

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2170—2016

组织实验室间比对指南

2016-05-18 发布

2016-10-01 实施

四川省质量技术监督局

发布

目 次

前 言 III

引 言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 比对方案设计 1

5 结果的统计分析评价 4

附录A（资料性附录） 组织实验室间比对确定实验室方法的可靠性示例 7

前 言

本标准实验室质量管理和技术运作类标准,建议实验室将该标准与下列实验室管理和技术运作系列标准结合起来使用。

实验室人力资源管理指南

实验室安全管理指南

实验室通风柜使用指南

实验室设施和环境条件监测指南

实验室服务和供应品采购管理指南

实验室检测仪器设备维护保养指南

实验室检测仪器设备和标准物质期间核查指南

实验室样品记录及检测记录管理指南

化学分析实验室测量不确定度运用指南

化学分析实验室标准物质及标准溶液管理指南

化学分析实验室安全标志使用指南

化学分析实验室废弃物处置指南

化学分析实验室有效数字运用指南

本标准附录为资料性附录

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则进行起草。

本标准由四川省产品质量监督检验检测院提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准由四川省产品质量监督检验检测院负责解释。

本标准起草单位:四川省产品质量监督检验检测院,四川省食品药品检验检测院,成都产品质量检验研究院有限责任公司,广元市产品质量监督检验所

本标准主要起草人:郑卫东,胡 丹,李 伟,丁劲松

引 言

GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》5.9.1 要求：“……所得数据应便于发现发展趋势，如可行，应采用统计技术对结果进行审查。……”国家认证认可监督管理委员会发布的《检验检测机构资质认定评审准则》4.5.21 规定：“……通过分析质量控制的数据，当发现偏离预先判据时，应采取有计划的措施来纠正出现的问题，并防止报告错误的结果。……”

实验室现有的外部质量控制活动主要是参加能力验证计划。组织实验室间比对是实验室内部质量控制活动中重要的技术运作措施之一，如何使用统计技术对实验室间比对结果进行评价，大多数实验室存在理解和运用的难度。GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证通用的要求》中给出的部分对结果的统计评价方法适合于实验室间比对结果的评价，但文件没给出具体的运用方法。本标准给出了实验室间比对计划、组织、实施和结果评价的方法，旨在为组织实验室间比对的实验室提供操作性较强的指南。

本标准主要由术语和定义、比对方案设计、结果的统计分析评价和1个附录组成。

组织实验室间比对指南

1 范围

本标准提出了组织实验室间比对指南。

本标准适用于组织较少实验室间比对，并满足GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》、国家认证认可监督管理委员会《检验检测机构资质认定评审准则》对实验室实验室间比对的要求。

本标准提供的方法也可作为实验室内部比对，如人员比对、仪器设备比对、方法比对等的参考。

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，仅所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 4882-2001 数据的统计处理和解释 正态性检验
- 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
- GB/T 4889-2008 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验
- GB/T 10092-2009 数据的统计处理和解释 检测结果的多重比较

3 术语和定义

下列标准界定的术语和定义适用于本标准。

- GB/T 3358.1-2009 统计学词汇及符号 第一部分：一般统计术语与用于概率的术语
- GB/T 3358.2-2009 统计学词汇及符号 第2部分 应用统计
- GB/T 3358.3-2009 统计学词汇及符号 第2部分 实验设计
- GB/T 4882-2001 数据的统计处理和解释 正态性检验
- 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
- GB/T 4889-2008 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验
- GB/T 10092-2009 数据的统计处理和解释 测试结果的多重比较

4 比对方案设计

4.1 对实验室的要求

- 4.1.1 本比对方案适用于两个及以上实验室间比对，其目的是为了确定实验室所使用方法的可靠性和检测结果的准确性。
- 4.1.2 把组织比对的实验室叫做主实验室，被邀请参与比对的实验室叫做参与实验室。
- 4.1.3 如果可能，应确定一个实验室作为参照实验室，假定参照实验室的检测结果准确可靠。将其他参与实验室的检测方法与参照实验室的结果进行比较，得出参与实验室的检测方法是否准确可靠的结论。

注：很多情况下，没有任何充分的理由认为某个实验室是参照实验室，因此确定参照实验室往往不可行。

4.2 对方法和检测程序的要求

- 4.2.1 所有参与比对的实验室应尽可能使用同一方法；
- 4.2.2 选用的方法应具有可接受的重复性，不会因为环境的变化和检测人员不同、使用的试剂和消耗性材料不同而产生不可接受的差异；
- 4.2.3 所有参与比对的实验室应使用方法规定的统一程序进行检测。主实验室应在比对开始之前进行必要的试验，也可委托有能力的实验室进行这项试验。例如实施耐用性试验，以获得应进行严格控制的实验条件。必要时，应征求参与实验室的意见，尽可能在比对开始之前详细了解需要严格控制的检测条件。

4.3 对样品的要求

- 4.3.1 用于比对的样品应具有足够的均匀性和稳定性；

注：必要时，可参照CNAS-GL03：2006《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》的方法实施样品的均匀性和稳定性评价。

- 4.3.2 如果有必要并可能的情况下，样品的前处理可统一由一个实验室完成。
- 4.3.3 如果确定参照实验室不可行，应尽可能使用标准样品，如实物标准物质或具有准确的接受参考值的样品；
- 4.3.4 主实验室应正确分割样品，适当的包装及适当的样品发送运输方式，确保样品到达参与实验室不会损坏、变质影响检测。

4.4 确定重复检测次数

- 4.4.1 主实验室应预先确定重复检测的条件。即样品是在重复性条件还是在再现性条件下实施独立重复检测。

注：独立重复检测是从称取样品开始，到检测结果获取，每个重复之间相互独立。

示例：规定独立重复检测 6 次，实验室应独立称取 6 分样品，分别进行样品前期处置，分别检测，从每个样品获取数据，这些数据相互独立。

- 4.4.2 如果确定在再现性条件下独立重复检测，主实验室应规定不可改变的条件和可以改变的条件；
- 4.4.3 依据 GB/T 10092-2009《数据的统计处理和解释 检测结果的多元比较》附录 A 的要求，有两种方法可以确定重复检测的次数。

- a) 一种是根据自由度要求确定每个实验室最少检测次数，计算公式为式（1）：

$$n = \frac{f}{k} + 1 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n —各实验室重复样品检测次数；

f —自由度，一般要求自由度 $f \geq 15$ ；

k —参加实验室的个数。

- b) 另一种是根据总体标准偏差确定。当方法的总体标准偏差 σ 为已知，且实验室间检测结果有显著性差异的比较有精度要求时，用式（2）和式（3）计算重复检测次数。

对有参照实验室（参照处理）的比较：

$$n \approx \frac{2\sigma^2 [d_\alpha(k, \tilde{f})]^2}{l_\alpha^2} \dots\dots\dots (2)$$

对无参照实验室（参照处理）的比较：

$$n \approx \frac{\sigma^2 [q_\alpha(k, f)]^2}{l_\alpha^2} \dots\dots\dots (3)$$

两式中：

σ — 已知的总体标准偏差。获得此标准偏差的途径是基于经验的，例如通过协同试验得到的方法再现性标准偏差可作为典型的总体标准偏差。

k — 参与比对实验室的个数，包含主实验室。

f —自由度，一般情况下，按照自由度 $f \geq 15$ 来确定。

$d_\alpha(k, \tilde{f})$ —当显著性水平为 α ，实验室个数和自由度确定后，查 GB/T 10092-2009《数据统计处理 and 解释 检测结果的多重比较》表 B. 2 得到的参数。

$q_\alpha(k, f)$ —当显著性水平为 α ，实验室个数和自由度确定后，查 GB/T 10092-2009《数据统计处理 and 解释 检测结果的多重比较》表 B. 4 得到的参数。

l_α —人为确定的比较精度。例如：假设实验室依据欧盟相关标准检测废水中总氮，污水中总氮的限量值是 10 mg/l。许多欧盟国家推荐在该限量水平下， $s_{\tilde{N}_w}$ 应位于 5%以内。此 $s_{\tilde{N}_w}$ 可作为比较的精度加以引用。

采用式（2）和式（3）两式确定重复检测次数较为困难，所以推荐使用式式 1 的方法。

- c) 上述两种方法确定的是实验室最低检测样本数量。一般情况下，检测重复次数应尽可能的多，以不少于 8 为宜。

4.5 作业指导书或说明

4.5.1 主实验室应编制详细的作业指导书或比对说明，确保参与实验室能按统一的要求和程序实施检测；

4.5.2 作业指导书或比对说明至少以下详细内容：

- a) 收到样品后，实施检查确认的内容，填写样品确认书的要求，样品保管说明；
- b) 至少应在收到样品后多少天内完成检测及结果报送的要求；
- c) 独立重复检测的样品个数和重复性/再现性条件规定；
- d) 样品处置程序及注意事项；
- e) 详细的检测程序及重要的注意、控制事项；
- f) 数据采集、计算转换、数据修约及有效位数要求，报送结果数量要求；
- g) 报送记录的内容要求；
- h) 参与实验室在结果报送文件中，有关特殊情况说明的要求；
- i) 联系方式、联系人等；
- j) 其他必要的说明（如果有）

5 结果的统计分析评价

5.1 数据预处理

5.1.1 正态性检验

多数情况下，检测结果服从正态分布。因此，可接受检测结果服从正态分布的假定而不必进行检验。

如果认为有必要，可按照 GB/T 4882-2001 (idt ISO 5479:1997)《数据的统计处理和解释 正态性检验》提供的方法，对所有实验室的检测结果进行正态性检验。

- d) GB/T 4882-2001 第 5 章为图方法检验。此为一个简单直观的方法，便于使用。有些情况下，可能需要对数据进行对数或指数等方式转换，结果才服从正态分布。该标准给出了转换的方法。
- c) 多数情况下，无现成的实验室间比对检验数据分布背景情况资料，例如无法获得丰度和偏度的信息，所以经常使用GB/T 4882-2001第8章中的无方向检验。该标准8.1.2推荐了夏皮洛-威尔克(Shapiro-Wilk)检验和爱泼斯-普利(Epps-Pulley)检验及其选用的经验规则。当样本容量 $8 \leq n \leq 50$ 时，可选用夏皮洛-威尔克检验，小样本($n < 8$)对偏离正态分布的检验不太有效；当样本容量 $n \geq 8$ 时，可采用爱泼斯-普利检验，同样地，小样本($n < 8$)对偏离正态分布的检验不太有效。
- d) 当有几组来自于同一个总体的独立样本，每组样本的样本量相同且 $n \geq 8$ ，可使用一种修正的夏皮洛-威尔克检验，对这几组独立样本进行联合检验。见GB/T 4882-2001第9章。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/128104124141007020>