



CNAS 技术报告

轻纺检测领域质量控制方法

版权声明

本文件版权归中国合格评定国家认可委员会（CNAS）所有，CNAS 对其享有完全的著作权及与著作权有关的权利。

在遵守《中华人民共和国著作权法》及其他相关法律法规的前提下，机构及人员等可免费使用本文件进行非商业性的学习和研究。

未经 CNAS 书面授权准许，禁止任何单位和个人复制、传播、发行、汇编、改编、翻译或以其他方式对本文件再创作等，侵权必究。

CNAS 网站：www.cnas.org.cn

中国合格评定国家认可委员会

前 言

本技术报告依据 CNAS-CL01《检测和校准实验室能力认可准则》、CNAS-CL10《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》、CNAS-CL18《检测和校准实验室能力认可准则在纺织检测领域的应用说明》、CNAS-CL52《CNAS-CL01〈检测和校准实验室能力认可准则〉应用要求》和 CNAS-RL02《能力验证规则》中关于质量控制的要求，并结合轻纺（纺织/皮革/鞋类）实验室检测参数质量控制的特性而制定。

本技术报告旨在规范轻纺实验室质量控制活动，以确保实验室采用的质量控制方法合理适用，质量控制活动充分有效，保证实验室检测结果的准确可靠。

本技术报告从轻纺实验室物理（包括感官和染色牢度）、化学方面，提出了质量控制的基本方式和要求。由于微生物领域涉及到国家的有关规定，本技术报告中未列出微生物检测项目质量控制要求。

本技术报告仅从操作层面上就实施方法给出指导性建议，所提供的方法和实例并非是唯一可选的，仅供相关方参考。

本技术报告由中国合格评定国家认可委员会提出并归口。

本技术报告主要起草单位：中国合格评定国家认可中心、中国纤维检验局。

本技术报告主要起草人：富巍、贺甬、张明霞、周硕、孔丽萍、秦言华、周思旭、文吉。

轻纺检测领域质量控制方法

1 范围

1.1 本文件适用于从事轻纺（纺织/皮革/鞋类）检测的实验室（以下简称轻纺实验室），旨在指导轻纺实验室有效开展质量控制活动，规范质量控制方式和合理确定质控限。

1.2 本文件附录 A 中给出了质量控制方式、质量控制项目（参数）和质量控制频次等的建议，以供实验室参考使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括修改单）适用于本文件。

CNAS-CL01 《检测和校准实验室能力认可准则》

CNAS-CL10 《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》

CNAS-CL18 《检测和校准实验室能力认可准则在纺织检测领域的应用说明》

CNAS-CL52 《CNAS-CL01《检测和校准实验室能力认可准则》应用要求》

CNAS-RL02 《能力验证规则》

CNAS-AL07 《CNAS 能力验证领域和频次表》

3 术语和定义

3.1 实验室间比对 interlaboratory comparison

按照预先规定的条件，由两个或多个实验室对相同或类似的物品进行测量或检测的组织、实施和评价。

[ISO/IEC 17043:2010，定义 3.4]

3.2 能力验证 proficiency testing

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/IEC 17043:2010，定义 3.7]

3.3 质量控制样品（简称质控样） quality control samples

一种要求的存储条件能得到满足、数量充足、稳定且充分均匀的材料，其物理或化学特性与常规测试样相同或充分相似，用于长期确定和监控系统的精密度和稳定性。

[GB/T 32467-2015，定义 6.3]

3.4 标准物质/标准样品 reference material (RM)

具有一种或多种足够均匀且稳定规定特性的材料,已被确定其符合测量过程的预期用途。

[ISO 17034:2016, 定义 3.3]

注:标准物质也称为标准样品。

3.5 有证标准物质/标准样品 certified reference material (CRM)

采用计量学上有效程序测定的一种或多种规定特性的标准物质/标准样品,并附有证书提供规定特性值及其不确定度和计量溯源性的陈述。

[ISO 17034:2016, 定义 3.2]

3.6 灵敏度 sensitivity

定量分析中,单位目标分析物的仪器响应水平。在定性分析中,方法能够确定阳性结果的能力。

[GB/T 32467-2015, 定义 9.17]

3.7 检出限 limit of detection (LOD)

样品中可被(定性)检测,但并不需要准确定量的最低含量(或浓度),是在一定置信水平下,从统计学上与空白样品区分的最低浓度水平(或含量)。

[GB/T 32467-2015, 定义 9.19]

3.8 准确度 accuracy

测试结果与接收的参照值的一致程度。

[GB/T 32467-2015, 定义 9.37]

3.9 精密度 precision

在规定条件下,独立测试结果间的一致程度。

[GB/T 32467-2015, 定义 9.40]

4 质量控制

4.1 总则

4.1.1 实验室要持续稳定地获得可靠的检测结果,需要建立一个全面的质量管理体系,质量控制活动是实验室管理工作的重点。

4.1.2 实验室质量控制活动通过内部质量控制和外部质量控制相结合的方式进行。

4.1.3 实验室质量控制活动的策划是对实验室质量控制活动进行的长期整体的规划,应覆盖到认可范围内的所有检测项目,并能有效监控检测结果的准确性和稳定性。

4.1.4 实验室质量控制活动的策划,即内部质量控制方案和外部质量控制计划的制定。

4.2 内部质量控制方案

4.2.1 实验室应建立内部质量控制方案，内部质量控制方案可以写入实验室的作业指导书中。

4.2.2 内部质量控制方案宜尽量覆盖实验室的全部认可项目。内部质量控制活动的频率应考虑检测业务量、检测结果的用途、检测方法本身的稳定性与复杂性、对于人员培训和经验的依赖程度、参加外部比对(包含能力验证)的频次与结果、新开展的检测方法或变更的方法等因素，同时应满足相关应用说明的要求。对于不同参数内部质量控制活动的频次可参照附录 A。

4.2.3 内部质量控制方案中应明确质控样品选择的原则和要求，以及判定规则和临界值等。

4.2.4 内部质量控制方案应明确重点需要解决的问题，采取最为有效的质量控制方式。质量控制活动涉及的要素包括但不限于：对检测结果有影响的物品（含标准物质）、检测人员、环境条件、仪器设备（含量值溯源）、检测方法，其最终是为了确保检测结果的有效性。内部质量控制方案各要素的基本要求如下：

a) 对检测结果有影响的物品（含标准物质）的质量控制。实验室应对包括但不限于：聚氨脂管、陪洗织物、灰色样卡、标准样照、标准实物、贴衬织物、标准洗涤剂、实验用水、试剂等的采购、验收、存储、核查和评价做出文件化规定，并按规定要求定期实施。

b) 检测人员的质量控制。实验室应对检测人员定期进行技术培训、考核评价和能力监督，尤其应关注对于技术人员经验依赖程度高的项目，包括但不限于：羊毛羊绒手排长度、纤维成分分析投影鉴别、起毛起球等级评定、洗后外观评定、色牢度评级、感官检验等，定期目光统一或校正、检测人员操作手法统一等活动的频次应满足相关应用说明要求。

c) 环境条件的质量控制，实验室应对影响检测的环境条件定期进行核查和评价。包括但不限于如下：恒温恒湿室、异味检测室、光源室（箱）、暗室、天平室（台）、精密仪器室等。

d) 仪器设备（含量值溯源）的质量控制。实验室应对稳定性易发生变化的仪器设备定期进行核查。包括但不限于：仪器量值期间核查、马丁代尔仪李沙茹图形、用 AATCC 蓝标核查 AFU 值、标准物质核查、设备比对、化学分析仪器灵敏度、精密度等技术参数核查。

e) 检测方法的质量控制。实验室应有证据确保在现有条件下资源和能力可以满足标准方法规定的精度，如：毛织物的耐水、耐汗渍色牢度检测，用手揉搓和加表面活性剂提高渗透性都是不正确的做法；对化学分析检测，应定期对方法的检出限、精密度、回收率等技术指标进行验证，以证明实验室具备与该标准方法要求一致的技术能力，确保给出可靠的检测结果。可能时，还应用标准物质或有证标准物质进行验证。

f) 检测结果的质量控制。实验室应定期对检测结果进行验证,包括但不限于使用质量控制样品、有证标准物质(CRM)、标准物质(RM)、留样再测、相关性检查等方式。

4.2.5 内部质量控制方案按项目可分为物理项目(包括感官和色牢度)和化学项目。

a) 物理项目(包括感官和色牢度)质量控制方案包括但不限于:强力类、起毛起球类、色牢度类、异味等;

b) 化学项目质量控制方案包括但不限于:纤维含量分析、含油率、pH 值、有害物质(甲醛、重金属、偶氮染料)等。

4.2.6 内部质量控制方案应定期评估,评估结果输入管理评审,必要时,可对质量控制方案做出调整。

4.2.7 附录 B 中给出了典型项目的内部质量控制方案实例。

4.3 外部质量控制计划

4.3.1 外部质量控制计划应建立在内部质量控制方案的基础上,同时应考虑认可机构和行业主管部门等的要求。外部质量控制计划应与认可的检测能力范围相适应,只要能够获得应尽量覆盖,其中能力验证或测量审核活动应符合 CNAS-RL02 和 CNAS-AL07 的要求,实验室间比对应符合 CNAS-GL02、CNAS-GL03 或 ISO 13528 的要求。

4.3.2 实验室应定期对外部质量控制计划中所选择的能力验证提供者的资质、组织活动的技术水平和数据的可信度进行评估。

4.3.3 外部质量控制计划制订时要明确质控项目、质控方式、质控人员、质控评价等,并重点关注新开展项目、业务量大的项目、检测频次过低的项目(如,低于 1 次/月)、关键检测技术项目、方法重复性差、对人员操作技能要求高的项目、内审和外审中发现问题的项目等。

4.3.4 外部质量控制计划通常以 2 至 3 年为宜。

4.4 质量控制实施

4.4.1 按内部质量控制方案和外部质量控制计划实施,并形成记录。

4.4.2 当质量控制结果临近接受范围边缘时,或使用质量控制图,质量控制结果超出警告线时,应及时对检测过程和试剂、材料进行检查,分析产生问题的原因,采取纠正措施消除隐患,预防超差的发生。

4.5 质量控制效果评价

实验室应通过质量控制实施的结果,评价质量控制的效果,作为管理评审的输入,由管理评审的输出作为质量控制改进的依据。

附录A 轻纺实验室典型项目质量控制表

附录B 轻纺实验室质量控制方案实例



附录 A：（资料性附录）

轻纺实验室典型项目质量控制表

表 A.1 轻纺实验室典型项目质量控制表（纺织物理项目）

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控评价方法及质控限	频次建议
1	手扯长度	确保人员的经验和技术	采用标样校准	人员比对	$R=0.5\text{mm}$	6 个月 1 次
		标准物质 CRM 样品	及时更新		极差法 (U/δ) $R=0.5\text{mm}$	6 个月 1 次
2	马克隆值	试验前校准	试验前设备自校, 再用标样校准	设备核查	极差法 (U/δ) $R=0.10$	每次测试前
		设备期间核查	采用标样核查仪器			
3	含杂率	分离出杂质的称量、记录准确	不定期现场操作监督	人员比对 设备核查	极差法 (U/δ) 重复性限 $r=0.29\%$ (适用 $\leq 2.5\%$ 低含杂率); $r=0.47\%$ (适用 $\geq 2.5\%$ 高含杂率)	1 年 1 次
		设备期间核查	采用标样核查仪器			
4	棉纤维物理性能 (HVI)	试验前用标样校准	试验前用标样核查仪器	设备核查	极差法 (U/δ) 按 HVI 大容量棉花纤维测试仪校准规范规定	每次检测前进行
		标样和样品的调湿及试验温湿度	温湿度控制和核查		符合 GB/T20392 要求	6 个月 1 次
5	化学纤维短纤维长度	纤维整理	绒板上整理纤维束时, 确保纤维伸直且不伸长	标样校准 人员比对	绝对误差: 棉型 $\leq 1.0\text{mm}$ 中长型 $\leq 1.5\text{mm}$ 毛型 $\leq 2.0\text{mm}$	6 个月 1 次
		切断	确保纤维束在切断器上与刀口垂直			
6	化学纤维短纤维线密度	纤维整理	绒板上整理纤维束时, 确保纤维伸直且不伸长	标样校准 人员比对	绝对误差: 棉型 $\leq 0.10\text{dtex}$ 中长型 $\leq 0.15\text{dtex}$ 毛型 $\leq 0.20\text{dtex}$	6 个月 1 次
		排片	确保排片时的纤维平行、无重叠			

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控评价方法及质控限	频次建议
7	化学纤维长丝线密度	长度量取	单根法：目光与剪取点保持平视	人员比对	相对误差 $\leq 2.5\%$	6 个月 1 次
		预加张力	准确设置预加张力，确保丝条伸直不伸长			
8	化学纤维长丝条干均匀度	测量槽	输入正确的丝条线密度	设备比对 留样再测	绝对误差 $\leq 1.0\%$	1 年 1 次
		试验环境	确保试验环境无气体对流，无漂浮物			
		仪器状态	确保压缩空气压力稳定			
9	化学纤维长丝捻度	退捻	确保丝条退捻时所有单丝呈平行状态	人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	1 年 1 次
		预加张力	准确设置预加张力，确保丝条伸直不伸长			
10	特种动物纤维含量	纤维鉴别	用已知样品校准目光	人员比对 留样再测	绝对误差 $\leq 3\%$	6 个月 1 次
11	羊绒手排长度	取样	20 个点以上	人员比对 留样再测	长度绝对误差 $\leq 2.0\text{mm}$ 短绒率相对误差 $\leq 20\%$	6 个月 1 次
		纤维整理	绒板上整理纤维束时，确保纤维平直，防止纤维断裂			
12	生丝抱合	正确辨认	使用留样进行测试	留样再测		6 个月 1 次
13	纱线线密度	预加张力	准确设置预加张力，确保纱线伸直不伸长	人员比对	相对误差 $\leq 3\%$	1 年 1 次
14	纱线捻度	限位（单纱）	准确读取瞬间断裂伸长值	人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	1 年 1 次
		完全退捻（股线）	确保将两根或多根纱线退至平行			
		预加张力	准确设置预加张力，确保纱线伸直不伸长			
15	纱线条干均匀度	测量槽	输入正确的丝条线密度	设备比对 留样再测	绝对误差 $\leq 5\%$	1 年 1 次
16	纱线断裂强力	设备	定期核查	设备比对 人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	1 年 1 次
		预加张力	准确设置预加张力，确保纱线伸直不伸长			
17	十万里纱疵	检测头	确保检测头正常	设备比对 实验室间比对	/	1 年 1 次

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控评价方法及质控限	频次建议
18	黑板棉结、杂质	棉结、杂质鉴别	定期进行目光比对	人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	6 个月 1 次
19	明显色结	色结鉴别	定期进行目光比对	人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	6 个月 1 次
20	絮用纤维短纤维率	确保人员的经验和技巧（操作手法）	采用标样校准手法（手扯法）	人员比对 （操作比对）	绝对误差 $\leq 3\%$	6 个月 1 次
21	絮用纤维含杂率	分离出杂质的称量、记录准确	采用标样期间核查仪器	人员比对 标样测试	极差 = 0.31%	6 个月 1 次
22	织物断裂强力	设备	定期核查	人员比对 设备比对 留样再测	相对误差 $\leq 10\%$	1 年 1 次
		试样宽度	确保有效宽度			
		预加张力	准确设置预加张力，确保织物伸直不伸长			
23	顶破强力	设备	定期核查	人员比对 设备比对 留样再测	相对误差 $\leq 10\%$	1 年 1 次
		球形顶杆	准确选择球形直径			
24	接缝强力	设备	定期核查	人员比对	相对误差 $\leq 10\%$	1 年 1 次
		针距	确保针距准确			
25	起毛起球（圆轨迹法）	目光评级	定期进行目光比对	人员比对 设备比对 留样再测	≤ 0.5 级	6 个月 1 次
		设备	定期核查毛刷、磨料、垫片			
26	起毛起球（马丁代尔法）	目光评级	定期进行目光比对	人员比对 设备比对 留样再测	≤ 0.5 级	6 个月 1 次
		设备	定期核查李莎茹图形			
27	起毛起球（滚箱法）	目光评级	定期进行目光比对	人员比对 设备比对 留样再测	≤ 0.5 级	6 个月 1 次
		设备	定期核查软木衬垫和聚氨酯载样管表面状态			

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控评价方法及质控限	频次建议
28	起毛起球（乱翻法）	目光评级	定期进行目光比对	人员比对 设备比对 留样再测	≤ 0.5 级	6 个月 1 次
		设备	定期核查软木衬垫表面状态			
29	质量	圆盘取样器	定期核查切割器刀口锋利程度	人员比对	相对误差 $\leq 5\%$	1 年 1 次
		烘箱	定期核查八篮的零位			
30	洗涤尺寸变化率、 扭曲率	测量	定期进行测量操作比对，确保试样无不必要的拉伸	人员比对	相对误差 $\leq 10\%$	1 年 1 次
31	洗后外观	目光评级	定期进行目光比对	人员比对	≤ 0.5 级	6 个月 1 次



表 A.2 轻纺实验室典型项目质量控制表（色牢度项目）

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
1	耐摩擦色牢度	①评级目光 ②人员操作 ③仪器各个参数设置 ④摩擦布的含水率 ⑤评定沾色用灰色样卡	①定期进行目光比对 ②定期开展人员操作手法比对 ③定期检查仪器各个参数：检查金属网、耐水细砂纸、摩擦头、仪器动程、棉摩擦布需符合标准要求 ④摩擦布的含水率符合规定 ⑤定期对灰色样卡进行校验	人员比对 设备校验 留样再测 能力验证 实验室间比对	人工：±0.5 级 色差仪：±0.25 级	人员目光比对 6 个月 1 次 其余质控方法 1 年 1 次
2	耐水、汗渍、耐唾液、耐海水色牢度	①评级目光 ②人员操作 ③仪器各个参数设置 ④标准贴衬织物 ⑤试液配制 ⑥评定变色、沾色用灰色样卡	①定期进行目光比对 ②定期开展人员操作手法比对 ③定期检查仪器各个参数：重锤质量、烘箱温度需符合标准要求 ④标准贴衬织物需通过验收 ⑤试液配制测试相应 pH 值，确保符合要求 ⑥定期对灰色样卡进行校验	人员比对 设备校验 留样再测 能力验证 实验室间比对	人工：±0.5 级 色差仪：±0.25 级	人员目光比对 6 个月 1 次 其余质控方法 1 年 1 次
3	耐光、耐光汗色牢度	①评级目光 ②人员操作 ③仪器各个参数设置 ④蓝色羊毛标样	①定期进行目光比对 ②定期开展人员操作手法比对 ③定期检查仪器辐照度、温度传感器、有效湿度需符合标准要求，定期校验和期间核查 ④蓝色羊毛标样定期比对，换批次应进行验证	人员比对 设备校验 留样再测 能力验证 实验室间比对	人工：±0.5 级 色差仪：±0.25 级	人员目光比对 6 个月 1 次 其余质控方法 1 年 1 次
4	耐皂洗、耐干洗、耐氯化水色牢度	①评级目光 ②人员操作 ③仪器各个参数设置 ④标准贴衬织物 ⑤试液配制 ⑥评定变色、沾色用灰色样卡	①定期进行目光比对 ②定期开展人员操作手法比对 ③定期检查仪器各个参数：温度、时间需符合标准要求 ④标准贴衬织物需通过验收 ⑤试液配制需符合规定 ⑥定期对灰色样卡进行校验	人员比对 设备校验 留样再测 能力验证 实验室间比对	人工：±0.5 级 色差仪：±0.25 级	人员目光比对 6 个月 1 次 其余质控方法 1 年 1 次
5	耐干热色牢度、耐热压色牢度	①评级目光 ②人员操作 ③仪器各个参数设置 ④标准贴衬织物 ⑤评定变色、沾色用灰色样卡	①定期进行目光比对 ②定期开展人员操作手法比对 ③定期检查仪器各个参数：压强、温度、时间需符合标准要求 ④标准贴衬织物需通过验收 ⑤定期对灰色样卡进行校验	人员比对 设备校验 留样再测 能力验证 实验室间比对	人工：±0.5 级 色差仪：±0.25 级	人员目光比对 6 个月 1 次 其余质控方法 1 年 1 次

表 A.3 轻纺实验室典型项目质量控制表（化学项目）

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
1	纤维定量分析 (化学溶解法)	选择最适当的溶解方法	检测员根据定性结果, 相关标准及细则, 选择合适的定量方案。	留样再测 质控样	试验室进行留样再测 或测定质控样品可采用 质量控制图, 也可以自行 测定并计算质控限	3 个月 1 次
		关键溶剂浓度的标定	对配制的试剂进行浓度标定, 密度测量, 确保符合标准要求。			
		试剂期间核查	按照质量监督计划定期对试剂进行核查。			
2	纤维定量分析 (显微镜法)	人员的经验、技术和状态	定期组织人员目光比对。	人员比对 留样再测 质控样	极差法 (U/σ) $R=3\%$	3 个月 1 次
		适当的方法程序	检测员根据定性结果, 相关标准及细则, 选择合适的方法程序。			
		设备校准	按照质量监督计划定期对设备进行校准。			
3	pH 值 (水萃取法)	保持电极稳定性	使用前校准; 留样再测进行台差比对	人员比对 留样再测 质控样 实验间比对	实验室内部的质量控制 再现性限 $R=0.2$	3 个月 1 次
		设备校准 (CRM 缓冲剂)	电极校准, 电极损坏不可调整, 需重换新			
		调整合适振荡频率	保证样品完润湿。化纤等较易润湿样品建议振荡频率调高些。			
		萃取介质质量: pH 值 5.3~6.5	试验前, 用 pH 计进行测试			
4	甲醛	样品检测前应封闭保存	分样时采用自封袋装置	标准曲线核查	质控图判断参照标准 GB/T 4091-2001《常规控制图》	每周一次
		采用有证甲醛标准溶液核查工作曲线	用有证甲醛标准溶液核查工作曲线 (每周一次)			
		显色剂灵敏度检查	显色剂变化后需核查标准曲线			
		测释放甲醛时环境温度的控制	确保释放过程的条件保持不变;			
		检测仪器设备的准确性	定期进行校准和核查			
5	可分解致癌芳香胺染料	取样原则	1、制定取样细则, 定期培训 2、留样订在原始记录, 流转至审核员确认是否取样正	回收率	加标回收率实验, 回收率符合 EN	每制备批样品或每 20 个样品做一

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
			确		14362-1-2012 要求	次
		耗材(硅藻土)、保险粉验收	回收率测试合格, 保险粉不结块才可使用			
		旋蒸过程	不能蒸干, 检测员实时查看			
		定容过程(保证定容准确)	检定定容器; 检测员正确使用, 量取准确			
		检测仪器设备的准确性	定期进行校准和核查			
6	重金属	样品前处理	1、使用洁净无污染的检测器具; 2、可萃取重金属检测酸性汗液现配现用; 3、重金属总量检测取样量需满足标准要求, 确保消解完全(样品采用粉碎机进行粉碎足够小, 利于消解完全); 4、六价铬检测进行空白加标回收试验, 确保显色剂显色效果; 5、进行空白试验;	回收率; 测定有证标准物质	加标回收试验, 回收率参照 GB/T 27404 附录 F 的回收率范围; 测定有证标准物质需符合标准值及不确定度的要求。	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		标准溶液	1、采用有证标准溶液; 2、配制标准溶液需有详细记录, 确保量值传递可追溯性;			
		样品均匀性	进行重复试验			
		检测仪器设备的准确性	定期进行校准和核查			
7	镍释放量	腐蚀过程	1、试验容器采用硝酸(1+9)浸泡过夜, 用去离子水冲洗, 晾干, 备用; 2、确保接触面完全浸泡 3、确保释放过程的条件保持不变; 4、人工汗液现配现用; 5、进行空白试验;	测定质控样品; 测定参考试片	试验室测定质控样品可采用质量控制图, 也可以自行测定并计算质控限; 测定参考试片, 需符合标准值及不确定度的要求。	随检验批进行质控样品或参考试片的测试
		标准溶液	1、采用有证标准溶液; 2、配制标准溶液需有详细记录, 确保量值传递可追溯性;			
		样品均匀性	进行重复试验			

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
		测试面积计算	1 制定原则, 将不规则形状拆成有规则形状计算。 2 人员培训, 审核员对可疑数据复算。			
8	有机锡化合物	溶液配制	现配现用, 确保酸性汗渍萃取液 pH 值=5.5 (用 pH 剂测, 乙酸调整)	回收率	回收率参考 GB/T 27404 附录 F 的回收率范围	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		准确量取 2ml 正己烷	检定移液枪			
9	表面活性剂 -APs+APEOs	索氏抽提的回流速度	检测员查看 (1 秒 2 滴), 通过温度控制速度	甲醇空白对照, 回收率	参考 GB/T 23322-2009, 回收率范围 90%-110%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		空白干扰 (容器、试剂、仪器等干扰)	空白试验验证			
10	致癌、致敏染料	超声温度	超声温度 70 度 (用检定的温度计再次确认), 30 分钟	留样再测	试验室自行测定并计算质控限	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		超声时间	超声 30 分钟 (采用 2 种时间方式提醒——超声仪设定及闹钟设定)			
11	含氯酚	配制准确	K ₂ CO ₃ 溶液浓度配制正确 (0.1mol/L)	回收率	参考 GB/T 18414.1-2006, 回收率范围 85%-110%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		量取准确	用检定的移液枪量取 5ml 正乙烷			
		衍生化过程	若出现混浊, 需离心 3 分钟, 离心速度 400 转/分钟			
12	邻苯二甲酸酯	隔垫更换	查看隔垫是否漏气; 色谱图是否有杂峰	回收率	回收率参考 GB/T 20388-2016 的要求	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		色谱柱流失情况	空白试验验证			
		扣除试剂本身含有邻苯二甲酸酯	试剂空白实验			
13	富马酸二甲酯	超声过程	严格按照标准时间进行超声	回收率	回收率 80%-120%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		过滤过程	用定量滤纸过滤			
		旋蒸温度	标准要求 40 度以下, 常控在 35 度左右			
14	农药残留	超声萃取: 控制超声温度、超声时间	1、超声温度: 用检定的温度计确认试验过程 2、超声时间: 可采用两种时间方式提醒——超声仪设定或闹钟设定	回收率	回收率参考 GB/T 18412.1-2006 至 GB/T 18412.7-2006	每制备批样品或每 20 个样品做一次

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
		衍生化过程	试剂空白加标回收率测试, 验证衍生化过程		的要求	
		旋蒸过程	1、方法要求不能蒸干的, 检验员实时查看; 2、方法要求旋蒸温度的, 用检定的温度计确认试验过程。			
		定容过程 (保证定容准确)	检定定容器; 检测员正确使用, 量取准确			
		关键耗材 (如固相萃取柱、过滤膜等) 验收	回收率测试, 合格才可使用			
		检测仪器设备的准确性	定期进行校准和核查			
15	四氯乙烯	顶空瓶密封性	操作人员测定前检查待测顶空瓶瓶盖的密封性, 封好顶空瓶盖后, 左右拧动检查是否松动。	回收率	参考 GB/T 24115-2009 回收率范围 85%~105%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
16	丙烯酰胺	关键耗材: 固相萃取柱验收	回收率测试, 合格才可使用	回收率	参考 GB/T 30166-2013 回收率范围 90%~110%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
17	全氟辛酸	关键耗材: 固相萃取柱验收	回收率测试, 合格才可使用	回收率	参考 SN/T 2842-2011, 回收率范围 78%~103%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
18	多氯联苯	旋蒸过程	方法要求不能蒸干的, 检测员实时查看;	回收率	参考 GB/T 20387-2006, 回收率范围大于 85%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		定容过程 (保证定容准确)	检定定容器; 检测员正确使用, 量取准确			
19	多环芳烃	关键耗材: 固相萃取柱验收	回收率测试, 合格才可使用	回收率	参考 GB/T 28189-2011, 回收率范围 61%~110%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		GC-MS 离子源温度设定为 350℃	含量低, 沸点高的物质全部出色谱峰			
20	邻苯基苯酚	提取液	转移完全, 尽量少的吸附在样品上	回收率	参考 GB/T 20386-2006, 回收率 85%~110%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		衍生化过程	试剂空白加标回收率测试, 验证衍生化过程			
21	氯化苯和氯化甲苯	超声温度	避免提取液二氯甲烷挥发	回收率	参考 GB/T 20384-2006, 回收率大于 85%	每制备批样品或每 20 个样品做一次

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
22	阻燃剂	标样配制	注意溶剂比例，确保混溶	回收率	参考 GB/T 24279-2009，回收率 80%~105%	每制备批样品或每 20 个样品做一次
		超声温度	避免提取液正己烷+丙酮挥发			



表 A. 4 轻纺实验室典型项目质量控制表（皮革/鞋类检测项目）

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
1	甲醛含量（分光光度法）	样品检测前应密封保存	样品采用自封袋包装	实验间比对；回收率试验，采用标准物质溶液对工作曲线进行控制。	实验室间比对，再现性限 $R=28\text{mg/kg}$ ；回收率 80%~120%。	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
		采用甲醛有证标准物质核查工作曲线	用甲醛有证标准物质溶液核查工作曲线			
		显色剂灵敏度检查	长期储存后显色剂灵敏度会稍起变化，需每星期对显色剂灵敏度作一次检查			
	甲醛含量（色谱法）	样品检测前应密封保存	样品采用自封袋包装	实验间比对；回收率试验，采用标准物质溶液对工作曲线进行控制。	再现性限 $R=40\text{ mg/kg}$ ；回收率 80%~120%（经验值）。	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
		采用甲醛有证标准物质核查工作曲线	用甲醛有证标准物质溶液核查工作曲线			
		与二硝基苯肼反应后溶液的保存	反应后溶液充分混匀，放置时间为 60min-180min			
2	可分解有害芳香胺的偶氮染料	取样原则	1、制定取样细则，定期培训 2、留样订在原始记录，流转至审核员确认是否取样正确	实验室间比对；回收率试验；阳性样品留样再测。	再现性限 $R=50\%$ ；2,4-二氨基苯甲醚回收率应大于 20%，邻甲苯胺、2,4-二氨基甲苯回收率应大于 50%，其它回收率应大于 70%； $R=10\%$ （经验值）。	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次；6 个月 1 次
		还原温度	温度 70°C （用检定的温度计确认）			
		硅藻土验收	回收率测试，合格才可使用			
		旋蒸过程	不能蒸干，检测员实时查看			
		定容过程（保证定容准确）	检定移液管、容量瓶等；检测员正确使用，准确量取			
3	有机锡化合物	溶液配制	现配现用，确保酸性汗渍萃取液 pH 值 $=5.5$ （用 pH 剂测，乙酸调整）	留样再测；标样测试	$s=\pm 10\%$	6 个月 1 次
		准确量取 2ml 正己烷	检定移液器			
4	五氯苯酚	配制准确	K_2CO_3 溶液浓度配制正确（ 0.1mol/L ）	留样再测；标样测试	$s=\pm 10\%$	6 个月 1 次
		量取准确	用检定的移液枪量取 5ml 正乙烷			
		衍生化过程	若出现混浊，需离心 3 分钟，离心速度 400 转/分钟			
		空白试验	——			

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
5	邻苯二甲酸酯	超声温度和时间	50℃超声 1h	留样再测；温度计监控超声温度；仪器检定；空白对照	$s=\pm 10\%$	6 个月 1 次
		定容准确	检定容量瓶			
		扣除试剂本身含有邻苯二甲酸酯	试剂空白实验			
6	富马酸二甲酯	超声过程	严格按标准时间进行超声	标准物质测试；回收率的测定；温度计监控超声温度；仪器检定	$s=\pm 10\%$ ；回收率 80%~120%	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
		过滤过程	用定量滤纸过滤			
		旋蒸温度	控制在 35℃左右			
7	N-亚硝基胺	试剂避光保存	用棕色容量瓶装	标样测试；	$s=\pm 10\%$	6 个月 1 次
		旋蒸温度	通常控制在 35℃左右			
		过滤过程	用甲醇活化小柱子			
8	烷基酚聚氧乙烯醚	萃取过程	准确控制超声温度和时间	仪器检定；使用经检定合格的温度计监控超声和旋转蒸发温度；使用有证标准物质制备标准曲线	$s=\pm 10\%$ ；回收率 85%~105%	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
		旋转蒸发过程	准确控制旋转蒸发的温度和压力			
		定容过程	检定移液器			
9	重金属总量	过程引入的污染（容器清洗不干净，有残渣）	先用酸液浸泡过夜，再用去离子水冲洗干净	实验室间比对；回收率试验	$s=\pm 10\%$ ；回收率 80%~115%	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
		消解是否完全	样品切割成 4mm×4mm，利于消解完全			
10	可萃取重金属	过程引入的污染（容器清洗不干净，有残渣）	先用酸液浸泡过夜，再用去离子水冲洗干净	实验室间比对；回收率试验	$s=\pm 10\%$ ；回收率 80%~115%	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次
11	皮革中六价铬	脱色剂脱色效果	回收率测试验证，要求回收率>90%	实验室间比对；留样再测；加标回收试验（空白加标和基底加标）采用质控溶液对标准工作曲线进行控制。	$s=\pm 10\%$ ；回收率>90%	6 个月 1 次；每制备批样品或每 20 个样品做一次

序号	检测项目	核心影响因素	核心因素的控制建议	主要质控方法	质控限	频次建议
12	镍释放量	释放过程	试样应全部浸入人工汗液	参考试片测试	标准测试片偏差 [0.19, 0.49]ug/cm ³ 周	6 个月 1 次
13	pH 值	保持电极稳定性	使用前校准；留样再测进行结果对比	实验间比对；人员比对	R=0.2（经验值）；R=0.1。	6 个月 1 次
		设备校准（CRM 缓冲剂）	电极校准，电极损坏不可调整，需重换新			
		是否用滤纸过滤	无需用滤纸过滤			
		调整合适振荡频率	保证样品完全润湿。			
		萃取水质量：pH 值 6~7	每天监控，用 pH 计进行测试			
		准确滴定	滴定至淡绿色			
		硫代硫酸钠浓度的准确性	使用有证标准物质或对浓度进行准确标定			
		准确滴定	组织不同人员进行比对试验			
		防止空白污染	空白试验			

附录 B：（资料性附录）

轻纺实验室质量控制方案实例

B.1 织物断裂强力：GB/T 3923.1-2013 《纺织品 织物拉伸性能 第1部分断裂强力和断裂伸长率的测定 条样法》质量控制实例

B.1.1 检测用耗材、试剂（含标准物质）的质量控制：

三级水的验收（需要时，如：湿态样品）。

B.1.2 检测人员的质量控制：

人员经过纺织基础知识培训、纺织品检测方法培训、强力类仪器设备操作培训，并经过知识和操作考核合格，操作熟练。符合CL18的专门要求。

B.1.3 环境条件的质量控制：

恒温恒湿室环境符合要求，并定期核查。

B.1.4 设备（含量值溯源）的质量控制：

设备的各项指标精度符合标准要求，包括钢尺，并且量值（强力机力值、长度，钢尺长度）可以溯源到国家基准，定期进行期间核查。应注意：夹钳宽度是否足够，夹钳面不应打滑，夹钳口不应伤及样品。

B.1.5 检测方法的质量控制：

取样方法、取样数量（包括选择参数的样品）、样品状态、样品撕边纱宽度、装夹样品的手法、预加张力、试验中滑移、钳口断裂的判断、修约等按标准规定。

B.1.6 检测结果的质量控制：

B.1.6.1 内部质量控制：通过留样再测，积累数据，制作内部质控样。

样品：精梳棉或涤/棉本色布，平纹，数量全幅宽尽可能多。

样品均匀性评价：按CNAS-GL03中4.2单因子方差分析进行评价。

检测：对样品进行留样再测，检测过程中应记录相关的要素变化（物质、环境、仪器、人员、时间），数量8次以上。

计算：① 将数量8次以上的检测数据，每次检测的平均值按GB/T 4883-2008标准7.2 格拉布斯（Grubbs）检测法判断和删除歧离值。

② 将歧离值判断合格的检测数据，按JJF1059.1-2012标准 4.3.2.5 计算标准偏差、A类不确定度。

③ 修约产生的B类不确定度：如果平均值 $<100\text{N}$ ， $u_B = 0.29\text{N}$ ； $\geq 100\text{N}$ 且 $<1000\text{N}$ ， $u_B = 2.9\text{N}$ ； $\geq 1000\text{N}$ ， $u_B = 29\text{N}$ 。如果有再计算其它因素产生的B类不确定度。

④ 按JJF1059.1-2012标准计算合成不确定度、扩展不确定度，即为该内部质控样的值和不确定度。

⑤ 定期用该质控样进行盲样检测，结果在不确定度区间内，满意；如果结果超出不确定度区间，则不满意，查找原因，整改。再进行测试，结果在不确定度区间内，再测结果满意。

⑥ 绘制质控图

B.1.6.2 外部质量控制：使用有证标准物质（CRM）和/或标准物质（RM）、能力验证、测量审核、或按ISO 13528要求进行，数量8个或以上实验室参加的比对。

B.2 纤维含量：氨纶/棉/聚酯纤维针织样品（手工分解法分离氨纶→化学分析法溶解棉、剩余聚酯纤维）质量控制实例

B.2.1 检测用物品（含标准物质）的质量控制：

称量瓶及干燥器、挑针、玻璃砂芯坩埚容量和孔径等检测器具的核查。其他的核查验收，三级水、硫酸溶液（质量分数为 75%）、稀氨水溶液的检查，夹具、手套、防护用品、真空抽滤泵的检查。

B.2.2 检测人员的质量控制：

人员经过纺织基础知识培训、纺织品检测方法培训、化学实验室知识培训、安全培训、化学类仪器设备操作培训，并经过知识和操作考核合格，操作熟练。

B.2.3 环境条件的质量控制：

符合天平环境要求、实验室通风要求、安全冲淋要求。

B.2.4 设备（含量值溯源）的质量控制：

设备的各项指标精度符合标准要求，并且量值（分析天平精度 0.0002g 或以上，恒温水浴锅保持温度（50±5）℃，烘箱保持温度（105±3）℃）可以溯源到国家基准或标准物质，定期进行期间核查。应注意：干燥器需符合要求。

B.2.5 检测方法的质量控制：

第一步：手工分解法分离氨纶——FZ/T 01095-2002 《纺织品 氨纶产品纤维含量的实验方法或 GB/T 2910.1-2009 《纺织品 化学定量分析 第 1 部分：试验通则》附录 B

取样方法、取样数量按 GB/T 10629-2009《纺织品 用于化学试验的实验样品和试样的准备》进行，手工分解、烘干、称量等操作手法的一致性按标准规定。应注意：按 FZ/T 01095-2002 手工分解法分离氨纶前后试样质量的差异应不大于 1%。

第二步：化学分析法溶解棉、剩余聚酯纤维——GB/T 2910.11-2009 《纺织品 化学定量分析 第 11 部分：纤维素纤维与聚酯纤维的混合物（硫酸法）》

试样的溶解时间（1h）、温度、振荡频率（每 10min 摇动 1 次）、真空抽滤、洗涤过程（硫酸溶液清洗、冷水连续冲洗、稀氨水中和 2 次后再用冷水洗涤）、烘干、称量等操作手法的一致性按标准规定。

B.2.6 检测过程中关键环节的控制：

手工分解法应先确认织物结构，并按织物结构、纱线循环将织物中的氨纶与棉/聚酯纤维混纺纱分离。分离过程中及分离完毕后，应注意检查氨纶中是否混有棉/聚酯纤维混纺纱线毛羽，以及棉/聚酯纤维混纺纱线中是否混有少许氨纶，如有，均需将混入的纱线毛羽或氨纶分拣归位。称量前，应确认试样已充分冷却至室温，并在尽可能短的时间内称出质量。

进行化学溶解法定量时，应先确保将各试样中需进行溶解试验的纱线全部转移至相应的具塞三角烧瓶中并编号；溶解过程中，应观察并确保纱线与溶液充分接触；溶解试验结束，应观察各三角烧瓶中残留物状态、溶液状态是否一致，并按标准要求转移三角烧瓶中的残留物、清洗三角烧瓶以及残留物。

B.2.7 检测结果的质量控制

B.2.7.1 内部质量控制：① 重复性检测，按 FZ/T 01095-2002 第 5 条或 GB/T 2910.1-2009 附录 B 采用手工分解法分离氨纶时，应按标准中规定±1%为判定区间进行控制；按 GB/T 2910.11-2009 采用化学法进行棉/聚酯纤维溶解定量时，应按标准中规定的±1%为判定区间进行控制。② 通过留样再测，积累数据，制作内部质控样（样品：氨纶/棉/聚酯纤维针织布，样品中氨纶应便于手工分解法分离，建议采用氨纶百分含量大于 3%的样品作为内部质

控样)。

B.2.7.2 外部质量控制：使用有证标准物质（CRM）和/或标准物质（RM）、能力验证、测量审核、或按 ISO 13528 要求进行，数量 8 个或以上实验室参加的比对。



B.3 色牢度：GB/T 3922-2013 《纺织品 色牢度试验 耐汗渍色牢度》质量控制实例

B.3.1 检测用物品（含标准物质）的质量控制：

① 相关试剂的验收：由合格供应商提供，包括氯化钠、L-组氨酸盐酸盐-水合物、磷酸氢二钠十二水合物等。

② 贴衬织物的验收：合格供货商提供的标准物质证书；或

必要时根据标准贴衬织物的相关国家标准要求，对单位面积质量、白度值等指标进行检测。

③ 灰卡的核查：必要时通过色度仪进行核查，根据GB/T 250-2008和GB/T 251-2008标准要求，检查灰卡每一档的色差值。

④ 缝纫线：由合格供应商提供，根据产品说明书确认缝纫线规格，必要时利用紫外灯检查荧光剂。

B.3.2 检测人员的质量控制：

人员必须是经过纺织基础知识培训、纺织品检测方法培训、色牢度类设备操作培训，并经过色牢度知识和操作考核合格，操作熟练，检测人员目光经过检查，并定期进行目光校正或统一。符合CL18的专门要求。

B.3.3 环境条件的质量控制：

评级环境符合要求，并定期核查评级箱和D65光源等。

B.3.4 设备（含量值溯源）的质量控制：

设备的各项指标、精度符合标准要求，并且量值（天平力值，恒温箱温度）可以溯源到国家基准，定期进行期间核查。试验装置的压强、pH仪经过核查。若使用仪器评级，评级仪器的核查。

B.3.5 检测方法的质量控制：

① 取样方法、样品状态：选择耐汗渍色牢度的样品区域不应有明显的各种类型的缺陷，如破损、污渍等，应该在没有影响的区域中取样。

剪取 (40 ± 2) mm $\times$ (100 ± 2) mm尺寸的试样，与标准要求的贴衬织物相接触，沿一短边缝合。制备好的样品应平整放置，避免污染和局部热源的影响。

② 试液的配置、pH值的控制：试验中所使用的酸性和碱性试液需现配现用，溶液配置后使用精度为0.1的pH计测量溶液的酸碱度，调整酸性溶液pH值至 5.5 ± 0.2 ，碱性溶液pH值至 8.0 ± 0.2 后，方可继续试验。

③ 浴比：使用精度为0.01g，经过校准的天平称量组合试样的重量，并按照1:50的浴比配置酸或碱溶液，进行试验。

B.3.6 检测结果的质量控制：

耐汗渍色牢度检测结果的质量控制包含实验室内部的留样再测、人员比对和外部的能力验证和测量审核，检测结果按 ± 0.5 级为判定区间进行控制。

B.3.6.1 内部质量控制：

留样再测：样品耐汗渍色牢度检测后，记录检测结果并留样，留样做好标识。一段时间后，同一检测人员对该样品再进行耐汗渍色牢度的检测，记录检测结果。比较两次检测结果差异，检测结果按 ± 0.5 级为判定区间进行控制。

留样再测实施频次为每季度一次。

人员比对：

① 样品的制备：随机抽取一块被测样品，比对中提供给检测人员的样品应保证重复性

检测中所判别出的任何极端结果均不能归因于被测物品间存在的差异。

② 方法：2名检测人员对随机抽取的被测样品在同一环境下进行耐汗渍色牢度试验，并记录检测结果，检测结果按 ± 0.5 级为判定区间进行控制。

人员比对实施频次为每六个月一次。

B.3.6.2 外部质量控制：

能力验证或测量审核实施周期每年1次。



B.4 纺织品禁用偶氮染料的测定：GB/T 17592-2011 《纺织品禁用偶氮染料的测定》质量控制实例

B.4.1 检测用物品（含标准物质）的质量控制：

① 相关试剂的验收：由合格供应商处采购，包括连二亚硫酸钠、乙醚等试剂。乙醚或叔丁基甲醚应核查有机溶剂的入库记录，查看生产日期，并确认乙醚是否经过重蒸馏。连二亚硫酸钠应检查有无结块和严重变黄等现象。

② 提取柱验收：每批提取柱进行验收，应包括外观、加标试验验收。外观验收，合适的硅藻土柱应当是颗粒、色泽、形状均匀，无明显杂质，柱内填装均衡，没有裂缝。验收测试，测试结果符合相关相求，其中 2,4-二氨基苯甲醚（CAS: 615-05-4）不低于 20%；邻甲苯胺（CAS:95-53-4）和 2,4-二氨基甲苯（CAS:95-80-7）不低于 50%；GB/T 17592-2011 的其它可检测的芳香胺化合物不低于 70%。

③ 标准物质：由合格供应商处采购，每批混标需要与前一一批的混标进行峰面积比较，峰面积偏差不超过平均值的5%。定期进行标准物质期间核查，期间核查内容应至少包括有效期、外观、有效浓度、存放条件、存放温度等。

B.4.2 检测人员的质量控制：

人员必须是经过化学应知应会培训、化学检测能力培训、大型仪器设备操作培训，并经过偶氮染料检测知识和操作考验合格，操作熟练。符合CL10的专门要求。

B.4.3 环境条件的质量控制：

符合天平环境要求、实验室通风要求。

B.4.4 设备（含量值溯源）的质量控制：

天平、水浴振荡器、旋转蒸发仪等设备的各项指标精度符合标准要求，并且量值可以溯源到国家基准，定期进行期间核查。

气质联用仪和液相色谱仪定期使用偶氮染料标准物质进行核查。标准物质重现性小于等于2.5%。检出限浓度标准物质可以明显分离和识别。色谱图无明显杂峰、拖尾峰、前置峰等。

B.4.5 检测方法的质量控制：

① 取样方法、样品状态：

a 对于均匀材质的产品，均匀颜色或类似效果的产品，试验的取样无特别要求；对于由纤维或颜色不同的多组件组成的纺织产品，则单独对每一个组件分别检测。

b 有花型图案（包括印花和色织）的产品，原则上不将其中的某个色块作为独立的组件进行检测，一般按下列方法取样：对于有规律的小花型，取至少一个循环图案或数个循环图案，剪碎后混合；对于循环较大或无规则的花型，尽可能按主体色相的比例取样，剪碎后混合；对于白地的局部印花、独立印花及分散花型，取样应包括该图案中的主体色相，当图案很小时宜从多个样品上剪取后合为一个试样。如果这些局部花或分散花色相不同，则宜分别取样检测。

② 连二亚硫酸溶液的配制，浓度符合标准要求。

③ 柠檬酸钠缓冲溶液pH值的控制，试验中所使用的柠檬酸钠缓冲溶液需现配现用，溶液配置后使用精度为0.1的pH计测量溶液的酸碱度，调整酸性溶液pH值至 6.0 ± 0.2 。

④ 旋转蒸发仪的温度和压力在测试前须进行核查，符合标准要求的旋转蒸发仪温度不超过 40°C ，真空度不超过300mbar。使用中样品不能蒸干。

B.4.6 检测结果的质量控制：

偶氮染料检测结果的质量控制包含实验室内部的空白试验、加标回收、留样再测、外部

的能力验证和测量审核。

B.4.6.1 内部质量控制：

① 试剂空白试验

试剂空白一般每一制备批样品或每 20 个样品做一次，样品的检测结果应消除空白造成的影响。试剂空白试验中不应检出芳香胺类化合物，且不存在干扰性物质。

② 加标回收

加标回收试验应在分析样品前进行，基体加标应至少每制备批样品或每个基体类型或每 20 个样品做一次，且添加物种类为较为常见的待测物质中的一种或几种，添加物浓度应在 20mg/kg 和实验室以往检测该类物质的实际样品浓度之间。

加标回收率结果参照 EN 14362 的相关要求。

③ 实验室质量控制样品

实验室质量控制样品 (LCS) 可每一制备批样品或每 20 个样品做一次。该样品为实验室自制、购买或以往检测出含有可分解芳香胺染料的样品，其测定结果可建立质量控制图进行分析评价。实验室质量控制样品的质控限为该样品的指示值和控制限。

④ 人员比对：

使用实验室质量控制样品 (LCS) 进行每3个月进行1次，结果应不超过测试平均值的10%（气质联用仪）或5%（液相色谱仪）。

⑤ 检出限质量控制

每1个月配制5mg/kg的混合标准物质溶液进行加标回收试验，回收率结果满足EN 14362 的相关要求。

⑥ 判定限质量控制

每1个月配制20mg/kg的混合标准物质溶液进行加标回收试验，回收率结果满足EN 14362 的相关要求。判定限质量控制可与检出限质量控制交替进行。

B.4.6.2 外部质量控制：

能力验证或测量审核实施周期每年 1 次；

当无法获得能力验证时，应每年内开展一次实验室间比对，比对结果的评价可参照 GB/T 27043-2012 附录 B 的要求。

B.5 皮革耐磨：GB/T 26703-2011 《皮鞋跟面耐磨性能试验方法 旋转辊筒式磨耗机法》和/或GB/T 9867-2008 《硫化橡胶或热塑性橡胶耐磨性能的测定(旋转辊筒式磨耗机法)》质量控制实例

B.5.1 检测用物品（含标准物质）的质量控制：

砂布、标准参考胶、毛刷的验收。

B.5.2 检测人员的质量控制：

人员经过皮革鞋类基础知识培训、皮革鞋类检测方法培训、相应设备操作培训，并经过知识和操作考核合格，操作熟练。

B.5.3 环境条件的质量控制：

恒温恒湿室环境符合要求，并定期核查。

B.5.4 设备（含量值溯源）的质量控制：

设备的各项指标精度符合标准要求，包括钢尺，并且量值（天平力值、钢尺长度）可以溯源到国家基准，定期进行期间核查。磨耗机转速、试样的压力、旋转裁刀转速应经过核查。

B.5.5 检测方法的质量控制：

取样方法、取样数量、操作、修约等按标准规定。

B.5.6 检测结果的质量控制：

B.5.6.1 内部质量控制：

重复性检测，按GB/T 9867-2008标准中实验室内精密度进行控制。

以实验室常用1号标准胶为例，试验胶采用NR(实验室可根据实际情况选择)：

试验人员在相同条件下，独立进行三次测试，绝对重复性 $r \leq 23.2$ ，相对重复性（r） ≤ 14.5 。

B.5.6.2 外部质量控制：

当可获得能力验证时，则建议按照物理领域2年1次，化学领域1年1次的频次。

当无法获得能力验证时，可选择与3家及以上数量的实验室进行比对。按GB/T 9867-2008标准中实验室间精密度进行控制。例如实验室常用1号标准胶，试验胶采用NR(实验室可根据实际情况选择)。3家及以上数量的实验室独立进行测试，绝对再现性 $r \leq 30.4$ ，相对再现性（r） ≤ 19.0 。

参考文献

- [1] CNAS-GL02 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》
- [2] CNAS-GL03 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》
- [3] GB/T 4883-2008 《数据的统计处理和解释 正态样本离群值的判断和处理》
- [4] GB/T 6379.1-2004 《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分 总则与定义》
- [5] GB/T 32467-2015 《化学分析方法验证确认和内部质量控制 术语及定义》
- [6] ISO 13528-2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- [7] ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers
- [8] ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment-General requirements for proficiency testing

