



CNAS-GLXX

测量设备期间核查的方法指南

Guide on intermediate checks for measuring equipment

（征求意见稿）

中国合格评定国家认可委员会

目 录

前 言	3
1 范围	4
2 规范性引用文件	4
3 术语和定义	4
4 设备期间核查的一般要求	5
5 设备和期间核查的分类	6
6 设备功能的期间核查	7
7 设备计量特性期间核查的总体要求	8
8 设备计量特性期间核查的方法	12
附录 A（资料性目录）纺织品断裂强力和断裂伸长率（条样法）对夹持系统的期间核查方法	18
附录 B（资料性目录）质量比较仪的期间核查方法	19
附录 C（资料性目录）标准测力仪的期间核查方法	22

前 言

本文件根据 GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》对测量设备期间核查的要求制定。

本文件包含测量设备期间核查的定义、范围、核查方法、结果判定及处理措施、期间核查的应用示例，供（检测和校准）实验室、检验机构、标准物质生产者、能力验证提供者、医学实验室等机构确定和实施测量设备期间核查时参考使用，也为评审员加强对测量设备期间核查要求的理解、统一评审尺度、提高评审质量提供参考。

测量设备期间核查的方法指南

1 范围

本文件给出了测量设备（简称设备）期间核查的方法。

本文件适用于机构策划和实施其测量设备的期间核查。

注：机构指检测和校准实验室、检验机构、标准物质生产者、能力验证提供者、医学实验室等。

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（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

JJF 1001 通用计量术语及定义

ISO/IEC 指南 99 国际计量学词汇—基本和通用概念及相关术语

3 术语和定义

JJF 1001 和 ISO/IEC 指南 99 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用，以下重复列出了 JJF 1001 中的部分术语和定义。

3.1 核查 checks

按照规定程序验证设备的功能或计量特性能否满足规范或规定要求而进行的操作。

3.2 期间核查 intermediate checks

设备在使用过程中或在相邻两次校准（或检定）之间，按照规定程序验证其功能或计量特性能否持续满足规范或规定要求而进行的操作。

3.3 核查对象 equipment checked

被核查的测量设备。

3.4 最大允许测量误差（MPE） maximum permissible measurement errors

简称最大允许误差（maximum permissible errors），又称误差限（limit of error）

对给定的测量、测量仪器或测量系统，由规范或规程所允许的，相对于已知参考量值的测量误差的极限值。

[JJF 1001—2011，定义 7.27]

3.5 核查装置 check device

用于日常验证测量仪器或测量系统性能的装置。

注：有时也称核查标准。

[JJF 1001—2011, 定义 8.10]

3.6 检出限 **detection limit, limit of detection (LOD)**

由给定测量程序获得的测得的量值，其对物质中不存在某种成分的误判概率为 β ，对物质中存在某种成分的误判概率为 α 。

注 1：国际理论化学和应用化学联合会（IUPAC）推荐 α 和 β 的默认值为 0.05。

注 2：检出限通常分为方法检出限和仪器检出限；

注 3：不要用术语“灵敏度”表述“检出限”。

[JJF 1001—2011, 定义 7.18]

4 设备期间核查的一般要求

4.1 期间核查适用于所有设备，但不是所有设备均需要进行期间核查，确定设备是否需要期间核查至少需考虑以下因素：

- a) 设备校准周期；
- b) 历次校准结果及变化趋势；
- c) 质量控制结果；
- d) 设备使用的范围（或参数）、使用频率、使用环境和稳定性；
- e) 设备维护保养情况；
- f) 机构是否具备实施期间核查的资源或配置期间核查资源的成本；
- g) 测量结果的用途及风险。

4.2 对于实施期间核查的设备，机构应根据（检测/校准）方法对设备的要求确定核查内容、核查方法、结果判定等内容。

4.3 机构应对期间核查做出文件化规定，至少包括以下内容：

- a) 实施期间核查设备的范围；
- b) 期间核查的作业指导文件；
- c) 实施期间核查活动相关人员的职责和要求；
- d) 期间核查结果的判定及处理。

4.4 作业指导文件的内容应明确具体，便于操作人员理解和实施，通常应包括以下内容：

- a) 核查设备，包括设备的名称和唯一性编号等信息；
- b) 核查内容（功能或计量特性）；
- c) 核查标准，包括名称、唯一性编号、计量特性（如参考值和测量不确定度）等信息；
- d) 核查时的环境条件及要求，应确保核查的环境条件不对核查结果的有效性产生影响；

- e) 核查步骤（或方法）；
- f) 核查频次；
- g) 核查记录表格；
- h) 核查结果的判定方法；
- i) 针对核查结果的应对措施。

4.5 必要时，期间核查作业指导文件在发布实施前，机构应对其可行性和有效性进行验证，验证的方式如人员比对、方法比对等。

4.6 期间核查的记录应准确、原始、完整，具有可追溯性，至少具备以下要求：

- a) 准确性：使用规范的术语、数据和单位；
- b) 原始性：记录实时、直接观察或读取的数据；
- c) 完整性：记录应包含足量的信息，如核查对象、核查项目、环境条件、核查地点、核查数据及处理结果、核查结果判定方法及判定结果、核查人员、核查日期等信息。

5 设备和期间核查的分类

5.1 按照设备验证的内容和方式分类

5.1.1 设备在投入使用前，机构应按照（检测/校准）方法的要求对其进行符合性验证，验证的内容包括功能或计量特性验证的方法包括校准和核查两种方式。按照方法对设备功能或计量特性的不同要求，对设备采取不同的验证方式，据此可将设备分为以下 3 类：

a) 第 1 类设备：方法对设备无量值要求、设备无法校准，但设备功能的正常性影响测量结果的有效性。该类设备的验证采用核查的方式，核查其功能是否符合方法的要求，期间核查的方法与设备投入使用前的核查方法相同，是设备在使用过程中的再核查。

b) 第 2 类设备：方法对设备有量值要求、设备无需校准，但设备的计量特性影响测量结果有效性。该类设备的验证同样采用核查的方式，核查其计量特性是否符合方法的要求，期间核查的方法与投入使用前的核查方法也相同，也是设备在使用过程中的再核查。

c) 第 3 类设备：方法对设备有量值要求、且设备需要校准（如 GB/T 27025 6.4.6 所列的设备），该类设备的验证采用校准的方式，验证其计量特性是否符合方法的要求，适用时，机构应在设备相邻的两次校准/检定之间对其进行期间核查。

5.1.2 设备的分类、验证和期间核查如图 1 所示。

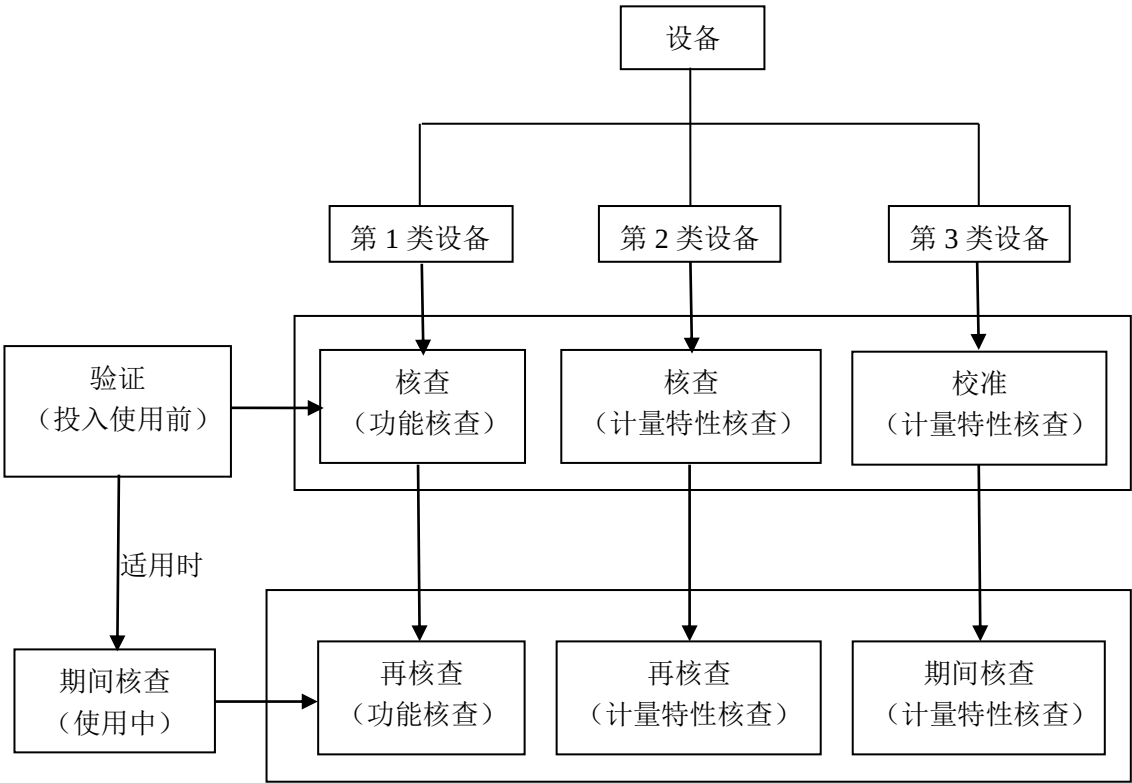


图 1 设备的分类、验证和期间核查关系图

5.2 按照设备核查的内容分类

根据核查内容的不同，期间核查可分为“测量功能的期间核查”和“计量特性的期间核查”两类；“计量特性的期间核查”可进一步分为“准确性（或（示值）误差）的期间核查”和“其它计量性能的期间核查”，也可分为“需校准设备的计量特性期间核查”和“无需校准设备的计量特性期间核查”（期间核查的分类见图 2）。

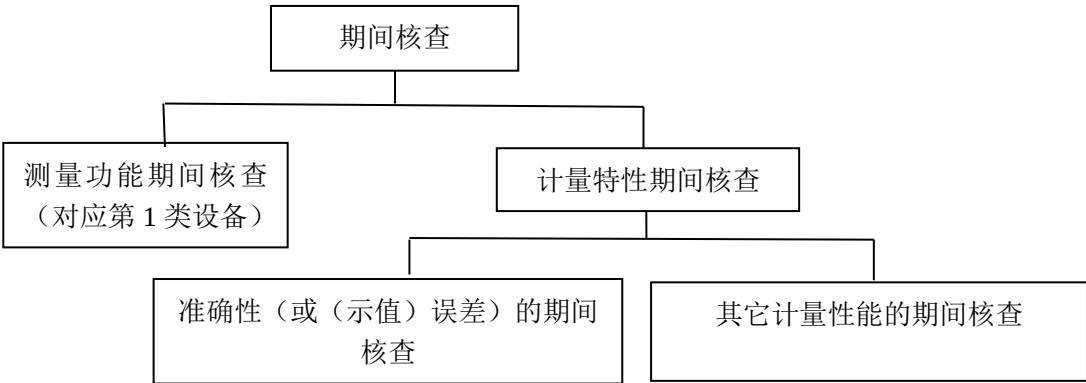


图 2 期间核查的分类

6 设备功能的期间核查

6.1 核查范围

第1类设备实施功能的期间核查。对于（检测/校准）方法对其功能有要求、且功能正常性影响测量结果的设备，在使用过程中，机构应对该类设备实施期间核查以验证其功能是否

持续满足要求。

6.2 核查标准

机构根据核查要求选择合适的核查标准,通过核查即可验证设备的功能是否满足方法要求。该核查标准不一定是测量仪器,也可能是其他无计量特性(如准确度、稳定性、灵敏度等)的设备。

6.3 核查方法

根据以下不同情况,机构制定设备功能的期间核查方法:

- a) (检测/校准)方法有核查方法的,机构应参照其规定制定核查方法;
- b) (检测/校准)方法无核查方法的,机构可根据被核查设备的工作原理自行制定

方法,必要时,制定的方法应先进行有效性确认,然后再批准使用。

6.4 核查频次

设备功能期间核查的频次可根据以下不同情况分别确定:

- a) (检测/校准)方法对核查频次有规定的设备按照方法规定的频次执行;
- b) 对功能异常可及时发现的设备,在发生异常情况时核查;
- c) 其他设备可根据核查对象的稳定性、使用寿命、核查成本及风险定期核查,如每3个月核查1次。

6.5 案例分析

纺织品断裂强力和断裂伸长率(条样法)的测试中,夹钳是否平整平行对测量结果有重要影响。ASTM D 5035-11对夹钳功能的核查有明确要求。机构应按标准方法对夹钳实施期间核查(示例见附录A)。

7 设备计量特性期间核查的总体要求

7.1 适用范围

计量特性期间核查适用于第2类设备和第3类设备:

a) 第2类设备的期间核查适用于无计量溯源性要求、但有计量特性要求、在测量过程中起辅助作用、对测量结果的不确定度贡献不大(如对测量结果的不确定度贡献不大于10%)的设备。

b) 第3类设备的期间核查通常不是强制要求,机构可根据资源条件和风险决定是否对其进行核查。

注:对于(检测/校准)方法只对其部分计量特性有要求的第2类设备,机构只需验证设备对应的计量特性与方法要求的符合性即可,而不需要校准设备所有的计量特性;通常该类核查是对核查对象部分参数

具有针对性的核查，因此可以保证设备在做好验证的基础上最大程度地节约成本。

例如，根据 JJG99—2006《砝码检定规程》对砝码校准的配套设备——质量比较仪的要求，砝码校准的标准器为准确度等级更高的标准砝码。质量比较仪在砝码校准中是提供一个分辨力（JJF 1326《质量比较仪校准规范》的术语为实际分度值 d ）高、重复性好、（被校砝码和标准砝码的）质量差的误差在可接受范围内（但 JJF 1326 未做出明确规定）的“传递媒介”，而对被校砝码质量的称量误差无实质性要求。因此，机构可只对质量比较仪重复性进行期间核查（示例见附录 B）。

7.2 核查范围

7.2.1 在确定核查范围时，以下设备不需要进行期间核查：

a) 第 3 类设备中历次校准结果（或稳定性核查结果）表明稳定性好、校准结果的最大误差远小于最大允许误差（如示值误差位于“中心线”附近）的设备；

b) 第 3 类设备中不具备实施期间核查条件的设备，如无法获得有效的核查标准、核查标准的配置成本过高等；

c) 在有效期内，正常存储的有证标准物质通常不需要进行期间核查，除非有信息表明其可能被污染或变质；

7.2.2（条件具备的情况下）在确定设备的期间核查范围时，机构宜重点考虑以下设备：

a) 第 2 类设备；

b) 校准周期较长的设备；

c) 使用频繁的设备；

d) 历次校准结果波动较大或临近最大允许误差的设备；

e) 新购的不了解其计量特性及变化的设备；

f) 使用或存储环境（振动、高湿等）恶劣或发生过剧烈变化的设备；

g) 主要和重要设备（计量基准、标准等）；

h) 稳定性差（易漂移、易老化等）且使用频繁的设备；

i) 经常携带到客户现场或脱离机构管理控制的设备；

j) 使用中易受损、数据易变或有可疑现象发生的设备；

k) 使用寿命临近到期的设备；

l) 准确度要求较高的关键设备；

m) 对测量结果有重要价值和重大影响（如较大风险等）的设备；

n)（检测/校准）方法对核查有规定的设备；

o) 使用前对核查有要求的设备，如电感耦合等离子体质谱仪开机对其灵敏度和稳定性的

核查。

7.3 核查频次

机构应根据（检测/校准）方法的要求、设备的计量特性、设备的使用情况、用途及风险等因素确定合理的核查频次。

7.3.1 不定期核查

7.3.1.1 适用时，机构可对以下设备进行不定期期间核查：

- a) （校准/检测）方法对核查有明确要求的设备，如每次试验前需对设备进行核查；
- b) 用于非常重要场合的设备，如具有较高准确度的测量、测量可靠性要求高的测量、风险较大的测量所用的设备，使用前进行核查；
- c) 离开固定场所去客户现场进行试验的设备，使用前进行核查；
- d) 脱离控制返回机构的设备，应及时核查；
- e) 因错误操作、过载、工作中突然断电、死机等非预期使用情况的设备，应及时核查；
- f) 大型仪器或高精密度设备使用的环境条件（温湿度、振动等）发生较大变化时，应及时核查；
- g) 发生碰撞、跌落、电压冲击等意外情况的设备，应及时核查；
- h) 使用中对其性能产生怀疑的设备，应及时核查；
- i) 试验前或试验中对其性能产生怀疑的设备，应及时核查。

7.3.1.2 不定期期间核查主要根据（校准/检测）方法对设备的核查要求、设备的使用情况、用途及管理要求来确定核查频次，该类核查具有一定的针对性和灵活性。

7.3.2 定期核查

7.3.2.1 定期期间核查的频次应根据设备的使用情况和经验确定，机构应重点对校准周期长、使用频率较高、稳定性差的设备按照固定的时间间隔进行定期核查。

7.3.2.2 若设备的计量性能稳定，日常维护及时有效，设备对测量结果测量不确定度的贡献小，可降低核查频次，反之应提高核查频次。

7.3.2.3 对于需要校准/检定的设备，在校准周期内应至少进行 1 次期间核查，若核查实施的难度小、成本低，宜适当增加核查频次。

7.4 核查标准

7.4.1 特点

7.4.1.1 通常情况下，作为计量特性期间核查的核查标准应具有良好的稳定性和重复性，只有其性能稳定，核查结果的判定和据此做出的决定才可靠。

7.4.1.2 若核查标准是仪表还应具有足够的分辨力或分度值。核查标准不一定必须经过校准，若核查标准只是作为稳定的“中间媒介物”传递量值时，不需要通过校准获得参考值。

7.4.2 核查标准的选择

根据不同设备性能特点的差异，可选择以下设备作为核查标准：

a) 准确度（或不确定度）优于或相当于核查对象的设备，如可对核查对象进行校准的校准器；

b) 具有良好稳定性的被测样品或实物量具，如量块、标准砝码、硬度块、标准电阻、标准热电偶等设备；

c) 具有良好稳定性、重复性和足够分辨力的设备（不要求其准确度高）；

d) 有证标准物质，附有权威机构（如符合ISO 17034和ISO指南35的机构）发布的具有参考值 and 不确定度证书的标准物质，如有证的邻苯二甲酸氢钾pH标准物质、中国一级标准海水、可见光区透射比标准滤光片等。

7.4.3 参考值的确定

7.4.3.1 机构通常可采用以下两种方法确定核查标准的参考值：

a) 从溯源证书或其它证书（如标准物质证书）获得核查标准的参考值 x_s 。

b) 核查标准的参考值 x_s 未知时，可用下面赋值的方法获得核查标准的参考值 x_s ：

1) 核查设备经校准返回机构后，立即使用核查标准对其进行核查：

2) 在相同条件（包含测量程序、操作人员、环境条件、地点等）下，短时间内重复测量 n 次（通常 $n \geq 10$ ，重复性好的情况可适当减少重复测量次数），测得值分别为 $x_1, x_2, \dots, x_n$ ，其算数平均值 $\bar{x}_0$ 用公式（1）计算：

$$\bar{x}_0 = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} \quad (1)$$

通过公式（2）确定核查标准的参考值 x_s ：

$$x_s = \bar{x}_0 - \delta \quad (2)$$

式中：

δ ——（校准证书中）核查设备核查点的误差。

7.4.3.2 校准后立即对核查对象进行核查是为了将校准确定的量值赋予核查标准，尽可能减少核查对象因性能变化所带来的影响；进行 m 次重复核查是为了尽可能减小人员、环境条件、

核查标准等随机因素的影响。

7.4.4 管理和使用

7.4.4.1 应妥善使用、存储、清洁、维护和保养核查标准，保持其量值稳定。稳定的核查标准是确保核查结果有效、做出可靠符合性判定的前提。

7.4.4.2 为避免核查标准发生计量性能变化或退化，其存储的环境条件应满足要求，如温度、湿度、电磁场、振动、光辐射等。通常情况下，核查标准的存储环境条件应优于或与核查对象的存储环境相当。

7.4.4.3 若核查标准为标准物质，除了其存储环境应满足要求，还应在有效期内使用。尽量使用同一批次和标号的标准物质以减少因不同批次标准物质之间的差异带来的影响。

7.4.4.4 资源允许时，为保证核查标准的稳定性，除用于期间核查活动外应尽量避免核查标准用于和期间核查无关其它的活动。当对核查标准稳定性及核查结果的有效性产生怀疑时应及时重新评估其适用性。

8 设备计量特性期间核查的方法

8.1 准确性（或（示值）误差）的期间核查

8.1.1 核查标准法

8.1.1.1 核查标准的参考值已知情况

a) 机构已配置稳定性好、参考值 x_s 已知、核查对象可对其进行测量的设备，可将该设备作为核查标准进行核查，方法如下：

1) 核查对象经校准或定值后，机构根据核查对象的稳定性定期（如2个月、3个月等）利用核查标准对其进行核查；

2) 短时间内重复测量 n 次，用公式 (1) 得到算数平均值 $\bar{x}$ ，方法参照 7.4.3.1 b) 的步骤 2)；

3) 核查点的（示值）误差 δ 用公式 (3) 计算：

$$\delta = \bar{x} - x_s \quad (3)$$

b) 若机构本身具备核查对象的校准能力，可将校准所用的设备作为核查标准进行核查。核查点可以选择校准证书中误差最大的测量点及常用的测量点（示例见附录 C）。

8.1.1.2 核查标准的参考值未知的情况

机构已配置稳定性好、参考值未知、核查对象可对其进行测量的设备（如砝码、量块等稳定性好的设备），可将其作为核查标准进行核查，方法如下：

a) 从核查对象的校准证书获取核查点 x 的（示值）误差 e ；

b) 核查对象经校准返回机构后，在规定条件（校准对环境的要求）下立即用核查对象对

核查标准重复测量 n 次，用公式（1）得到算数平均值 $\bar{x}_0$ ，用公式（2）得到核查标准的参考值 x_s ，方法参照 7.4.3.1 b) 的步骤 2)；

c) 根据核查对象的稳定性定期对其进行核查，在规定的条件下，每次进行 n 次重复测量，其中第 j 次核查结果的算数平均值为 $\bar{x}_j$ ，核查点的（示值）误差 δ 用公式（4）计算。

$$\delta = \bar{x}_j - x_s = \bar{x}_j - \bar{x}_0 + e \quad (4)$$

8.1.1.3 核查时，机构可以计算设定控制限值和警戒值，对核查结果进行分析判定。机构也可采用控制图观察核查结果的变化趋势，但操作实施比较复杂。

8.1.2 符合性判定及处理

8.1.2.1 期间核查结果的符合性判定应以（检测/校准）方法的要求为判据，判据用最大允许误差 MPE 表示，则最大允许误差的绝对值 $|MPE|$ 用公式（5）确定。

$$|MPE| = |MPE_{\text{方法}}| \quad (5)$$

式中：

$MPE_{\text{方法}}$ ——（检测/校准）方法规定核查对象在核查点的最大允许误差，假设 $MPE_{\text{方法}}$

关于零点对称；

8.1.2.2 若核查点不是校准证书误差最大的测量点，机构在判定核查的判据时应做加严处理。需考虑测量不确定度时，应对公式（5）针对不确定度的影响进行修正。此外，机构也可实际需求及风险对公式（5）进行适当修正，如取 $|MPE| = 0.8|MPE_{\text{方法}}|$ 。

8.1.2.3 机构应根据核查结果及判据进行符合性判定，必要时采取相应措施：

- a) 若核查结果的（示值）误差 δ 未超出最大允许误差 MPE ，则核查通过；
- b) 若核查结果的（示值）误差 δ 接近最大允许误差 MPE ，应加大核查频次或采取其它有效措施（必要时进行再校准）对其性能做进一步验证以规避风险；
- c) 若核查结果的（示值）误差 δ 超出最大允许误差，应立刻停止使用；必要时，及时进行再校准进一步确定其计量性能，分析原因，并追溯出具报告的有效性可能受到影响的结果，采取相应的补救措施。

8.1.2.4 机构广泛采用 E_n 值进行期间核查结果的判定，方法如下：

- a) 核查对象经校准返回机构后，立即用核查标准对其进行核查得到 x_0 及测量不确定度 U_0 ；
- b) 经过一段时间后，用同样的方法再次核查得到 x_1 及测量不确定度 U_1 ，则 E_n 值用公式（6）确定。

$$E_n = \frac{x_1 - x_0}{\sqrt{U_1^2 + U_0^2}} \quad (6)$$

1)若 $|E_n| \leq 1$ ，核查通过；

2)若 $|E_n| > 1$ ，则核查不通过。

8.1.2.5 采用 E_n 进行核查结果的符合性判定只能对设备在一定时间阶段的稳定性做出评判，但未考虑方法对设备的要求。该方法通常不会因设备不满足要求而做出符合的误判，但经常会导致设备符合要求时做出不符合的判定。因此，采用 E_n 进行期间核查符合性判定缺少针对性，且易产生误判，不推荐机构使用该方法进行判定。

8.1.3 设备比对法

若无法获得合适的核查标准，但机构有准确度相当的同类 n ($n \geq 3$) 台（套）设备，在短时间内可以用这几台设备对同一被测对象（或设备）进行测量来核查设备的准确性，测量重复性应满足规定要求，其核查方法如下：

a)用核查对象对选定的被测对象进行测量，重复测量 n 次得到算数平均值 y_1 及测量测量不确定度 U_1 ；

b)在短期内、相同条件（包括操作人员、环境条件、操作步骤等）下，用其它设备分别对该被测对象独立重复测量 n 次，得到对应的算数平均值分别为 $y_2, y_3, \dots, y_n$ ，用公式（7）计算得到 $y_1, y_2, y_3, \dots, y_n$ 的算数平均值 $\bar{y}$ ：

$$\bar{y} = \frac{1}{n}(y_1 + y_2 + \dots + y_n) \quad (7)$$

c)若式（8）成立，则核查通过：

$$|y_1 - \bar{y}| \leq \sqrt{\frac{n-1}{n}} U_1 \quad (8)$$

8.1.4 临界值评定法

a)实验已配置参考值为 μ_0 的核查标准，核查对象对核查标准测量的重复性标准差为 σ_r 和复现性标准差为 σ_R ，则可采用临界值（CD值）评定法。

b)根据GB/T 6379.6/ISO 5725-6《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第6部分：准确度值的实际应用》，在重复性条件下，机构 n 次测量结果的算术平均值为 $\bar{y}$ 。在95%包含概率下， $|\bar{y} - \mu_0|$ 的临界差由公式（9）确定：

$$CD_{0.95} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(2.8\sigma_R)^2 - (2.8\sigma_r)^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)} \quad (9)$$

- 1) 若 $|\bar{y} - \mu_0| \leq CD_{0.95}$ ，则核查通过；
- 2) 若 $|\bar{y} - \mu_0| > CD_{0.95}$ ，则核查结果可疑，机构应采取措施，进一步验证设备的计量特性。

8.2 其它计量特性的期间核查

8.2.1 稳定性核查

8.2.1.1 设备的稳定性是设备保持其计量特性随时间恒定的能力，核查设备的稳定性可有效控制和降低风险。稳定性核查要求机构配置稳定性更好的设备（与核查对象相比）作为核查标准，机构根据自身情况可对准确度等级较高的计量标准、风险较大的设备、特殊用途（如航空、军工等）的设备进行稳定性核查。

8.2.1.2 设备校准后立即或定期（如3个月、6个月等）使用核查标准对核查对象进行核查，重复测量 n 次（通常 $n \geq 10$ ，重复性好的情况可适当减少重复测量次数）计算得到其算数平均值 $\bar{X}$ ，若在一段时间内（如校准周期内）核查了 m 次，则这段时间内核查对象的稳定性 S 可用公式（10）计算：

$$S = \bar{X}_{\max} - \bar{X}_{\min} \quad (10)$$

其中：

$\bar{X}_{\max}$ 、 $\bar{X}_{\min}$ ——分别为这段时间内核查结果的最大值和最小值。

8.2.1.3 稳定性核查结果的判定：

- a) 若（检测/校准）方法对核查对象的稳定性有规定，则按照其规定进行判定；
- b) 若（检测/校准）方法对核查对象的稳定性无规定：
 - 1) 若使用核查对象的标称值或示值，则其稳定性应小于最大允许误差；
 - 2) 若核查对象需要加修正值使用，则其稳定性应小于修正值的扩展不确定度。

8.2.2 重复性核查

8.2.2.1 重复性核查是指在重复性测量条件下，用核查对象对被测对象重复测量所得的示值或测得值之间的一致程度。

8.2.2.2 通常用重复性测量条件下所得结果的分散性定量表示，即用单次测量结果 y_i 的实验标准偏差 $s(y_i)$ 来表示，方法如下：

- a) 在重复性条件下，用核查对象对常规被测对象进行 n 次独立的重复测量，得到的测量

结果为 y_i ($i=1, 2, \dots, n$)，其重复性 $s(y_i)$ 用公式 (11) 计算：

$$s(y_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}} \quad (11)$$

式中：

$\bar{y}$ —— n 次测量结果的算数平均值。

b) 重复性测量应包括相同的操作地点、测量程序、操作人员、测量设备及短时间内完成等要求。实际工作中，大部分检测/校准结果的不确定度都是采用预评的方式，而不是在每次试验后都进行测量结果不确定的评定，因此要求机构在不确定度预评时的重复性分量应尽可能覆盖日常工作可能遇到的情况。所以被测对象应选择“常规被测对象”（即日常被校准/检测的对象）。

8.2.2.3 重复性核查的判定或应用：

a) 若（检测/校准）方法对测量重复性有规定，按照其规定进行判定；

b) 应将重复性核查结果用于不确定度评定，并应定期进行重复性核查以验证其能否持续满足方法要求。

8.2.3 灵敏度

8.2.3.1 灵敏度是设备的示值变化除以相应的被测量值变化所得的商。对于被核查的测量设备，在规定的某激励值上通过一个小的激励变化 Δx ，得到相应的相应变化 Δy ，则设备在该激励值时的灵敏度 S 见公式 (12)：

$$S = \frac{\Delta y}{\Delta x} \quad (12)$$

8.2.3.2 对于理想的线性测量设备，其灵敏度 S 应为常数。

8.2.3.3 设备灵敏度的核查结果应满足（检测/校准）方法的要求。

8.2.4 漂移

8.2.4.1 漂移是设备计量特性的变化引起的示值在一段时间内的连续或增量的变化，漂移与被测量的变化无关，也与任何已知影响量的变化无关。

8.2.4.2 设备漂移的核查结果应满足（检测/校准）方法的要求（如 JJG 875《数字压力计检定规程》对“零位漂移”有以下规定：零位漂移在 1h 内不得大于最大允许误差绝对值的 1/2）。

8.2.5 检出限

检出限（LOD）通常分为仪器检出限（Instrumental Detection Limit, IDL）和方法检出限

（Method Detection Limit, MDL），下面主要介绍仪器检出限。机构可根据设备的校准规范或下列方式确定仪器检出限：

a) 空白标准偏差法

1) 通过分析试剂空白或加入最低可接受浓度的溶液试剂空白来确定 LOD。独立测试的次数应不少于 10 次（ $n \geq 10$ ），计算出检测结果的标准偏差 s ，计算方法参见表 1。

表 1 定量检测中 LOD 的表示方法

试验方法	LOD 的表示方法
1) 样品空白独立测试 10 次*	样品空白平均值+3s（只适用于标准偏差值非零时）
2) 加入最低可接受浓度的样品空白独立测试 10 次*	0+3s
3) 加入最低可接受浓度的样品空白独立测试 10 次	样品空白值+4.65 s（此模型来自假设检验）

*：仅当空白中干扰物质的信号值高于样品空白值的3s的概率远小于1%时适用。

注1：“最低可接受浓度”为在所得不确定度可接受的情况下所加入的最低浓度；

注2：假设实际检测中样品和空白应分别测定，且通过样品浓度扣减空白信号对应的浓度进行空白校正。

2) 样品空白值的平均值和标准偏差均受样品基质影响，因此最低检出限因受样品基质种类的影响而不同。如果利用此条件进行符合性判定时，需要定期用实际检测数据更新精密度数值。

b) 校准方程的适用范围评估 LOD

1) 如果在 LOD 或接近 LOD 的样品数据无法获得时，可利用校准方程的参数评估仪器的 LOD。如果用空白平均值加上空白的 3 倍标准偏差，仪器对于空白的响应为校准方程的截距 a ，仪器响应的标准偏差为校准的标准误差 $S_{y/x}$ 。可利用方程

$$y_{LOD} = a + 3S_{y/x} = a + bx_{LOD}$$
，则 $x_{LOD} = 3S_{y/x} / b$ ，此方程可广泛应用于分析化学。

2) 然而由于此方法为外推法，所以当浓度接近预期的 LOD 时，结果不如由试验得到的结果可靠，因此建议分析浓度接近于 LOD 的样品，在适当概率下应确证被分析物能够被检测出来。

c) 信噪比法评估 LOD

由于仪器分析过程都会有背景噪音，常用的方法就是利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较，确定能够可靠检出的最小的浓度。典型的可接受的信噪比是 2:1 或 3:1。

附录 A

(资料性附录)

纺织品断裂强力和断裂伸长率（条样法）对夹持系统的期间核查方法

(ASTM D 5035-11(2015)《纺织品断裂强力和断裂伸长率（条样法）的标准测试方法》)

A.1 核查对象

夹持系统

A.2 核查标准

白纸2张、复写纸2张。

A.3 核查内容

夹钳是否平整、前后夹钳是否平行。

A.4 核查频次

每2周核查1次。

A.5 核查程序及结果判定

a) 分别用白纸、背面相对的两层软复写纸、白纸组成的四层夹层（或白纸对折后包住背面相对两层软复写纸）；

b) 在常规夹紧力下将该纸夹层安装在夹钳上；

c) 取下纸夹层，观察复写纸反映在白纸上压痕的均匀一致性；

d) 若压痕不完整或不规则，则应对夹持系统进行适当调整，然后用新的纸夹层以同样的方法再次进行核查（核查记录见图A. 1，压痕均匀一致，符合要求）。

注：

压痕不规则可能是由于夹钳的压力或夹钳表面的胶皮等原因造成的。



图A. 1 夹持系统期间核查的记录

附录 B (资料性附录)

质量比较仪的期间核查方法

B.1 核查对象

名称	编号	计量特性	用途	方法要求或使用要求
质量比较仪	/	最大称量载荷 1109g, 分度值 0.01mg, 配衡砝码有 500g、300g、100g、100g, 电子称量范围 109g	用于校准 E2 等级 500g 配套的衡量仪器	*重复性 $S \leq 0.02\text{mg}$

注:

*重复性判据:

1)质量比较仪厂商标称的重复性 $\leq 0.02\text{mg}$;

2)按照方法 JJG 99 的要求,在不考虑空气浮力的情况下,质量比较仪的扩展不确定度不超过最大允许误差的 1/9, 500g (E2 等级)允差 $\pm 0.8\text{mg}$, 所以扩展不确定度 $\leq 0.09\text{mg}$, 重复性 $\leq 0.045\text{mg}$;

加严处理,重复性核查的判据确定为 $S \leq 0.02\text{mg}$ 。

B.2 核查标准

名称	编号	型号规格	不确定度/准确度等级/最大允许误差
砝码	XXX	500g	E ₁ 等级或其它准确度等级

注:在核查中,砝码的质量变化不会对重复性的核查结果产生显著影响,而对砝码的准确度等级无要求。

B.3 核查的环境条件要求

温度: (18~23) °C, 核查期间温度变化每 4h 不超过 1°C;

湿度: (30~70) %RH, 核查期间温度变化每 4h 不超过 10%RH。

B.4 核查点及项目

重复性核查: 500g 测量点。

B.5 核查频次

每 3 个月或对性能产生怀疑时进行核查。

B.6 核查程序

2019 年 X 月 X 日发布

2019 年 X 月 X 日实施

- a) 选择一组量值稳定且不用于日常校准的砝码作为核查标准，核查前将砝码进行清洗；
将质量比较仪提前通电停放 24h，如果比较仪进行了搬动应提前通电停放 48h；
- b) 将质量比较仪和核查标准砝码放置于同一恒温机构进行等温 24h，以确保比较仪和砝码之间温度的一致性；
- c) 质量比较仪开机后预热 30 分钟，在核查前用核查标准对质量比较仪进行预加载不少于 3 次，显示的示值稳定后开始测量；
- d) 为减少两只砝码交替加载引入的砝码重复性误差，对质量比较仪核查时采用一只砝码对一个载荷点进行重复测量，即将核查标准砝码四次加载到比较仪上，以独立的四个相邻衡量值 $A_1A_2A_3A_4$ 作为一个循环，记录示值 I_{i1} ， I_{i2} ， I_{i3} ， I_{i4} ，计算差值

$$\Delta I_i = \frac{I_{i2} + I_{i3} - I_{i1} - I_{i4}}{2} \quad (i \text{ 为第 } i \text{ 次循环}) ;$$

- e) 重复进行 n ($n \geq 10$) 次 $A_1A_2A_3A_4$ 的循环测量，得到 n 个差值 ΔI_i 的平均值 $\Delta \bar{I}$ ：

$$\Delta \bar{I} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta I_i$$

用贝塞尔公式计算实验标准偏差 s 作为该载荷点的重复性核查数据：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta I_i - \Delta \bar{I})^2}{n-1}}$$

- f) 所有需要进行核查的载荷点都按照 d) 和 e) 的步骤得到重复性核查数据。

B.7 核查结果判定及处理

B.7.1 核查结果判定

重复性：若重复性 $s \leq 0.02\text{mg}$ ，则核查结果符合要求，否则不满足要求。

B.7.2 核查结果的处理

- a) 若核查结果符合要求，可继续使用；
- b) 若核查重复性接近限值或超差，应及时采取措施（如对重复性有影响的参数进行合理设置），重新核查进一步验证以规避风险。

质量比较仪期间核查记录				
被核查设备	编号		测量范围	方法要求或使用要求
	/		0.01mg~1kg	重复性 $S \leq 0.02\text{mg}$
核查标准	名称	编号	型号规格	准确度等级
	砝码	/	500g	E ₁ 等级
核查载荷: 1kg			核查时间: 20XX 年 XX 月 XX 日	
环境条件	温度: (20.0~20.2) °C		湿度: (56.0~56.6) %RH	
核查地点	XXX			
测量次数	示值 (mg)			
	A ₁	A ₂	A ₃	A ₄
1	0.00	0.02	0.02	0.02
2	0.00	0.01	0.01	0.02
3	0.00	0.02	0.03	0.02
4	0.00	0.02	0.05	0.03
5	0.00	0.05	0.05	0.06
6	0.00	0.03	0.05	0.04
7	0.00	0.04	0.04	0.02
8	0.00	0.02	0.04	0.05
9	0.00	0.02	0.04	0.02
10	0.00	0.03	0.03	0.05
平均差值($\Delta\bar{I}$)	0.014mg			
实验标准差/测量重复性 s	0.009mg			
核查结果判定	$S \leq 0.02\text{mg}$		结论: ☒ 符合 ☐ 不符合	
核查结果的处理				
☒ 继续使用 ☐ 停止使用, 查找原因				
核查: XXX			复核: XXX	

附录 C (资料性目录)

标准测力仪的期间核查方法

C.1 核查对象

名称	编号	测量范围	用途	方法对设备的技术要求
标准测力仪 (应变式或其它带有供电系统的测力仪)	XX	(50~500) N	校准: 电子式万能试验机、专用工作测力机	MPE: $\pm 0.3\%$

C.2 核查标准

名称	编号	型号规格	不确定度/准确度等级/最大允许误差
专用砝码	XXX	100N (5 个)	MPE: $\pm 0.02\%$

C.3 核查的环境条件要求

温度: $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, 核查期间温度变化不超过 1°C ;

湿度: $\leq 80\% \text{RH}$

C.4 核查点及项目

C.4.1 稳定性核查: 500N 测量点;

C.4.2 示值误差核查: 选择上次校准结果中示值误差最大的测量点。

C.5 核查频次

每 3 个月或对标准测力仪的计量性能产生怀疑时。

C.6 核查程序

C.6.1 稳定性核查 (选取 500N 测量点)

a) 将标准测力仪放置于稳固的支座或类似地方 (支撑面水平度 $\leq 0.3/1000$), 放置时间不少于 8 小时;

b) 核查前接通电源, 预热不少于半个小时;

c) 加载方向应沿标准测力仪的测力主轴线进行;

d) 显示器置零, 使用专用砝码 100N (5 个) 预加载, 并保持 30s 左右, 重复 3 次, 检查零位情况;

e) 显示器置零, 将专用砝码 100N (5 个) 加载于标准测力仪 (应缓慢加荷, 不应产生冲击), 记录其显示值; 连续测量 3 次, 计算平均值为 $\overline{X}_i$ 为本次稳定性核查数据;

f) 上次校准后核查设备的稳定性为: $S = \frac{(\bar{X}_{\max} - \bar{X}_{\min})}{X_s} \times 100\%$, $X_s = 500\text{N}$;

$\bar{X}_{\max}$ 、 $\bar{X}_{\min}$ ——分别为上次校准后设备稳定性核查数据的最大值和最小值（若核查点是上次校准的点，上次校准结果 $X_{\text{校准}}$ 也作为稳定性核查数据进行计算）。

C.6.2 示值误差核查（选取上次校准结果中示值误差最大测量点 $X_{E\max}$ ）

a) 显示器置零，将总力值为 $X_{E\max}$ 的砝码加载于标准测力仪（应缓慢加荷，不应产生冲击），记录其显示值；连续测量 3 次，计算平均值为 $\bar{X}_E$ ；

b) 本次核查的示值误差为: $\delta = \frac{(\bar{X}_E - X_{E\max})}{X_{E\max}} \times 100\%$ 。

C.6.3 C.6.2 的操作应在 C.6.1 完成后及时进行，否则，实施 C.6.2 的操作前应先完成 C.6.1 a)～d) 的准备工作。

C.7 核查结果判定及处理

C.7.1 核查结果判定

a) 示值误差：若 $|\delta| \leq 0.3\%$ ，则示值误差的核查结果符合要求，否则不满足要求；

b) 稳定性：若 $S \leq 0.3\%$ ，则稳定性的核查结果符合要求，否则不满足要求。

C.7.2 核查结果的处理

a) 若核查结果符合要求，可继续使用；若核查的示值误差或稳定性（任何一个）接近最大允许误差时，应加大核查频次或其它有效措施（如校准）做进一步验证以规避风险。

b) 若示值误差或稳定性不满足要求，应立刻停止使用，分析原因，追溯之前报告有效性可能受到影响的结果，并采取相应措施；提前进行校准，进一步验证其计量性能。

标准测力仪期间核查记录						
被核查设备	编号		测量范围		方法对设备的技术要求	
	L-05		(50~500) N		0.3 级	
核查标准	名称	编号	型号规格		最大允许误差	
	专用砝码	L-11	100N (5 个)		±0.02%	
核查记录						
核查点: 500N 和 200N			核查时间: 20XX 年 XX 月 XX 日			
环境条件	温度: (21.0~21.3) °C			湿度: 50%RH		
核查地点	XXX					
核查项目		核查点/N	示值/N			平均值/N
稳定性: S = 0.06%	第 3 次核查	500	499.5	499.5	499.5	499.5
	历次核查结果		$X_{\text{校准}}$	X_1	X_2	X_3
			499.5	499.8	499.6	499.5
示值误差: $ \delta = 0.15\%$		200	199.7	199.7	199.7	199.7
核查结果判定	$ \delta \leq \text{MPE} = 0.3\%$			结论: ☒ 符合 ☐ 不符合		
	$ S \leq \text{MPE} = 0.3\%$			结论: ☒ 符合 ☐ 不符合		
核查结果的处理						
☒ 继续使用 ☐ 停止使用, 查找原因						
核查: <u>XXX</u>			复核: <u>XXX</u>			

参考文献

- [1] GB/T 27417—2017 化学分析方法确认和验证指南
- [2] JJF 1033—2016 计量标准考核规范
- [3] GB/T 6379.6—2009/ISO 5725-6: 1994 测量方法与结果的准确度（正确度和精密
度）第 6 部分：准确度值的实际应用
- [4] JJG 99—2006 砝码检定规程
- [5] JJG 875—2005 数字压力计检定规程
- [6] JJF 1326—2011 质量比较仪校准规范
- [7] ASTM D 5035-11(2015) 纺织品断裂强力和断裂伸长率（条样法）的标准测试方
法