



CNAS-GL042

测量设备期间核查的方法指南

**Guide on Intermediate Checks for Measuring
Equipment**

中国合格评定国家认可委员会

目 录

前 言	2
1 范围	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
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 设备计量特性期间核查的一般要求.....	7
7 设备准确性（或（示值）误差）的期间核查.....	11
8 设备其它计量特性的期间核查.....	13
9 设备功能的期间核查.....	16
附录 A（资料性目录）射线检测项目设备的管理分类	17
附录 B（资料性目录）质量比较仪的期间核查方法	18
附录 C（资料性目录）标准测力仪的期间核查方法	21
附录 D（资料性目录）液相色谱仪的期间核查方法	24
附录 E（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	28
参考文献	29

前 言

本文件根据 CNAS-CL01: 2018《检测和校准实验室能力的通用要求》对设备期间核查的要求制定，为检测和校准实验室、检验机构、标准物质生产者、能力验证提供者、医学实验室等机构实施期间核查活动提供参考，也为评审员加深对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。

本文件是 CNAS 实验室的指南性文件，不增加对 CNAS-CL01: 2018《检测和校准实验室能力的通用要求》的要求。

为便于本文件的持续更新改进，在使用中若有任何的意见或建议请及时反馈，邮箱 wangyang@cnas.org.cn。

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）期间核查的一般要求、设备和期间核查的分类、设备计量特性期间核查的一般要求、设备准确性和其它计量特性的期间核查、设备功能的期间核查、相关示例等内容。

本文件适用于机构为保持对设备性能信心所实施的期间核查。

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（包括修改单）适用于本文件。

2.1 CNAS-CL01：2018 检测和校准实验室能力的通用要求

2.2 JJF 1001 通用计量术语及定义

2.3 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 界定的术语和定义适用于本文件。为便于使用，重复列出以下术语和定义：

3.1 测量设备 measuring equipment

为实现测量过程所必需的测量仪器、软件、测量标准、标准物质、辅助设备或其组合。

[JJF 1001—2011，定义 6.6]

3.2 核查 checks

设备在投入使用前，按照规定程序验证其功能或计量特性能否满足方法要求或规定要求而进行的操作。

注 1：“方法要求”指机构开展某检测/校准项目的方法对设备（功能或计量特性）的要求；

注 2：“规定要求”由机构根据使用需求和风险自己确定，通常严于“方法要求”。

3.3 期间核查 intermediate checks

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

3.4 被核查对象 equipment checked

被核查的测量设备。

3.5 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]

3.6 核查标准 check standard

用于日常验证测量仪器或测量系统性能的装置、设备或样品。

3.7 检出限 detection limit, limit of detection (LOD)

由给定测量程序获得的测得值，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]

3.8 校准 calibration

在规定条件下的一组操作，其第一步是确定由测量标准提供的量值与相应示值之间的关系，第二步则是用此信息确定由示值获得测量结果的关系，这里测量标准提供的量值与相应示值都具有测量不确定度。

注 1：校准可以用文字说明、校准函数、校准图、校准曲线或校准表格的形式表示。某些情况下，可以包含示值的具有测量不确定度的修正值或修正因子。

注 2：校准不应与测量系统的调整（常被错误称作“自校准”）相混淆，也不应与校准的验证相混淆。

注 3：通常，只把上述定义中的第一步认为是校准。

[JJF 1001—2011，定义 4.10]

3.9 测量误差 measurement error

简称**误差**

测得的量值减去参考量值。

[JJF 1001—2011，定义 5.3]

3.10 测量准确度 measurement accuracy

简称**准确度**

被测量的测得值与其真值间的一致程度。

[JJF 1001—2011，定义 5.8]

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。当需要利用期间核查以保持对设备性能的信心时，按照程序进行核查，应基于风险管理策划制定期间核查方案。

在确定设备是否需要进行期间核查时，机构至少考虑以下因素：

- a) 检测/校准方法的要求；
- b) 设备的稳定性；
- c) 设备的使用寿命和运行状况；
- d) 设备的校准周期；
- e) 设备历次校准的结果及变化趋势；
- f) 质量控制结果；
- g) 设备的使用范围（或参数）、使用频率和使用环境；
- h) 设备的维护保养情况；
- i) 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；
- j) 测量结果的用途及风险大小。

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和风险的可接受程度对期间核查做出文件化规定，至少包括以下内容：

- a) 被核查对象的范围；
- b) 实施期间核查活动相关人员的职责和要求；
- c) 实施期间核查的作业指导文件。

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

- a) 被核查对象，包括设备的名称和型号等信息；
- b) 核查内容（设备具体的功能或计量特性）；
- 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) 核查的环境要求，确保环境条件不影响核查结果的有效性；
- e) 核查步骤；
- f) 核查频次；
- g) 核查结果的判据及采取的应对措施；
- h) 核查的记录表格。

4.4 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确认。

4.5 期间核查记录应具有可追溯性，至少满足以下要求：

- a) 准确性：使用规范的术语、数据和计量单位；
- 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，如被核查对象、核查项目、环境条件、核查标准、核查地点、核查数据及处理、核查结果判据及结果、核查人员、核查时间等信息。

5 设备和期间核查的分类

5.1 设备的分类

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可将设备分为以下 3 类：

a) A 类设备：检测/校准方法对其有量值要求、需要校准（如 CNAS-CL01：2018 6.4.6 所列的设备）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要求，适用时，机构可在相邻两次校准之间对设备进行期间核查。

b) B 类设备：检测/校准方法对其有量值要求、无需校准（通过核查即可判定设备与方法要求的符合性），计量特性影响测量结果有效性的设备。该类设备的验证采用核查的方式，核查其计量特性是否符合方法要求，期间核查方法与设备投入使用前的核查方法相同，是在使用过程中对设备进行的再核查。

c) C 类设备：检测/校准方法对其无量值要求（无法校准），功能的正常性影响测量结果有效性的设备。该类设备的验证同样采用核查的方式，核查其功能是否符合方法要求，期间核查方法与设备投入使用前的核查方法相同，是在使用过程中对设备进行的再核查。

5.1.2 设备的分类、校准、核查和期间核查的关系如图 1 所示。某实验室射线检测项目所配置设备的分类管理示例见附录 A。

注：A 类设备和 B 类设备也可能涉及设备功能的期间核查，如设备开机的正常性核查等。

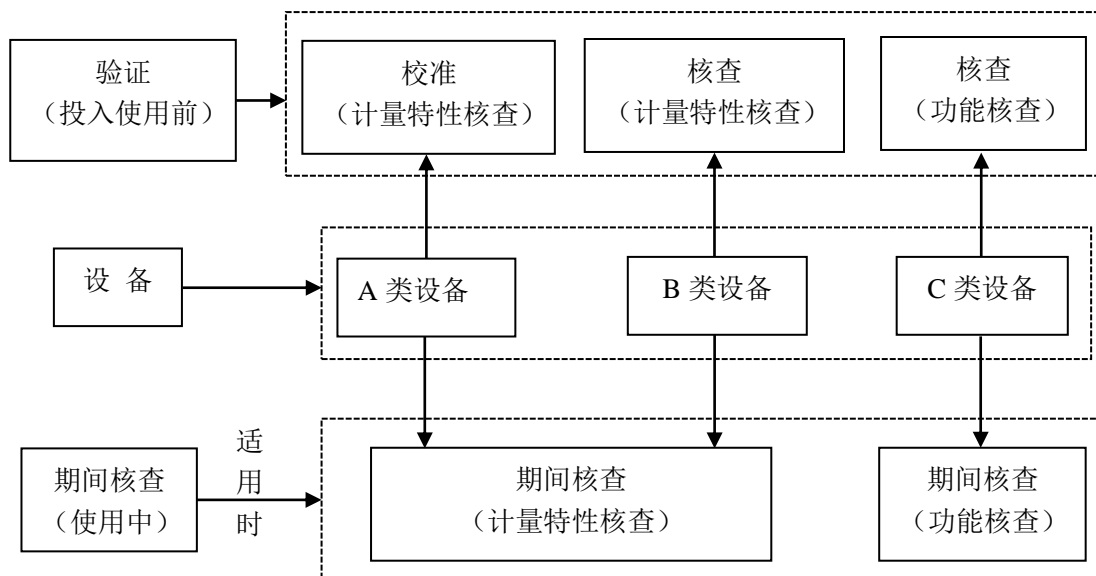


图 1 设备的分类、校准、核查和期间核查关系图

5.2 期间核查的分类

根据核查内容的不同，期间核查可分为“测量功能期间核查”和“计量特性期间核查”两类；“计量特性期间核查”可进一步分为“准确性（或（示值）误差）期间核查”和“其它计量特性期间核查”，期间核查的分类如图 2 所示。

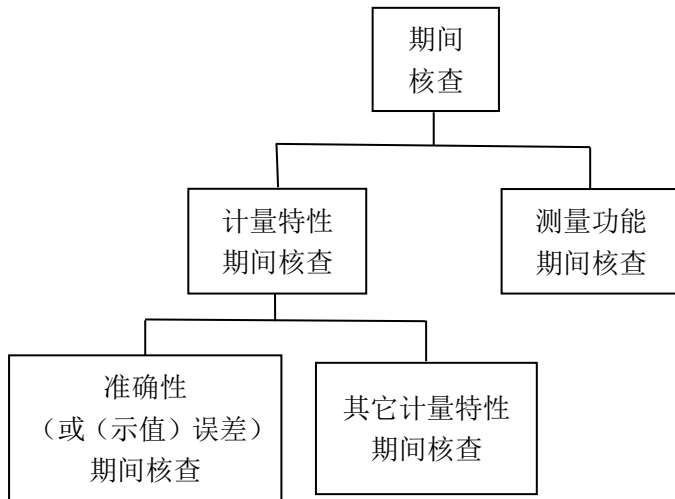


图 2 期间核查的分类

6 设备计量特性期间核查的一般要求

6.1 核查范围

6.1.1 计量特性期间核查适用于 A 类设备和 B 类设备：

a) 对于 A 类设备，机构可根据资源条件、风险和必要性决定是否对其进行核查。

b) 对于 B 类设备，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。

注：若检测/校准方法只对设备的部分计量特性有要求，机构只需验证设备相关的计量特性与方法要求的符合性，而无需对设备进行校准，这样机构也可以降低设备的管理成本。

例如，根据 JJG 99—2006《砝码检定规程》的规定，砝码校准的标准器是准确度等级更高的砝码，质量比较仪是辅助设备，其作用是提供一个实际分度值小、重复性好、质量差的误差符合要求（但 JJF 1326 未对质量差的误差限值做出明确规定）的“传递媒介”，而对准确性无要求。因此，机构可对质量比较仪的重复性进行期间核查，而无需对其进行校准，核查方法及示例见附录 B。

6.1.2 在确定计量性能期间核查范围时，机构宜重点考虑以下设备：

- a) 校准周期较长的设备；
- b) 使用频繁的设备；
- c) 历次校准结果波动较大或临近最大允许误差的设备；
- d) 新购的不了解其计量特性及变化规律的设备；
- e) 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；
- f) 主要和重要设备（计量基准、标准等）；
- g) 稳定性差（易漂移、易老化等）的设备；
- h) 经常携带到客户现场或脱离机构管理控制的设备；
- i) 使用中易受损、数据易变或有可疑现象发生的设备；
- j) 使用寿命临近到期的设备；
- k) 准确度要求较高的关键设备；
- l) 对测量结果有重要价值和重大影响（如较大风险等）的设备；
- m) 检测/校准方法对核查有规定的设备，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。

6.1.3 在确定计量特性核查范围时，以下设备不需要进行期间核查：

- a) 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“远离”最大允许误差（如示值误差位于“中心线”附近）、核查难度大的设备；
- b) 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或核查标准的配置成本过高等情况；
- 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，除非怀疑其可能被污染或变质。

6.2 核查频次

6.2.1 定期核查

6.2.1.1 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。

6.2.1.2 对于计量性能稳定、日常维护及时有效、对测量结果的测量不确定度贡献小的设备，可降低核查频次，反之应加大核查频次。

6.2.1.3 对于校准结果接近最大允许误差、具备核查条件且实施期间核查的难度小、成本低的情况，应加大核查频次。

6.2.2 不定期核查

不定期期间核查具有一定的针对性和灵活性，必要时机构可对下列设备进行不定期期间核查：

- a) 检测/校准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、较高测量可靠性要求或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、运行中突然断电、死机等非预期使用情况的设备，应及时核查；
- f) 使用的环境条件（温湿度、振动等）发生较大变化的大型仪器或高精密度设备，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) 使用前或使用中对其性能产生怀疑的设备，应及时核查。

6.3 核查标准

6.3.1 选择

6.3.1.1 通常情况下，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。

6.3.1.2 若核查标准只是作为稳定的“中间媒介物”传递量值时，核查标准不一定须经过校准获得参考值。

6.3.1.3 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）优于或相当于被核查对象的设备，如选择可对被核查对象进行校准的计量标准作为核查标准；
- 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（或分度值）的设备；

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）发布的具有参考值和测量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。

6.3.2 参考值的确定

机构通常可采用下列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) 核查标准的参考值未知时，可用下面赋值的方法获得参考值 x_s ：

被核查对象经校准后，立即使用核查标准对其进行核查；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测量次数），测得值分别为 x_1, x_2, \dots, x_n ，其算术平均值 \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 ：

$$x_s = \bar{x}_0 - e \text{ 或 } x_s = \bar{x}_0 + c \quad (2)$$

式中：

e —— 校准证书中被核查对象核查点的误差；

c —— 校准证书中被核查对象核查点的修正值。

注：校准后立即对被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，尽可能减少被核查对象因性能变化所带来的影响；进行 n 次重复测量是为了尽可能减少人员、环境条件、核查标准等随机因素的影响。

6.3.3 管理、存储和使用

6.3.3.1 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。

6.3.3.2 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（如温度、湿度、电磁场、振动、光辐射等）应满足要求。

6.3.3.3 若核查标准为标准物质，除了存储环境应满足要求外，还应在有效期内使用；应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间的差异所带来的影响。

6.3.3.4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其它与期间核查无关的活动。

6.3.3.5当对核查标准的性能或对核查结果的有效性产生怀疑时，应及时重新评估核查标准的适用性。

7 设备准确性（或（示值）误差）的期间核查

7.1 核查标准法

7.1.1 核查标准的参考值已知的情况

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

被核查对象经校准或定值后，机构根据被核查对象的稳定性定期利用核查标准对其进行核查；在规定的条件下，短时间内重复测量 n 次，得到算术平均值 \bar{x} ，核查点的（示值）误差 δ 用公式（3）计算：

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

b)若机构本身具备被核查对象的校准能力，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，核查示例见附录 C。

7.1.2 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、被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，核查方法如下：

a)被核查对象经校准返回机构后，从校准证书中获取被核查对象核查点 x 的（示值）误差 e 或修正值 c ，在规定的条件下，立即用被核查对象对核查标准重复测量 n 次，用公式（1）得到算术平均值 \bar{x}_0 ，用公式（2）得到核查标准的参考值 x_s ，方法参照 6.3.2 b)；

b)定期对被核查对象进行核查，在规定的条件下，每次都进行 n 次重复测量，其中第 j 次核查结果的算术平均值为 \bar{x}_j ，则核查点的（示值）误差 δ_j 用公式（4）计算：

$$\delta_j = \bar{x}_j - x_s = \bar{x}_j - \bar{x}_0 + e \quad \text{或} \quad \delta_j = \bar{x}_j - x_s = \bar{x}_j - \bar{x}_0 - c \quad (4)$$

7.1.3 核查的符合性判据

7.1.3.1 期间核查结果应以检测/校准方法的要求为判据，若判据用最大允许误差 MPE 表示，则：

$$MPE = MPE_{\text{方法}} \quad (5)$$

式中：

$MPE_{\text{方法}}$ ——检测/校准方法规定的被核查对象在核查点的最大允许误差。

7.1.3.2 若核查点不是校准证书中误差最大的测量点，在确定核查结果判据时应做加严处理。需考虑测量不确定度时，应根据测量不确定度的影响对公式（5）进行修正。此外，机构也可根据实际情况及风险对公式（5）进行适当处理，如取 $MPE = 0.8MPE_{\text{方法}}$ 。

7.1.4 核查结果的应对措施

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；但若核查结果的（示值）误差 δ 接近最大允许误差MPE，则应加大核查频次或采取其它有效措施，必要时进行再校准，对设备的计量性能做进一步验证。

b) 若核查结果的（示值）误差 δ 超出最大允许误差，则应立刻停止使用；必要时进行再校准，对设备的计量性能做进一步验证；若影响到已出具报告结果有效性时，机构应采取相应的补救措施。

7.1.5 机构可通过计算设定控制限值和警戒值，对核查结果进行分析判定，也可采用控制图观察核查结果的变化趋势。

7.1.6 E_n 值判定法

7.1.6.1 机构广泛采用 E_n 值对期间核查结果进行判定，方法如下：

被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，得到核查结果 x_0 及测量不确定度 U_0 ；经过一段时间后，用同样的方法再次进行核查，得到核查结果 x_1 及测量不确定度 U_1 ，则 E_n 值用公式（6）确定。

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

——若 $|E_n| \leq 1$ ，核查通过；

——若 $|E_n| > 1$ ，则核查不通过。

7.1.6.2 E_n 值可以判定设备在这段时间内的稳定性，但未结合考虑检测/校准方法对设备的要求；该判据缺少针对性，且易产生误判，因此不建议机构使用该方法。

7.2 设备比对法

若机构无法获取合适的核查标准，但有准确度相当的同类 k ($k \geq 3$) 台设备，可用这几台设备对同一被测对象进行测量来核查设备的准确性，核查方法如下：

a) 用被核查对象对选定的被测对象重复测量 n 次得到算术平均值 y_1 及测量不确定度 U_1 ；

b) 在短时间内和相同条件（包括操作人员、环境条件、操作步骤等）下，用其它设备分别对相同的被测对象独立重复测量 n 次，得到对应的算术平均值分别为 y_2, y_3, \dots, y_k ，用公式

(7) 计算得到 $y_1, y_2, y_3, \dots, y_k$ 的算术平均值 \bar{y} :

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

c) 若式 (8) 成立, 则核查通过:

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

7.3 临界值评定法

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

7.3.2 依据 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》, 在重复性测量条件下, 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:

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

——若 $|\bar{y} - \mu_0| \leq CD_{0.95}$, 则核查通过;

——若 $|\bar{y} - \mu_0| > CD_{0.95}$, 则核查结果可疑, 则应采取措施对设备的计量性能做进一步验证。

8 设备其它计量特性的期间核查

8.1 稳定性核查

8.1.1 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 (与被核查对象相比) 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。

8.1.2 设备校准后立即并定期使用核查标准对被核查对象进行核查, 重复测量 n 次 (通常 $n \geq 10$) 计算得到其算术平均值 \bar{X} , 若在一段时间 (如 1 个校准周期) 内核查了 m 次, 则这段时间内被核查对象的稳定性 S 可用公式 (10) 计算:

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

式中:

\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。

8.1.3 稳定性核查结果判定

- a) 若检测/校准方法对被核查对象的稳定性有规定，则按照规定进行判定；
- b) 若检测/校准方法对被核查对象的稳定性无规定：
 - 若使用被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的绝对值；
 - 若被核查对象需要加修正值使用，则其稳定性应小于其修正值的扩展不确定度。

8.2 重复性核查

8.2.1 重复性核查是指在重复性测量条件下，用被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 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：

在重复性条件下，用被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 次测量结果的算术平均值。

8.2.3 由于大部分检测/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的不确定度评定。因此，机构在测量不确定度预评时，重复性分量尽可能覆盖日常工作可能遇到的所有情况，被测对象应选择“常规被测对象”。

8.2.4 重复性核查的判定及应用

- 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) 若检测/校准方法对测量重复性无规定，应将重复性核查结果应用于测量不确定度评定，并定期进行重复性复核。

8.3 灵敏度核查

8.3.1 灵敏度是设备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 ，得到相应的变化 Δy ，则设备在该激励值时的灵敏度 S 用公式 (12) 计算：

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

8.3.2 对于理想的线性测量设备，其灵敏度 S 应为常数。

8.3.3 符合性判定：设备灵敏度的核查结果应满足检测/校准方法的要求。

8.4 漂移核查

8.4.1 漂移是设备计量特性变化引起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。

8.4.2 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》规定：零位漂移在 1h 内不应大于最大允许误差绝对值的 1/2）。

8.5 检出限核查

检出限（LOD）通常分为仪器检出限（IDL）和方法检出限（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：

8.5.1 空白标准偏差法

a) 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。

b) 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数值。

8.5.2 校准方程的适用范围评估 LOD

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

b) 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。

8.5.3 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。某实验室液相色谱仪制定的核查方法及示例见附录 D。

9 设备功能的期间核查

9.1 核查范围

对于检测/校准方法对其功能有要求、功能正常性影响测量结果的设备，在使用中，机构应对其进行期间核查。

9.2 核查标准

该核查标准不一定是测量仪器，也可能无计量特性（如准确度、稳定性、灵敏度等）的要求；核查标准的作用是通过它来验证被核查对象的功能与方法要求的符合性。

9.3 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，机构应根据被核查对象的工作原理自己制定方法。

9.4 核查频次

核查频次可根据下列情况确定：

- a) 检测/校准方法有规定的设备，按照方法规定的频次执行；
- b) 对于功能异常可及时发现的设备，设备在发生异常情况时核查；
- c) 对于其它设备，可根据设备的稳定性、使用寿命、核查成本和风险等因素来确定核查频次。

9.5 符合性判据

将检测/校准方法对设备功能的要求作为核查结果的符合性判据。

9.6 案例分析

纺织品断裂强力和断裂伸长率（条样法）的测试中，夹钳的平整平行状况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，机构应按检测方法的要求对夹钳实施期间核查，核查方法及示例见附录 E。

附录 A

(资料性附录)

射线检测项目设备的管理分类

根据自身所具备的资源和条件，某实验室将射线检测项目所配置的设备进行分类管理，如表A.1所示。

表A.1 射线检测项目设备管理分类表

名称	型号	用途	类型	管理方式
X 射线机	ISOVOL T320	检测金属铸件	A 类	校准+核查（使用中）
标准黑度片	PV-8	监控黑度计	A 类	校准
黑度计	TD-210 A	测量底片黑度	B 类	核查（投入使用前）+ 期间核查（使用中）
温（湿）度计	JWS-A5	监控环境、试验 温度	A 类或 B 类	校准或核查
观片灯	KT-800	判读射线底片	C 类	核查（投入使用前）+ 期间核查（使用中）
屏幕亮度计	XR-100 0	监控观片灯亮度	A 类	校准
白光照度计	XR-100 0	监控评片室白光 照度	A 类	校准
计时器	/	测量暗室适应时 间	B 类	核查（投入使用前）+ 期间核查（使用中）
读数放大镜	0~30mm	测量小缺陷尺寸	A 类	校准
自动洗片机	Compact 2-NDT	冲洗曝光胶片	C 类	核查（投入使用前）+ 期间核查（使用中）

附录 B

(资料性附录)

质量比较仪的期间核查方法

B.1 被核查对象

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	校准 E ₂ 等级砝码(最大 500g) 的配套仪器	*重复性 S≤0.02mg

*重复性判据的确定：质量比较仪厂商标称的重复性≤0.02mg；按照方法 JIG 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±0.8mg，其扩展不确定度≤0.09mg、重复性≤0.045mg，做加严处理，重复性核查的判据确定为 S≤0.02mg。

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：核查标准砝码的质量变化不会对重复性核查结果产生显著影响，因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）℃，核查期间温度变化每 4h 不超过 1℃；

湿度：（30~70）%RH，核查期间湿度变化每 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

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 $\Delta I_i = \frac{I_{i2} + I_{i3} - I_{i1} - I_{i4}}{2}$

(i 为第 i 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，则可继续使用；

b) 若核查结果接近限值或超差，应及时采取措施（如对重复性有影响的参数进行合理设置），对被核查对象的性能做一步验证以规避风险。

表 B.1 质量比较仪期间核查记录

质量比较仪期间核查记录					
被核查对象	编号		测量范围	方法要求或使用要求要	
		/		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	ΔI_i
1	0.00	0.02	0.02	0.02	0.010
2	0.00	0.01	0.01	0.02	0.000
3	0.00	0.02	0.03	0.02	0.015
4	0.00	0.02	0.05	0.03	0.020
5	0.00	0.05	0.05	0.06	0.020
6	0.00	0.03	0.05	0.04	0.020
7	0.00	0.04	0.04	0.02	0.030
8	0.00	0.02	0.04	0.05	0.005
9	0.00	0.02	0.04	0.02	0.020
10	0.00	0.03	0.03	0.05	0.005
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: <input checked="" type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合		
核查结果的处理					
<input checked="" type="checkbox"/> 继续使用			<input type="checkbox"/> 停止使用, 查找原因		
核查人员: <u>XXX</u>			复核人员: <u>XXX</u>		

附录 C

(资料性目录)

标准测力仪的期间核查方法

C.1 被核查对象

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	电子式万能试验机、专用工作测力机等校准	MPE:±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:±0.02%

C.3 核查的环境条件要求

温度: (20±5) °C, 核查期间温度变化不超过 1°C;

湿度: ≤80%RH

C.4 核查项目及核查点

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。

*: 稳定性核查适用于准确度等级高的计量标准、风险较大的设备、特殊用途(如航空、军工等), 通常不需要对工作用测量设备进行稳定性核查。

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≤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, 计算得到的平均值 \bar{X}_i 为本次稳定性核查的数据;

$$f) \text{ 上次校准后被核查对象的稳定性为: } S = \frac{(\bar{X}_{\max} - \bar{X}_{\min})}{X_s} \times 100\%, X_s = 500\text{N};$$

\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 ;

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

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) 若示值误差或稳定性满足要求, 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) 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; 必要时进行再校准, 对设备的计量性能做进一步验证; 若影响到已出具报告结果有效性时, 机构应采取相应的补救措施。

表 C.1 标准测力仪期间核查记录

标准测力仪期间核查记录						
被核查对象	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: <input checked="" type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合		
	$ S \leq \text{MPE} = 0.3\%$			结论: <input checked="" type="checkbox"/> 符合 <input type="checkbox"/> 不符合		
核查结果的处理						
<input checked="" type="checkbox"/> 继续使用 <input type="checkbox"/> 停止使用, 查找原因						
核查人员: <u>XXX</u>			复核人员: <u>XXX</u>			

附录 D

(资料性目录)

液相色谱仪的期间核查方法

D.1 被核查对象

高效液相色谱仪和超高效液相色谱仪。

D.2 目的

确保液相色谱仪在符合计量要求的状态下正常工作。

D.3 核查频次

根据仪器的使用频度和检测项目特点确定核查频次，若实验室在日常工作中核查了 D.4 中的主要内容，不必专门再单独做期间核查。

D.4 核查方法和步骤

D.4.1 测量功能核查

D.4.1.1 检查流动相滤头是否变色或黏液附着，若有，则需要清洗或更换。

D.4.1.2 检查各流动相，流动相使用前需脱气处理，如使用低于色谱纯级别的试剂做流动相，应先以微孔滤膜过滤。

D.4.1.3 打开计算机和液相色谱仪各模块电源，等待仪器自检完毕。开启系统，仪器通讯正常后，进入仪器工作站。在 Purge 过程中查看系统压力是否正常，若压力过高，需更换滤芯。

D.4.1.4 检查泵接头、连接管是否完好，如发现盐析晶体，应用润湿的棉签擦拭干净。

D.4.2 计量特性核查

D.4.2.1 检出限核查

依据实验室开展的检测方法中的操作步骤，根据需要对检出限 (LOD) 进行核查，计算并评价回收率或偏差范围是否满足所使用检测方法的要求和(或)实验室制定的通用要求。

D.4.2.2 精密度核查

依据实验室开展的检测方法中的操作步骤，根据需要对定量限 (LOQ)、检出限 (LOD)、或特定浓度水平的精密度进行核查，连续测定 8 次，分别计算相对标准偏差 (RSD%)。计算并评价精密度是否满足所使用检测方法的要求和(或)实验室制定的通用要求。

D.4.2.3 标准(基质)曲线的线性相关系数

仪器处于正常工作状态，待基线稳定后，进样标准(基质)曲线，计算并评价线性相关系数 (R 或 R^2) 是否满足所使用检测方法的要求和(或)实验室制定的通用要求。

D.4.2.4 基线稳定性

仪器处于正常工作状态，截取（15~30）min 基线，计算并评价基线波动范围是否满足所使用检测方法的要求和（或）实验室制定的通用要求。

D.4.2.5 保留时间稳定性

仪器处于正常工作状态，选区标准（基质）曲线中的任意一个浓度水平，连续进样 8 次，计算并评价保留时间波动范围是否满足所使用检测方法的要求和（或）实验室制定的通用要求。

表 D.1 液相色谱仪期间核查记录

仪器名称/类型	超/高效液相色谱仪	仪器编号/型号	XXX
核查日期	201XX-XX-XX	核查人	XXX
核查依据	GB 5009.139-2014 饮料中咖啡因的测定 XXXX 液相色谱仪期间核查规程 GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测		
仪器参数	色谱柱: Inertisil ODS-3, 150×4.6mm, 5μm 流动相: 甲醇+水=80+20 (v/v) 流速: 1.0 mL/min 检测波长: 254 nm 柱温: 30℃		
参考谱图	见图 D.1		
仪器测量功能核查			
核查项目	参考状态	实际状态	评价结果
滤头	白色, 无粘液附着	白色, 无粘液附着	■满足 □有问题
流动相	色谱级, 需脱气处理	色谱级、在线脱气	■满足 □有问题
仪器通讯	自检通过无报错	自检通过, 无报错	■满足 □有问题
系统压力	Purge 通过	Purge, 通过	■满足 □有问题
接头盐析情况	接头无结晶盐	无结晶盐	■满足 □有问题
仪器计量特性核查			
核查项目	标准值	测定值	评价结果
检出限	0.07mg/L(咖啡因)	0.03mg/L	■满足 □有问题
精密度	<5%	0.0255%	■满足 □有问题
线性相关系数	$R^2 > 0.995$	$R^2 = 0.998$	■满足 □有问题
基线稳定性	波动 < 1/5 S/N	< 1/5 S/N	■满足 □有问题
保留时间稳定性	波动 < RT ± 5%	< RT ± 5%	■满足 □有问题

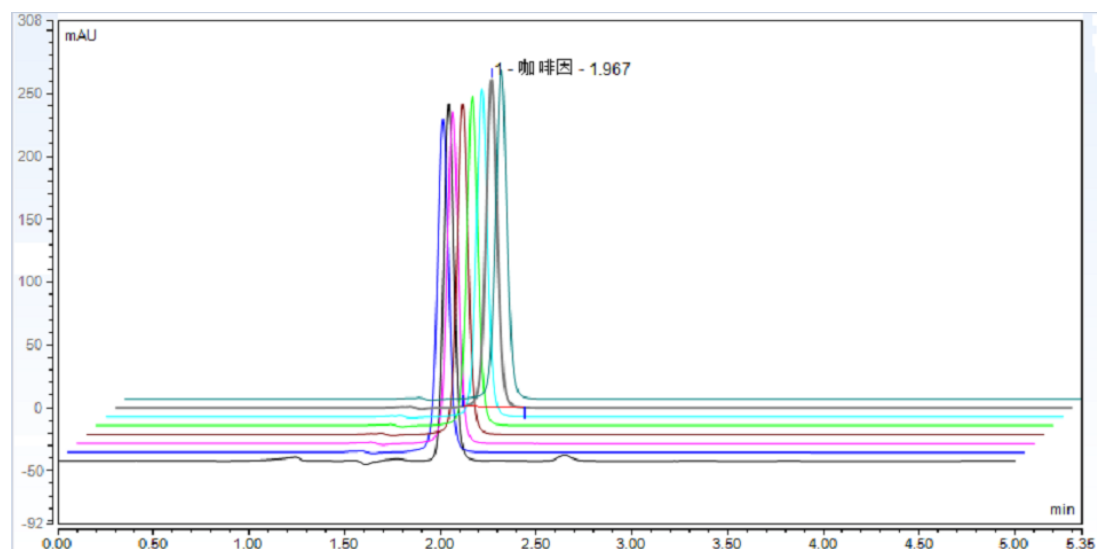


图 D.1 40 µg/ml 咖啡因标准溶液保留时间及精密度核查色谱图 (n=8)

附录 E (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》)

E.1 被核查对象

夹持系统

E.2 核查标准

白纸2张、复写纸2张。

E.3 核查内容

夹钳是否平整、前后夹钳是否平行。

E.4 核查频次

每2周核查1次。

E.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E.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E.1 夹持系统期间核查的记录

参考文献

- [1] GB/T 27417—2017 化学分析方法确认和验证指南
- [2] 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

- [3] JJF 1033—2016 计量标准考核规范
- [4] JJG 144—2007 标准测力仪检定规程
- [5] JJG 99—2006 砝码检定规程
- [6] JJG 875—2005 数字压力计检定规程
- [7] JJF 1326—2011 质量比较仪校准规范
- [8] 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