

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.01.17

验证实验室技术能力是否符合标准方法要求的探讨

许明华

(中国人民解放军第五七一三厂计量检测中心, 湖北 襄阳 441002)

摘 要: 主要论述了实验室如何开展符合标准方法要求的技术能力验证工作, 以及验证的方式、重点和效果评价, 以便于实验室能够很好地掌握、运用标准方法, 确保检测、校准的质量。

关键词: 标准方法; 验证; 检测; 校准或检定。

中图分类号: TB9

文献标识码: C

文章编号: 1674-5795(2015)01-0061-03

Verification and Discussion on Conformation of Laboratory Technical Capacity with Standard Methods

XU Minghua

(Measurement and Calibration Center of No. 5713 Factory of PLA, Xiangyang 441002, China)

Abstract: This paper elaborates mainly on the way for laboratories to verify the conformation of their technical capacity with standard methods, and discusses the methods and key points in verification, to help laboratories master and apply the standard methods and ensure the quality of test and calibration.

Key words: standard method; verification; test; calibration

0 引言

标准方法是指经标准化组织发布的方法^[1], 包括国内标准、国际标准、区域标准和国外标准, 而国内标准又包括国家标准、行业标准和地方标准。在 CNAS-CL01: 2006《检测和校准实验室能力认可准则》、DILAC/AC01: 2005《检测实验室和校准实验室能力认可准则》和 GJB2725A-2001《测试实验室和校准实验室通用要求》5.4.2 中均要求: “在引入检测或校准之前, 实验室应证实能够正确地运用这些标准方法。如果标准方法发生了变化, 应重新进行证实”。如何对标准方法进行使用前的验证, 由谁来进行验证, 验证效果如何进行评价等是每个实验室都面临的问题。

1 标准方法的更新渠道

随着实验室检测、校准项目的增多和国内标准、国际标准、区域标准、国外标准的不断更新, 实验室

需要随时跟踪并运用最新标准^[2], 跟踪新标准的渠道要根据实验室的具体情况而定, 可以与标准化研究所建立合作关系, 以便随时获取新标准, 也可以在互联网上及时查询、下载。总之, 实验室应建立标准获取、更新的制度, 并将此项工作落到实处。

2 谁来进行验证

验证可由实验室技术负责人、某个专业的技术负责人或专业带头人组织, 由熟悉标准方法的检测或校准人员先行学习, 然后给相关人员讲解、分析。有条件的实验室可以派技术骨干或检测、校准人员参加新标准宣贯, 考取资格证书, 培训合格后可从事验证工作。

对开展多项目、多参数检测校准的综合实验室而言, 由于采用的检测或校准方法较多, 方法更新也较快, 因此掌握每一种新方法都要参加外部培训有些不切实际, 还是应以内部培训为主, 组织相关人员学习新标准方法, 把握其具体要求, 在对新旧方法有了全面了解的基础上再进行验证工作, 这样既可以提高检测、校准人员的自学能力, 又可以节约成本。

收稿日期: 2014-08-10; 修回日期: 2014-11-09

作者简介: 许明华(1969-), 女, 高级工程师, 主要从事实验室技术、质量管理和温度、力学校准技术研究。

3 如何进行验证

执行新方法前对技术能力的验证应在实验室程序文件中做出规定,具体的验证过程要有详细的笔录。验证可从以下五个方面进行:

1) 校准或检测人员是否能够按照标准方法规定的项目、操作方法和操作步骤进行操作;是否掌握了校准或检测的关键环节或关键点;是否能够对校准或检测数据进行正确处理,对校准规范附录中测量结果的不确定度评定方法能否理解和应用。

2) 实验室使用的标准器及配套设备(检测设备、标准物质)是否齐全;设备的参数和测量范围是否满足标准方法的要求;设备的准确度等级、分辨力等是否满足要求。

3) 实验室开展工作的被测(校)件类型、技术指标是否与标准方法的要求相符;化学试剂、辅助材料等是否齐全,是否满足标准方法的要求。

4) 实验室开展检测、校准工作原始记录项目、格式是否满足标准方法的要求。

5) 实验室环境设施条件是否满足标准方法、维持校准或检测设备计量特性和相关法规要求^[2]。

五个方面中人员操作是重点,可以先集中学习标准方法中的要求,然后再组织实际操作方法、操作步骤的演示,讨论方法中的关键点和难点。

4 验证实例

由于相关操作人员对旧方法比较熟悉,验证时可将重点放在新旧方法的差异比较上。本文以实验室技术能力是否满足 JJG 130-2011《工作用玻璃液体温度检定规程》要求为例,介绍验证方法并给出详细的验证笔录。验证笔录可从以下四个方面记录。

4.1 采用新方法的原因

国家于 2011 年 9 月 20 日发布了 JJG 130-2011《工作用玻璃液体温度检定规程》,自 2012 年 3 月 20 日实施。此规程替代了我单位目前使用的 JJG 130-2004《工作用玻璃液体温度计检定规程》、JJG 50-1996《石油产品用玻璃液体温度计检定规程》、JJG 978-2003《石油用高精密玻璃水银温度计检定规程》和 JJG 618-1999《高精密玻璃水银温度计检定规程》。

4.2 新旧方法差异比较

1) 范围

合并了 JJG 130-2004, JJG 50-1996, JJG 978-2003, JJG 618-1999 检定规程,增加了焦化产品玻璃

液体温度计。

2) 检定项目名称

① 首次检定项目中的“毛细管均匀性及刻度等分均匀性”更名为“线性度”;

② 将首次检定项目中的“示值稳定性”改为“示值稳定度”,仅要求 0.1, 0.05, 0.02, 0.01℃ 的玻璃液体温度计在首次检定时对“示值稳定度”进行检查。

3) 允许误差

增加了温度范围为 0~200℃、分度值为 1℃ 和 2℃ 的有机液体温度计最大允许误差的规定,将有机液体温度计的测量范围由 0~100℃ 扩展至 0~200℃。

4) 标准器及配套设备

① 恒温槽的水平、垂直温场均匀性要求由 0.02℃ 调整为 0.01℃;

② 按照 JJG 161-2010《标准水银温度计检定规程》中的命名,一、二等标准水银温度计名称统一改为标准水银温度计;

③ 检定高精度温度计用一等标准铂电阻温度计改为采用二等标准铂电阻温度计;

④ 增加了全浸温度计做局浸使用时,露出液柱的平均温度用辅助温度计测量时,辅助温度计的尺寸、技术指标和使用方法的要求。

5) 测量次数和读数方法

① 将高精密玻璃温度计的测量次数由 10 次改为 4 次,工作用玻璃液体温度计、石油产品用水银温度计每个检定点的测量次数统一改为 2 次;

② 读数方法由“视线与温度计垂直”改为“视线应与感温液柱上端面保持在同一水平面”。

6) 其它要求

① 精密温度计和普通温度计的分度值划分发生了变化,旧规程按测量范围和分度值划分精密、普通温度计,而新规程中仅按分度值划分,对检定过程和检定结果的处理没有变化;

② 每个检定点读数过程中槽温变化范围由原来的不超过 0.1℃,改为根据玻璃液体温度计分度值的不同而有不同的要求(具体要求见规程表 7、表 8);

③ 增加了附录 C 冰点的制作和使用方法、附录 D 温度计感温柱修复方法和附录 E 水银温度计破碎后的实验室参考处置方法。

4.3 验证结果

1) 范围

焦化产品玻璃液体温度计检定要求、检定方法和其它温度计相同,检定人员已掌握。

理没有变化，检定人员已掌握。

①“毛细管均匀性及刻度等分均匀性”更名为“线性度”后,技术指标和检定方法没有改变,符合要求;

②“示值稳定度”的检定用设备和检定过程、检定方法等要求没有变化,设备的技术指标符合要求,检定人员已掌握检定过程和检定方法。

3) 允许误差

有机液体温度计的测量范围扩展后,标准水银温度计和油槽测量范围满足要求,检定人员已掌握检定方法。

4) 标准器及配套设备

① 使用的恒温水槽、油槽水平、垂直温场的均匀性测试结果为 0.009°C ，满足要求；

② 标准水银温度计的测量范围和允许误差符合要求;

③ 配备有满足要求的二等标准铂电阻温度计;

④ 配置的辅助温度计技术指标符合要求, 检定人员已掌握其使用方法。

5) 测量次数和读数方法

① 测量次数变更后检定原始记录模版已更改，检定人员已能够按规程操作；

② 读数方法改变后检定人员已熟知。

6) 其它要求

① 分度值重新划分后, 检定过程和检定结果的处

(上接第 56 页)

4.5 扩展不确定度及结果报告

取包含概率 $p = 95\%$ ，按有效自由度 ν_{eff} 查 t 分布表得 $k_{95} = t_{95}(\nu_{\text{eff}}) = t_{95}(10) = 2.23$ 。故相对扩展不确定度为

$$U_{q5r}(H_c) = k_{q5} u_{cr}(H_c) = 2.2 \times 0.596\% \approx 1.3\%$$

结合式(1)等, 标准块修正后的硬度值为

$$H_c = \left(2 - \frac{191}{201}\right) \times 187 \text{HBW}_{10/3000} = 196 \text{HBW}_{10/3000}$$

硬度值扩展不确定度为

$$U_{95}(H_c) = U_{95r}(H_c) \cdot H_c = 1.3\% \times 196\text{HBW}10/3000 \\ = 3\text{HBW}10/3000$$

硬度值报告

$$\text{HB} = H_c \pm U_{95}(H_c) = (196 \pm 3) \text{HBW10/3000}, k_{95} = 2.23$$

5 结束语

本文按国家计量检定规程[5]的测量条件和测量方

② 检定过程槽温变化范围要求检定人员已熟知。

③ 冰点制作需要的冰点槽和蒸馏水满足要求，检定人员掌握了制作和使用的操作过程；检定人员掌握了温度计感温柱修复方法；处置破碎后散落水银的磨口瓶和硫磺粉满足要求，检定人员掌握了处置方法。

4.4 验证结论

经验证，人员、设备、环境条件、原始记录模版均符合新旧规程的要求，同意使用此规程。

5 验证效果评价

效果评价重点放在相关人员掌握标准方法要求的操作和结果的处理上，因为机、料、法、环验证后如果没有发生变化，应该是持续满足要求的。人员掌握操作和结果处理可能在短期内很难看出效果，尤其是不经常做的项目，只有每一位操作人员都按标准方法做过了才能进行评价。评价即可以抽看人员操作过程，也可以通过原始记录、验证报告等来观察。

参考文献

- [1] 贾殿徐. ISO/IEC 17025 - 2005 实验室管理体系建立与审核教程[M]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [2] 百度文库. ISO/IEC 17025 - 2005 培训讲义[EB/OL]. [2014 - 06 - 18]. <http://wenku.baidu.com>.

参考文献

- [1] 朱俊杰. 标准硬度块示值总不确定度计算方法的探讨[J]. 宇航计测技术, 1992, 66(6): 74-76.
- [2] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 中国计量出版社, 2012.
- [3] 刘吉萍. 布氏硬度不确定度评定[J]. 现代计量测试, 2001(6): 31-36.
- [4] 黄开志. 标准金属布氏硬度块测量不确定度评定[J]. 兵器材料科学与工程, 2009(3): 74-75.
- [5] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 147-2005 标准金属布氏硬度块[S]. 北京: 中国计量出版社, 2005.