又有联系,每一个新阶段都是在前一阶段的基础上发展起来的,是吸收了前一阶段的精华,弥补了不足之处而逐步形成的,因此,仍然保留着前阶段行之有效的方法。

自20世纪90年代制定并发布ISO9000以来,ISO9000成为全面质量管理的唯一国际标准。因此,也有些质量管理专家把这一阶段称作标准质量管理阶段。

1.2 实验室质量管理的发展

1.2.1 国际实验室认可机构与标准的发展

为了提高实验室的质量管理水平和技术能力,确保实验室出具的试验数据准确可靠,实



实验室必须实行严格科学的质量管理,建立健全完善的质量管理体系。随着工业化和国际贸易的发展,以及国际合作和世界质量活动的发展,实验室质量管理标准和实验室认可机构也随之诞生和发展起来。

1947年,澳大利亚建立了世界上第一个实验室认可机构——澳大利亚国家测试机构协会(NATA),对澳大利亚联邦内的检测实验室进行自愿注册。1966年,英国成立了英国校准服务局(BCS),向校准实验室提供认可服务。20世纪70年代,新西兰、丹麦、美国、印度、瑞士和法国等国家也相继建立了实验室认可组织。进入20世纪80年代后,实验室认可活动发展加快,到1986年底,又有14个国家和地区分别建立了实验室认可机构。

目前,在国际上影响比较大的国际区域性实验室认可合作组织有以下几个:国际实验室认可合作组织(ILAC),欧洲实验室认可合作组织(EA),亚太实验室认可合作组织(APLAC),太平洋认可合作组织(PAC)等国际组织。

1978年,ILAC制定了实验室基本技术要求的说明,并将其作为实验室认可技术准则的说明提交给ISO(国际标准化组织)。同年由国际标准化组织作为ISO导则25首次向世界发布,即ISO导则25:1978《评审测试实验室技术能力导则》。

1982年,经ISO认证委员会修订后,由IEC(国际电工委员会)和ISO两个组织联合发布,即ISO/IEC导则25:1982《测试实验室能力通用要求》。

1990年,ISO又按“1988年ILAC会议”提出的进一步修订导则25的要求,同时结合1987年发布的ISO9000族标准对质量管理及质量管理体系的要求,对其内容又进行了较大的修改,修订后的第三版ISO/IEC导则25:1990《校准和测试实验室能力的通用要求》,同年分别由IEC和ISO批准后发布。

1994年,ILAC成立ISO/CASCO/WG10小组,结合1994版ISO9000族标准的要求,对第三版ISO/IEC导则25进行修订,并广泛征求各成员体的意见后,决定改导则为国际标准ISO/IEC17025的形式发布。其后,对草案进行几经讨论和修改。提交给国际标准化组织。1999年12月15日由ISO和IEC两个组织以标准ISO/IEC17025正式对外发布,即ISO/IEC17025:1999《测试和校准实验室能力的通用要求》,取消并替代ISO/IEC导则25:1990。目前的最新版本是ISO/IEC17025:2005《检测和校准实验室能力的通用要求》。

1.2.2 我国实验室认可机构与标准的发展

从1980年开始,原中华人民共和国进出口商品检验局(CCIB)就作为正式代表参加了国际实验室认可会议(ILAC),1992年参加了亚太实验室认可合作组织(APLAC),并出席了第一次会议,此后,一直积极参加其各项活动。并多次颁发及修订了进出口商品检验实验室认证及考核办法,对系统内外从事进出口商品检验的实验室进行了考核、认证和注册,对实验室建立质量管理体系,提高实验室质量管理水平和技术能力,把关服务与国际接轨,促进贸易的健康发展,起到了很大的作用。

为了加快实验室认可与国际接轨的步伐,1995年由17部委参加成立了中国国家进出口商品检验实验室认可委员会CCIBLAC,起草并发布了等效采用ISO/IEC导则25:1990的有关实验室认可的多个文件。

1998年政府机构改革后,国家出入境检验检疫局(CIQ)授权CCIBLAC(全称更改为中国国家出入境检验检疫实验室认可委员会,其英文缩写不变)统一负责中国出入境检验检疫领域实验室和检验机构认可工作。CCIBLAC是APLAC的创建者之一,是ILAC的全权成



员机构,并在 2001 年分别与它们正式签署了多边承认协议(MRA)。同时,CCIBLAC 于 2000 年 9 月发布了等同采用 ISO/IEC17025:1999 的文件。

原国家质量技术监督局于 1995 年发布了等同采用 ISO/IEC 导则 25:1990 的 GB/T15481—1995《校准和检验实验室能力的通用要求》。2000 年 11 月又发布了等同采用 ISO/IEC17025:1999 的 GB/T15481—2000《测试和校准实验室能力的通用要求》标准。

原国家质量技术监督局于 1994 年 9 月批准成立了中国实验室国家认可委员会(CNACL),开展了大量的国内实验室的认证考核工作,同时也在国外开展了部分实验室的认可活动。1999 年 12 月,CNACL 与 APLAC 签署了 MRA 多边承认协议。

2001 年,国家出入境检验检疫局与国家质量技术监督局合并后,中国国家出入境检验检疫实验室认可委员会(CCIBLAC)和中国实验室国家认可委员会(CNACL)经改革、合并为新的中国实验室国家认可委员会(CNAL)。

2006 年 3 月 31 日,在原中国认证机构国家认可委员会(CNAB)和原中国实验室国家认可委员会(CNAL)基础上进行整合,成立了中国合格评定国家认可委员会(China National Accreditation Service for Conformity Assessment,CNAS)。CNAS 是根据《中华人民共和国认证认可条例》的规定,由国家认证认可监督管理委员会批准设立并授权的国家认可机构,统一负责对认证机构、实验室和检查机构等相关机构的认可工作。

目前,CNAS 已经加入了所有国际多边互认协议,并已经成为世界上认可业务范围和门类最齐全、数量规模最大的认可机构之一。

1.3 实验室质量管理体系对统计技术的需求

1.3.1 统计技术在质量管理体系中的作用

从质量管理的三个发展阶段可以看出,统计技术在质量管理中始终起着重要的作用。自 ISO9000 产生以来,统计技术更加显示出它在质量管理中的重要性。在原 1994 版的 ISO9000 中,统计技术是质量管理体系的 20 个要素之一。而在 ISO9000 的 2000 版和 2008 版的标准中,对统计技术的要求比 1994 版的要求更加明确、严格。在 ISO9000《质量管理体系 基础和术语》中明确规定了统计技术是质量管理体系的基础,并在其 2.10 条中专门强调了“统计技术的作用”。国际质量管理专家为了使统计技术更好地在质量管理体系中发挥作用,还专门制定了 ISO/TR10017:2003(E)《ISO9001:2000 统计技术指南》等若干标准,作为 ISO9000 统计技术的应用指导。为了在质量管理体系中更有效地应用统计技术,该标准还针对 ISO9001 的一些具体条款中必须使用的定量数据及适宜的统计技术进行指导。该标准还推荐了十二大类在质量管理中常用的统计技术,有助于满足组织的需求。它们分别为:描述性统计、试验设计、假设检验、测量系统分析、过程能力分析、回归分析、可靠性分析、抽样、模拟、SPC 图、统计容差法、时间序列分析。

应当承认,我国自开展 ISO9000 质量管理体系认证以来,这一先进科学的质量管理模式提升了我国质量管理水平,促进了我国产品质量的提高和国民经济的大力发展,成绩是显著的。但事实上也不得不承认,我国在质量体系认证中,对以统计技术作为质量管理体系的基础,普遍没有给予足够的重视,不少内审员甚至是评审员对统计技术的知识也是知之甚少,甚至一些已经认证的企业,统计技术还是空白,大部分企业也仅有流程图、因果图等几张统计图表予以应付。这正是我国与欧、美、日等发达国家在质量管理水平上存在巨大差距的根



本原因。也是我国的产品质量相对落后的原因之一。试想,既然国际质量管理专家公认统计技术是质量管理体系的基础,那么没有基础的质量管理体系则宛如是一座空中楼阁,则不会牢固,也不会有多大的实用价值。先进发达国家的质量管理是以统计技术为基础的质量管理,如果统计技术可有可无的话,国际质量管理专家在制定 ISO9000 系列标准时为什么还要如此重视统计技术。因此,可以说,没有以统计技术为基础的质量管理体系,是不完善、不健全、不牢固的,它缺乏理论的指导和支持,不利于产品质量的创新和持续改进。

另外,由于我国的质量发展史没有经历过统计质量管理阶段,这也是我国的统计技术的应用普遍落后的原因所在。因此,组织在建立质量管理体系时,统计技术应贯穿于体系运行的始终。

实验室在建立质量管理体系时,更需以统计技术为基础,这是因为实验室按 ISO/IEC17025 建立的质量管理体系也符合 ISO9001《质量管理体系 要求》。在 ISO/IEC17025 的附录中还提供了 ISO/IEC17025 和 ISO9001 条款的相互对照。特别是,实验室的主要产品是数据,而统计技术的主要目的则是“收集数据、处理数据及分析数据”。因此,实验室的质量管理体系必须以统计技术为基础,显得尤为重要。

1.3.2 实验室质量管理体系对统计技术的需求

对于检测和校准实验室而言,建立的质量管理体系必须符合 ISO/IEC17025 的要求,其针对检测和校准所运作的质量管理体系也就满足了 ISO9001 的原则。因此,在实验室建立、健全和完善质量管理体系时,也应按 ISO/TR10017 的要求应用以上所述的十二大类常用统计技术,作为实验室质量管理的基础。在 ISO/IEC17025 的 5.9 检测和校准结果质量的保证一节强调了在实验室质量审查和监控等方面应用统计技术的 5 种统计方法,它们分别是:

a) 定期使用有证标准物质(参考物质)进行监控和/或使用次级标准物质(参考物质)开展内部质量控制;

b) 参加实验室间的比对或能力验证计划;

c) 使用相同或不同方法进行重复检测或校准;

d) 对存留物品进行再检测或再校准;

e) 分析一个物品不同特性结果的相关性。

另外,在 ISO/IEC17025 中的多项条款也直接或间接的要求必须应用统计技术才能达到目的和要求,例如:

4.4 对实验室能力的评审;4.5 分包方能力的验证;4.6 服务和供应品的采购的符合性检查;4.7 客户满意度调查;4.9 对不符合检测工作的控制及严重性的评价;4.10 改进中的审核结果、数据分析等;4.11 纠正措施的原因分析;4.12 中的监控和控制的有效性;4.14 中对试验结果的正确性和有效性的审核;5.4 中的方法的选择、实验室制定的方法、方法的确认、非标准方法、测量不确定度的评定、数据的控制等;5.5 中设备、校准、检测、期间核查;5.6 中的标准比对、实验室比对、测量不确定度、参考标准和标准物质的校准和期间核查等;5.7 抽样;5.9 检测和校准结果的质量保证;5.10 结果报告等许多要素都需统计技术加以支持。

1.3.3 统计技术在实验室质量管理体系中潜在需求的识别

ISO/TR10017 中的表 1 对与 ISO9001 条款的实施可能有关的定量数据的需求做了识别。而 ISO/IEC17025 的附录中也提供了 ISO/IEC17025 和 ISO9001 条款的相互对照。这