



实验室检测结果质量 内部监控的方法及评价

结果监控的概念及目的

- 影响实验室检定、校准和检测结果质量的因素包括人员、设备、设施与环境条件、样品、方法、溯源性、与结果有关的材料等等，一般来说，将上述影响因素控制好了，即可保证检定、校准和检测结果的准确、可靠。然而，任何因素的控制都会存在偏差，而这些偏差就有可能造成检定、校准和检测结果的失准，因此需要定期地对检定、校准和检测结果的准确性进行验证。



结果监控的概念及目的

- 检定、校准和检测结果的监控实质就是通过使用特定的方法，对检定、校准和检测的结果是否准确、可靠进行实验验证，找出造成结果失准的因素，或者发现结果发展的趋势，以便及时采取纠正措施或预防措施，以防止结果失准的再一次发生或预防结果失准的发生。



结果监控的时机

- 检定、校准和检测结果的监控是一种定期实施的技术活动，应该对每一项检定、校准和检测项目进行监控。
- 一般情况下，在以下情况发生时，应及时安排检定、校准和检测结果的监控活动。
 - 对新开展项目试运行结果的监督；
 - 新上岗人员的考核；
 - 顾客投诉涉及的项目和参数结果的校核；
 - 重要测量设备（如计量标准）计量性能失控的预报；



结果监控的时机

- 重要测量设备变更或改造后投入使用；
- 重要的检定、校准和检测（如仲裁检定（验）、涉及大额贸易的验货、能力验证、现场考核试验等）结果的校核；
- 检定、校准和检测过程发生异常情况，对已检结果的验证；
- 纠正措施或预防措施实施效果的验证等。



结果监控的方法及评价准则



统计方法

- 应用统计技术对测量系统进行过程控制使用的主要工具是质量控制图，质量控制图是一种将一个过程定期收集的样本数据按顺序点描绘而成的图示技术，一般用两幅图组合使用，一幅用来监控测量数据均值的变化，一幅用来监控测量过程的变异。
- 对于某个需要监控的测量过程，应选定核查标准进行测量，建立过程参数。核查标准应选择与被测对象测量范围、准确等级等指标接近的而又具有较好稳定性的仪器、样品或其他物品。

统计方法

- 常用的控制图有均值—极差 ($\bar{x} - R$) 控制图、均值—标准差 ($\bar{x} - s$) 控制图、中位值—极差 ($\tilde{x} - R$) 控制图。



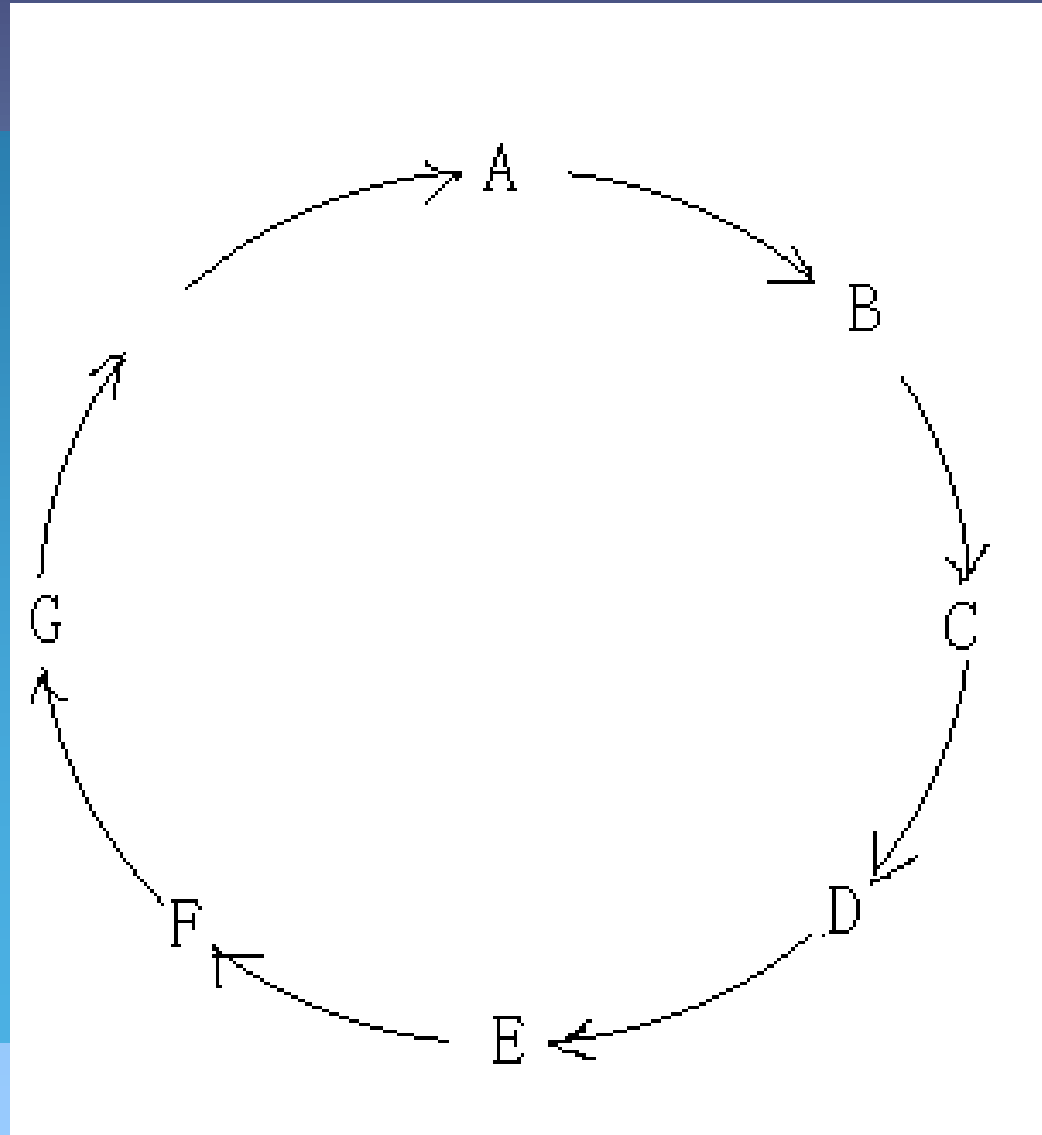
参加实验室之间比对

- 实验室可以自身组织实验室间比对，也可以参加其他实验室或有关管理部门组织的实验室间比对。实验室自身组织实验室间比对活动时，首先应选择一个性能稳定的样品作为比对样品，规定比对路径，确定比对方案及评价方法，然后按预先确定的方案实施，最后进行实验室比对结果的评价，编制评价报告。
- 实验室间比对路径有圆环式、星形式、花瓣式。



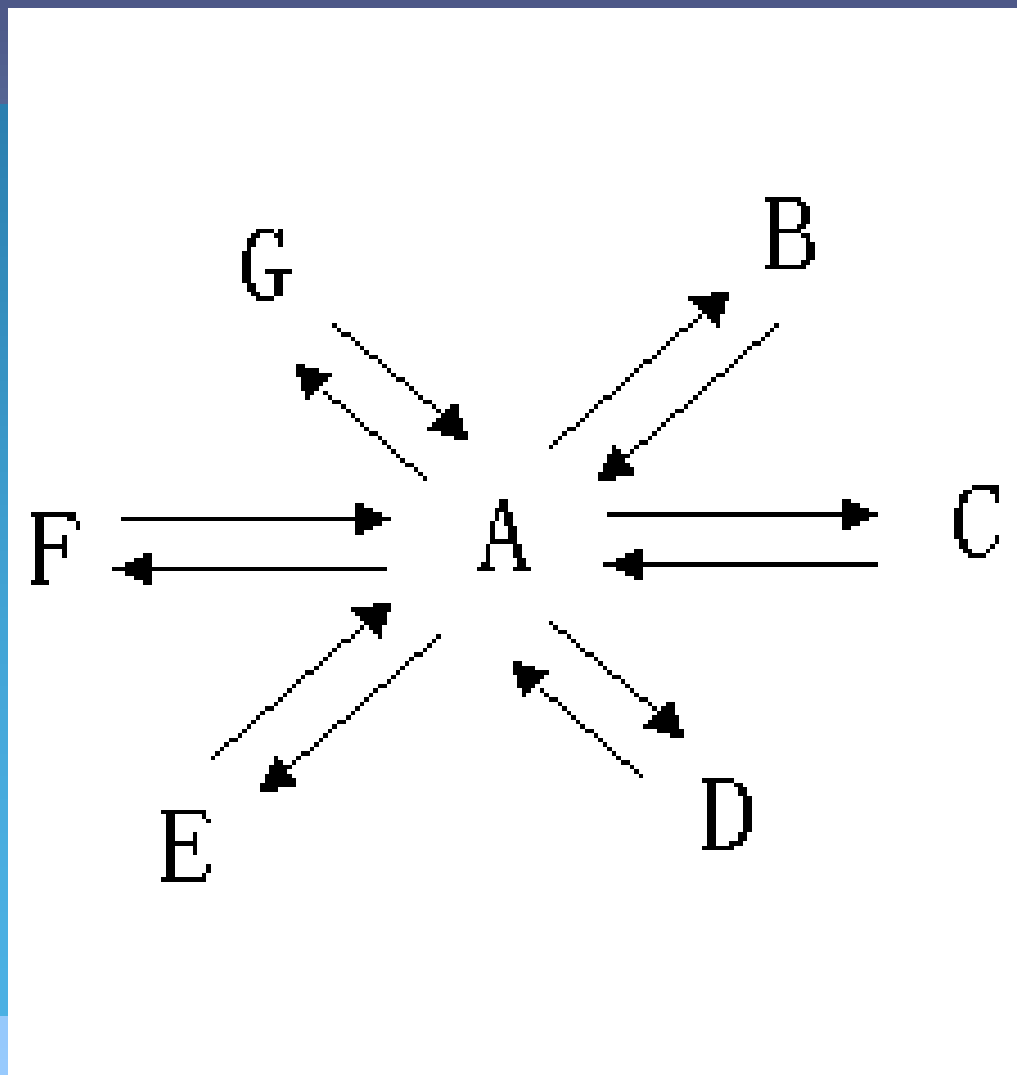
参加实验室之间比对

- 圆环式



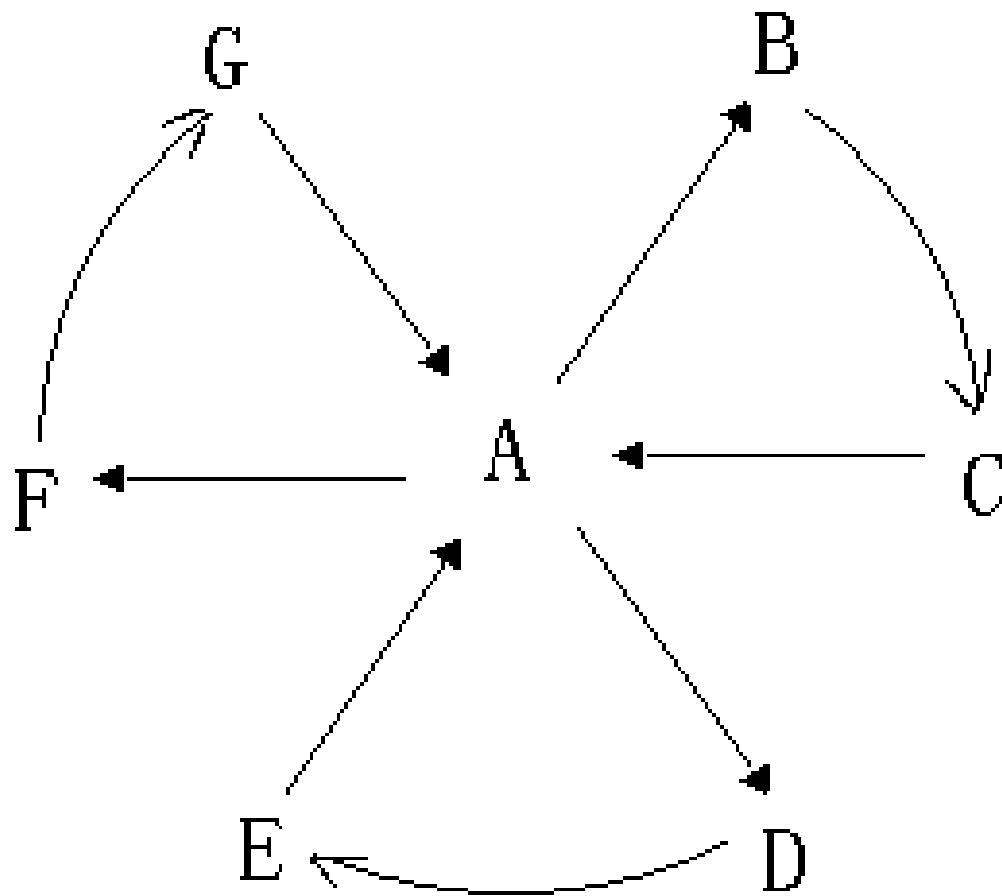
参加实验室之间比对

- 星形式



参加实验室之间比对

- 花瓣式



参加实验室之间比对

- 比对方案包括参加比对的实验室名称、比对用样品描述及其相关的样品处理、制备方法，比对方式、比对路线及时间安排、具体的检定、校准和检测方法、数据处理方法、不确定度评定方法以及比对结果的评价方法等。
- 实验室间比对一般应至少选择三家实验室以上，否则比对结果意义不大。校准实验室和检测实验室的实验室间比对有所不同。

校准实验室间的比对

- 选择其中一家实验室作为比对的参考实验室，可以是组织实验室间比对的实验室自身，也可以是其它实验室，但其测量手段应在各参加实验室中是最好的，结果是相当可信的。将参考实验室的测量结果作为指定值，其他实验室的测量结果与指定值进行比较，其比对结果可以 E_n 值大小来判定。



校准实验室间比对结果的判定

$$E_{\text{H}} = \frac{y_i - y_0}{\sqrt{U_0^2 + U_i^2}}$$

式中： y_0 ——参考实验室的测量结果；

y_i ——参加实验室的测量结果；

U_0 ——参考实验室测量结果的扩展不确定度；

U_i ——参加实验室测量结果的扩展不确定度；



校准实验室间比对结果的判定

- 当无法确定参考实验室时，可将所有参加实验室的测量结果平均值作为指定值，此时 E_n 值为：

$$E_n = \frac{N(y_i - \bar{y})}{\sqrt{(N-1)^2 U_i^2 + \sum_{j=1}^N U_j^2}}$$

式中，

y_i ——进行结果监控实验室的测量结果；

\bar{y} ——所有参加实验室的测量结果算术平均值；

U_i ——进行结果监控实验室测量结果的扩展不确定度；

$$\sum_{j=1}^N U_j^2$$

——除进行结果监控实验室以外的所有参加实验室测量结果的扩展不确定度之和；

N ——参加比对的实验室数量。

校准实验室间比对结果的判定

当 $|E_{rel}| \leq 1$ 时，认为比对结果满意；

当 $|E_{rel}| > 1$ 时，认为结果不满意。



检测实验室间的比对

● 一般采用参加实验室检测结果的中位值作为指定值，以Z比分数评价实验室检测结果是否满意。



使用有证标准物质

- 利用有证标准物质进行内部质量控制，相当于盲样试验，即将有证标准物质作为盲样进行检测，其测试结果与标准物质提供了已知的量值进行比较，采用 E_n 值判定：

$$E_n = \frac{x_u - x_{RM}}{\sqrt{U_u^2 + U_{RM}^2}}$$

式中： x_u ——实验室测量得到的有证标准物质的量值；

x_{RM} ——有证标准物质的赋值证书给出的标准物质的量值；

U_u ——测量结果 x_u 的扩展不确定度；

U_{RM} ——有证标准物质质量值 x_{RM} 的扩展不确定度；

方法比对

可以采用不同的方法来对同样样品的检定、校准和检测结果进行监控。

采用 E_n 值判定法，即：

$$E_n = \frac{|y_1 - y_2|}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}}$$

式中： y_1 、 y_2 ——采用方法1和方法2的
测量结果；

U_1 、 U_2 ——采用方法1和方法2时
测量结果的扩展不确定度；

二台套设备比对法

- 分别用二台套测量设备对同一样品进行检定、校准和检测，采用 E_n 值判定法。
- 当二台套的测量设备是溯源到同一计量标准时，它们之间具有相关性，当相关性比较弱时可以忽略不计，当相关性较强时，在不确定度评定时，应该要考虑相关性的影响。



多台套设备比对法

- 当实验室具有二台以上的可以测量相同参数的测量设备时，可以按实验室间比对的方法来对结果进行监控与评价，可以将准确度等级较高或测量不确定度较小的测量设备的检定、校准和检测结果作为指定值。



人员比对法

- 由不同的检定、校准和检测人员，采用同一台测量设备对同一样品进行检定、校准和检测，采用 E_n 值判定。



留样再试

- 对性能较为稳定的样品，在首次检定、校准和检测后，使用同一台设备进行重新检定、校准和检测，则当 $|y_1 - y_2| \leq U$ 时认为检定、校准和检测结果是准确的，其中 y_1 、 y_2 分别为前后两次检定、校准和检测结果， U 为扣除由系统效应造成的标准不确定度分量后的扩展不确定度。



利用样品不同项目的相关性进行分析

- 对同一物品不同特性参数之间的相关性进行分析，可以得出相关参数之间的经验公式，从而可以间接地用一个参数的量值来核查另一个参数量值的准确程度。通常采取不同特性参数之间存在线性关系的检验方法，即用直线方程 $\hat{y} = ax + b$ ，其中斜率 a 、截距 b 以及相关系数 r 可用最小二乘法求得。

- 为了判断两个变量之间的实际关系是否符合线性关系，必须对线性回归进行显著性检验，检验方法有 t 检验法、 F 检验法、相关系数 r 检验法等。

有关方法的组合

——方法比对+人员比对

由不同的人员，采用不同的方法，对同一样品进行检定、校准和检测。

——人员比对+设备比对

由不同的人员使用不同的设备对同一样品进行检定、校准和检测。



结果监控的后处理、频次

- 检定、校准和检测结果的质量监控是确保实验室报告结果的准确、可靠的措施之一，相当于工厂对产品质量的抽检，当发现质量控制数据已经超出或将要超出预先确定的判据时，应采取纠正措施或预防措施来纠正或预防出现的问题。通常，实验室内部质量监控结果采用En值判定时，可划分三个控制段：



结果监控的后处理、频次

- 接受段判据： $|\bar{\varepsilon}_m| \leq 0.7$ ，表明测量结果的质量得到保证；
- 拒绝段判据： $|\bar{\varepsilon}_m| > 1$ ，表明测量结果的质量失控，需查找原因并采取纠正措施；
- 临界预防段判据： $0.7 < |\bar{\varepsilon}_m| \leq 1$ ，表明测量结果的质量接近临界，需查找原因并采取适当的预防措施。
- 其中临界预防准则下限0.7的设定应根据不同实验室和不同设备情况而定，其选择需综合考虑资源投入与所承担的风险。

结果监控的后处理、频次

- 检定、校准和检测结果的质量监控的频次应结合实验室往年的检定、校准和检测结果的准确程度，结合检定、校准和检测结果的变化趋势，同时考虑监控成本和实验室风险与给顾客带来风险的平衡，下述情况下应增加监控的频次：
 - (1) 当实验室统计的检定、校准和检测结果持续单方向变化时；
 - (2) 实验室设施与环境条件变化较大时；
 - (3) 测量设备使用环境较为恶劣时；
 - (4) 测量设备发生变化，如修理、更新时；
 - (5) 检定、校准和检测人员新上岗或转岗时；
 - (7) 检定、校准和检测的规程、规范、标准发生变化时，如修订、改版时；
 - (8) 样品特性不很稳定时。

结果监控的后处理、频次

当监控结果表明，实验室检定、校准和检测结果已不满意或已接近不满意时，实验室应停止相应的检定、校准和检测工作，对造成不满意或接近不满意的原因进行分析、评价，采取相应的纠正措施或预防措施，以确保实验室提供给顾客的数据是准确、可靠的。当监控结果表明实验室检定、校准和检测结果已不满意时，实验室还应应对以往的结果对顾客所造成的影响或伤害进行分析、评价，必要时应对以往的结果进行追溯，并告知相关顾客，停止使用实验室的检定、校准和检测结果，采取有关措施，最大程度地降低对顾客的损失。