

第十五章 食品分析中的质量保证

食品分析的结果是许多重要决策的基础。如，食品企业根据原辅材料的分析结果决定接受还是拒受；根据加工过程中各个关键控制点的在线检测结果，了解食品安全控制状态，决定是否需要采取预防或纠偏措施；根据终产品的分析结果决定某批次产品是否合格，能否放行出厂，进入食品流通渠道。又如，相关政府机构根据食品分析结果进行食品质量与安全方面的监督和管理，以保护消费者健康，维护消费者合法权益。总而言之，食品分析结果的质量直接影响生产、科研、司法等重要活动。实践证明，如果没有可靠的分析质量保证措施，就不能提供可靠的分析数据，由此造成的后果可能会比没有数据更为严重。另一方面，分析人员本身也常常面临证明其分析结果的准确性或可靠性的压力，需要用分析质量保证体系来证明其有能力提供符合质量要求的分析结果。所以，分析质量保证对食品企业、食品科学研究机构、食品质量与安全管理机构以及分析人员都具有十分重要的意义。

分析质量保证（Analytical Quality Assurance, AQA）指分析测试过程中，为了将各种误差减少到预期要求而采取一系列培训、能力测试、控制、监督、审核、认证等措施的过程。因此，分析质量保证涉及许多影响分析结果的因素，例如，分析测试中使用仪器设备的性能、玻璃量器的准确性、试剂的质量、分析测量环境和条件、分析人员的素质和技术熟练程度、采样的代表性以及选用分析方法的灵敏度等等。由于整个分析过程比较复杂，不可能做到完美无缺，只要其中任何一个环节发生问题，就一定会影响测定结果的准确性，产生测量误差。虽然，随着现代科学技术水平以及分析人员素质的提高，可以将误差控制在比较小的范围内，但是，不论分析人员怎样努力，都不可能彻底消除分析过程中的误差。所以，分析质量保证是一个需要不断改进与完善的过程。

本章将从如何保证分析数据的质量、如何进行实验室质量控制等方面，阐述食品分析中质量保证的主要内容。

第一节 分析数据的质量

分析人员和利益相关各方都非常关心分析过程和分析结果是否有效和可信，或者说分析结果的质量如何。对分析结果（即分析数据）的可信程度提出疑问是很自然的，因为人们需要比较、评价或再现（复现）分析结果。但是，回答这些问题存在一定的难度，因为，影响测定结果的因素很多，而人们对各影响因素又缺乏全面的了解。在实际工作中，尽管分析人员选择最准确的分析方法、使用最精密的仪器设备，具备丰富的经验和熟练的技术，对同一样品进行多次重复分析，也不会获得完全相同的结果，更不可能得到绝对准确的结果。这就表明，误差是客观存在的。如何减少分析过程中的误差，减少分析数据的不确定度，是保证分析数据质量的关键措施。

一、误差

误差或测量误差是指测量值或测量结果与真实值之间的差异。根据误差的性质，误差可分为系统误差、偶然误差和过失误差三大类。

（1）系统误差

系统误差是由分析过程中某些固定原因造成的，使测定结果系统地偏高或偏低。常见的系统误差根据其性质和产生的原因，可将其分为方法误差、仪器误差、试剂误差、操作误差（或主观误差）等几种。

（2）偶然误差

偶然误差又称随机误差。它是由某些难以控制、无法避免的偶然因素造成的，其大小与正负值都不固定，又称不定误差。偶然误差的产生难以找到确定的原因，似乎没有规律性。

但如果进行很多次测量，就会发现其服从正态分布规律。偶然误差在分析操作中是不可避免的。

(3) 过失误差

分析工作中除上述两类误差外，还有一类“过失误差”。它是由于分析人员粗心大意或未按操作规程办事所造成的误差。在分析工作中，当出现误差值很大时，应分析其原因，如是过失误差引起的，则该结果应舍去。

二、不确定度

1. 定义

不确定度是测量不确定度的简称，指对分析结果的正确性或准确性的可疑程度。不确定度是用于表达分析质量优劣的一个指标，是合理地表征测量值或其误差离散程度的一个参数。

不确定度又叫可疑程度，习惯地俗称为“不可靠程度”。它定量地表述了分析结果的可疑程度，定量地说明了实验室（包括所用设备和条件）分析能力水平。因此，常作为计量认证、质量认证以及实验室认可等活动的重要依据之一。另外，由于通常真实值是未知的，分析结果是分析组分真实值的一个估计值。只有在得到不确定度值后，才能衡量分析所得数据的质量，才能指导数据在技术、商业、安全和法律方面的应用。。

2. 分类

不确定度是与分析结果有关的参数，在分析结果的完整表述中，应包括不确定度。不确定度可以用标准差或其倍数，或是一定置信水平下的区间（置信区间）来表示，因此就可将不确定度分为两大类：标准不确定度和扩展不确定度。

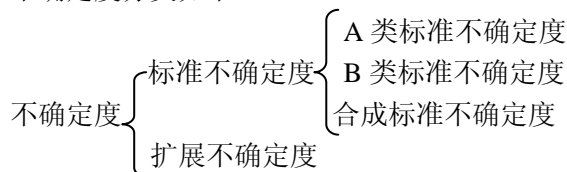
(1) 标准不确定度

用标准偏差表示的分析结果的不确定度。根据计算方法，标准不确定度又分为三类。A类标准不确定度是用统计分析方法计算的不确定度；B类标准不确定度是用不同于A类的其他方法计算的，以估计的标准差表示；而所有标准不确定度分量的合成称为合成标准不确定度，其标准偏差也是一个估计值。

(2) 扩展不确定度

扩展不确定度又称为总不确定度。它提供了一个区间，分析值以一定的置信水平落在这个区间内。扩展不确定度一般是这个区间的半宽。

不确定度分类如下：



3. 来源

在实际分析工作中，分析结果的不确定度来源于很多方面，典型的来源包括：对样品的定义不完整或不完善；分析的方法不理想；取样的代表性不够；对分析过程中环境影响的认识不周全，或对环境条件的控制不完善；对仪器的读数存在偏差；分析仪器计量性能（灵敏度、分辨力、稳定性等）上的局限性；标准物质的标准值不准确；引进的数据或其他参量的不确定度；与分析方法和分析程序有关的近似性和假定性；在表面上看来完全相同的条件下，分析时重复观测值的变化等。

典型的不确定度源包括：

(1) 取样

分析过程中在实验室或现场取样时，取样代表性不够、不同样品间的随机变化和在取样过程中潜在的偏差可导致最终结果的不确定度。

(2) 存放条件

实验样品在分析前要存放一段时间，存放条件可能影响结果。存放期限和存放条件应该作为不确定度源加以考虑。

(3) 仪器效应

如分析天平校准的准确度范围，温度控制器可能保持与它的指示设定点不同的平均温度，自动分析仪可能有滞后效应等。

(4) 试剂纯度

即使已测定了试剂的纯度，试剂溶液的浓度仍不能准确知道，因为与测定过程有关的不确定度仍存在。而有些试剂在放置过程中也会发生纯度的变化。如氢氧化钠试剂和氢氧化钠溶液在放置过程中都会和空气中的二氧化碳反应生成碳酸氢钠，纯度发生了变化。

(5) 假定的化学计算

一般分析时都要假定分析过程遵循一个特殊反应的化学计算，但这一化学计算和实际的计算还是有差异的，而且还可能发生了不完全反应或副反应。

(6) 分析条件

如分析环境温度有时会影响到分析结果，要考虑到温度的不确定度，当然，显著的温度效应必须校正。同样，在样品对可能的湿度变化敏感的情况下，湿度也会引起分析结果的不确定度。

(7) 样品效应

复杂的样品中被分析成分的回收率或仪器响应可能受到样品组成的影响，被分析成分可能进一步复合这种影响。由于复杂的成分改变了热状态或光分解效应，样品和被分析成分的稳定性在分析中也会发生变化。

(8) 计算上的影响

选择的校准模式，如对曲线的响应选择直线校准，可能会导致较大的不确定度；舍项也可能导致结果不准确。

(9) 空白校正

空白值和空白校正的合理性均存在不确定度，这在痕量分析中特别重要。

(10) 分析人员的影响

读数可能偏高或偏低。

(11) 随机效应

所有分析中都有随机因素产生的不确定度。

4. 不确定度的评估过程

不确定度的评估在原理上很简单。下面叙述了为获取分析结果的不确定度估计值所要进行的工作。这些步骤包括：

(1) 规定分析对象

清楚地写明需要分析什么，包括分析对象和分析所依赖的输入量(例如所测定的参数、常数、校准标准值等)的关系。只要可能，还应该包括对已知系统影响量的修正。该技术规定资料应在有关的标准操作程序(SOP)或其他方法描述中给出。

(2) 识别不确定度的可能来源

列出不确定度的可能来源。包括第一步所规定的关系式中所含参数的不确定度来源，但是也可以有其他来源，必须包括那些由化学假设所产生的不确定度来源。

(3) 不确定度分量的量化

测量或估计与所识别的每一个潜在的不确定度来源相关的不确定分量的大小。通常能评估或测量与大量独立来源有关的不确定度的单个分量。要考虑数据是否足以反映所有的不确定度来源，计划其他的实验和研究来保证所有的不确定度来源都得到充分的考虑。

(4) 计算合成不确定度

在第三步中得到的信息是总不确定度的一些量化分量，它们可能与单个来源有关，也可能与几个不确定度来源的合成影响有关。这些分量必须以标准偏差的形式表示，并根据有关规则进行合成，以得到合成标准不确定度。应使用适当的包含因子来给出扩展不确定度。图 15-1 表示不确定度的评估过程。

三、误差和不确定度

误差和不确定度是两个完全不同的概念。误差是本，没有误差，就没有误差的分布，就无法估计分布的标准偏差，当然也就不会有不确定度了。而不确定分析实质上是误差分析中对误差分布的分析。然而，误差分析更具广义性，包含的内容更多，如系统误差的消除与减弱等。可见，误差和不确定度紧密相关，但也有区别，其具体区别见表 15-1。

表 15-1 误差与不确定度的主要区别

序号	误差	不确定度
1	单一值	区间形式，可用于其所描述的所有分析值
2	表示分析结果相对真实值的偏离	表示分析结果的离散性
3	有正号或负号，其值为分析结果减去真实值	无符号的参数，用标准差或标准差的倍数或置信区间的半宽表示
4	客观存在，不以人的认识程度而改变	与人们对分析对象、影响因素及分析过程的认识有关
5	由于真实值未知，往往不能准确得到，当用约定真实值代替真实值时，可以得到其估计值	可以由人们根据实验、资料、经验等信息进行评定，从而可以定量估计。评定方法有 A 和 B 两类
6	按性质可分为随机误差、系统误差和过失误差三类。定义随机误差和系统误差都是无穷多次分析情况下的理想概念	不确定度分量评定时一般不必区分其性质，若需要区分时应表述为：“由随机效应引入的不确定度分量”和“由系统效应引入的不确定度分量”
7	已知系统误差的估计值时可以对分析结果进行修正。得到已修正的分析结果	不能用不确定度对分析结果进行修正，在已修正分析结果的不确定度中应考虑修正不完善而引入的不确定度

四、如何提高分析结果的准确度，减少不确定度

分析结果的准确度是指分析结果与真实值之间的一致程度。在定量分析工作中，为了使分析结果和数据有意义，就要尽量提高分析结果的准确度。因此，定量分析必须对所测的数据进行归纳、取舍等一系列分析处理（见第十六章）；同时，还需根据具体分析任务对准确度的要求，合理判断和正确表述分析结果的可靠性与精密度以及分析的不确定度。为此，分析人员应该了解分析过程中产生误差的原因及误差出现的规律，并采取相应的措施减小误差，使分析结果尽量地接近客观的真实值。

从前面有关误差的讨论中可知，在分析测试过程中，不可避免地存在误差和不确定度。那么如何尽可能地减小分析误差和分析的不确定度，提高分析结果的准确度呢？下面结合实际情况简单地予以讨论。

1. 选择合适的分析方法

各种分析方法的准确度和灵敏度是不同的，在实际工作中要根据具体情况和要求来选择分析方法。化学分析法中的重量分析和滴定分析相对于仪器分析而言，准确度高，但灵敏度低，适用于质量分数高的组分的测定。而仪器分析方法相对而言灵敏度高，准确度高，因此它适于质量分数低的组分的测定。例如有一试样铁的质量分数为 40.10%，若用重铬酸钾法滴定铁，其方法的相对误差为 $\pm 0.2\%$ ，则铁的质量分数范围是 40.02%~40.18%。若采用分

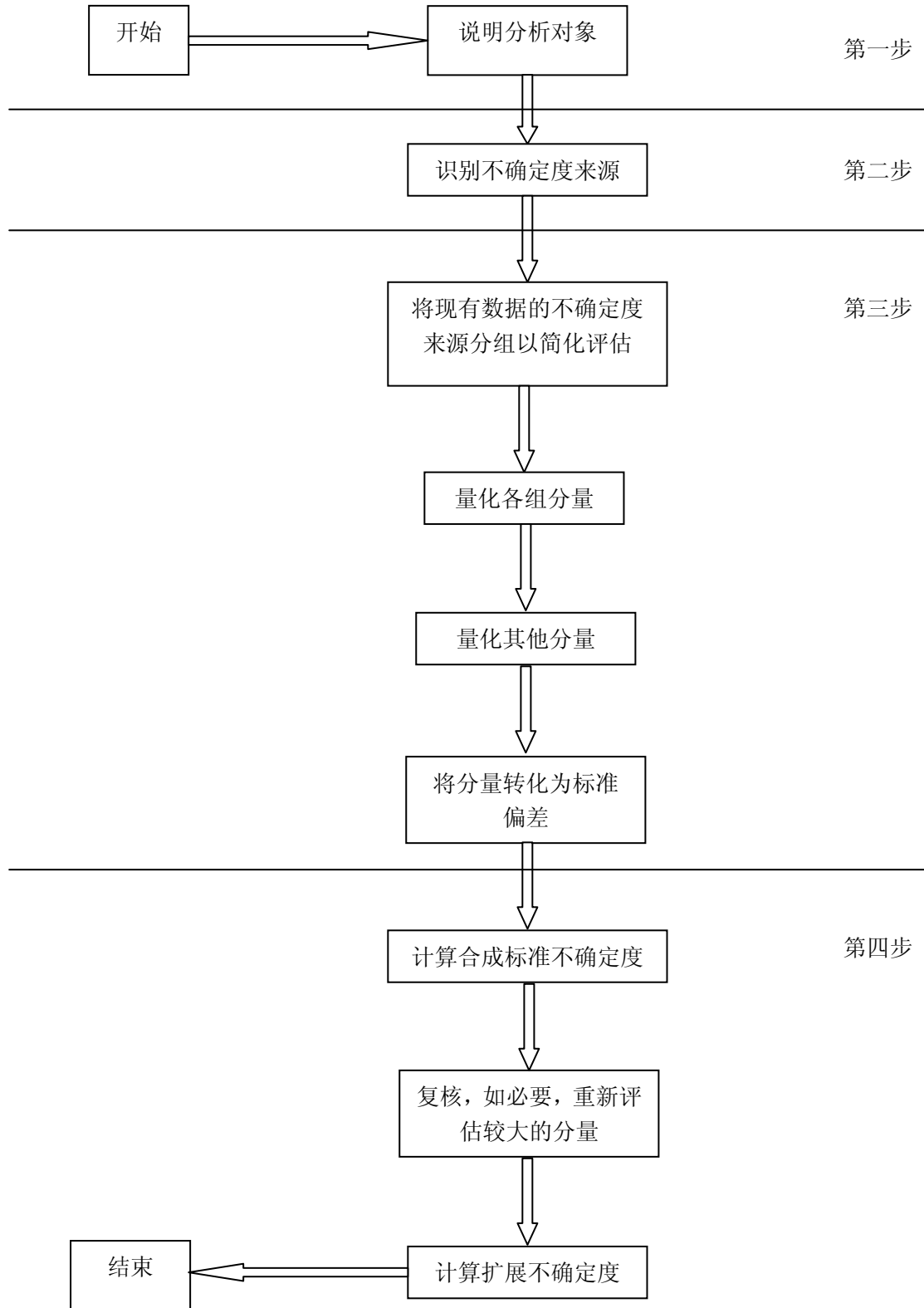


图 15-1 不确定度的评估过程

分光光度法测定，其方法的相对误差约为±2%，则铁的质量分数范围是39.3%~40.9%，很明显，后者的误差大得多。如果试样中铁质量分数为0.50%，用重铬酸钾法滴定无法进行，也就是说方法的灵敏度达不到。而分光光度法，尽管方法相对误差为±2%，但质量分数低，其分析结果绝对误差低，为 $0.02 \times 0.5\% = 0.01\%$ ，测得的范围为0.49%~0.51%，这样的结果是符合要求的。

2.减少测定误差

为了保证分析测试结果的准确度，必须尽量减少测量误差。例如，在分析滴定中，用碳酸钠基准物标定 $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$ 标准溶液，分析步骤中先是用分析天平称取碳酸钠的质量，然后读出滴定管HCl溶液的体积。

分析天平的一次称量误差为±0.0001g，采用递减法称量两次，为使称量时相对误差小于0.1%，称量质量不能太小，至少应为

$$\text{试样质量} = \text{绝对误差} / \text{相对误差} = \frac{2 \times 0.0001 \text{ g}}{0.1\%} = 0.2 \text{ g}$$

滴定管的一次读数误差为±0.01 mL，在一次滴定中，需要读二次。为使滴定时相对误差小于0.1%，消耗的体积至少应为

$$\text{滴定体积} = \frac{2 \times 0.01 \text{ mL}}{0.1\%} = 20 \text{ mL}$$

所以，为了减少称量和滴定的相对误差，在实际工作中，称取碳酸钠基准物质量为0.25~0.35 g范围，使滴定体积在30 mL左右。

应该指出，不同的分析方法准确度要求不同，应根据具体情况，来控制各测量步骤的误差，使测量的准确度与分析方法的准确度相适应。例如，用分光光度法测定微量组份，方法的相对误差为±2%，若称取0.5g试样时，试样的称量误差小于 $0.5 \times \pm \frac{2}{100} = \pm 0.01 \text{ (g)}$ 就行了，没有必要像滴定分析法那样强调称准至±0.0001 g。但是，为了使称量误差可以忽略不计，最好将称量的准确度提高约一个数量级，称准至±0.001 g就足够了。

此外，在比色分析中，样品浓度与吸光度之间往往只在一定范围内呈线性关系，分光光度计读数时也只有在一定吸光度范围内才准确。这就要求测定时样品浓度在这个线性范围内，并且读数时应尽可能在这一范围内，以提高准确度。可以通过增减取样量或改变稀释倍数等来达到这一目的。

3.增加平行测定次数，减少随机误差

由前面的讨论可知，在消除了系统误差的前提下，平行测定次数越多，平均值越接近真实值。因此，增加平行测定次数，可减少随机误差，但测定次数过多，工作量加大，随机误差减小不大，故一般分析测试，平行3~4次即可。

4.消除测量过程中系统误差

在分析工作中，有时平行测定结果非常接近，分析的精密度很高，但用其他可靠方法检查后，发现分析结果准确度并不高，这可能就是因为分析中产生了系统误差。因此，在分析工作中必须十分重视系统误差的消除。系统误差产生的原因是多方面的，可根据具体情况采用不同的方法来检验和消除系统误差。

一般采用对照试验来检验分析过程中有无系统误差。对照试验有以下几种类型。

(1)选择组成与试样组成相近的标准试样进行分析，将测定结果与标准值比较，用t-检验法来确定是否存在系统误差。

由于标准试样的数量和品种有限及价格因素，所以一些单位又自制了一些“管理样”，以此代替标准试样进行对照分析。管理样事先经过反复多次分析，其中各组分的含量也是比较可靠的。此外，有时也可以自行配制“人工合成试样”来进行对照分析，它是根据试样的

大致成分由纯化合物配制而成。配制时，要注意称量准确，混合均匀，以保证被测组分含量的准确性。

(2)采用标准方法和所选方法同时测定某一试样，用 F -检验法和 t -检验法来判断是否存在系统误差。这里的标准方法一般是国家颁布的标准分析方法或公认的经典分析方法。

(3)如果对试样的组成不完全清楚，则可以采用“加入回收法”进行对照试验。即取两份等量的试样，向其中一份加入已知量的被测组份，进行平行试验，看看加入的被测组份是否定量地回收，根据回收率的高低可检验分析方法的准确度，并判断分析过程是否存在系统误差。

(4)采用训练有素的分析人员的分析结果来做对照，找出其他分析人员的习惯性操作失误所产生的系统误差。

若通过以上对照试验。确认有系统误差存在，则应设法找出产生系统误差的原因，根据具体情况，采用下列方法加以消除。

(1)作空白试验消除试剂、去离子水带进杂质所造成的系统误差。即在不加试样的情况下，按照试样分析操作步骤和条件进行试验，所得结果称为空白值。从试样测试结果中扣除此空白值，就得到比较可靠的分析结果。

(2)校准仪器以消除仪器不准确所引起的系统误差。如对砝码、移液管、滴定管、容量瓶等进行校准。

(3)标定溶液。分析中所用的各种标准溶液（尤其是容易变化的试剂）应按规定定期标定，以保证标准溶液的浓度和质量。

(4)测定结果的校正。例如用 Fe^{2+} 标准溶液滴定钢铁中铬时，钒也一起被滴定，产生正系统误差，可选用其他适当的方法测定钒，然后以每 1% 钒相当 0.34% 铬进行校正，从而得到铬的正确结果。此外，还可以用上面所介绍的加入回收法测定回收率，利用所得的回收率对样品的分析结果加以校正。

5. 标准曲线的回归

在用比色法、荧光法、色谱法等进行分析时，常需配置一套具有一定梯度的标准系列，测定其参数（吸光度、荧光强度、峰高等），绘制参数与浓度之间的关系曲线，称为标准曲线。在正常情况下，标准曲线应该是一条穿过原点的直线。但在实际测定中，常出现偏离直线的情况，此时可用最小二乘法求出该直线的方程，就能最合理地代表此标准曲线。

用最小二乘法计算直线回归方程的公式如下：

$$y = bx + a$$

$$b = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sum (x - \bar{x})^2} = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$a = \bar{y} - b \bar{x} = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum xy \sum x}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$r = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \sum (y_i - \bar{y})^2}} = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n \sum x^2 - (\sum x)^2][n \sum y^2 - (\sum y)^2]}}$$

式中 n ——测定点的次数；

x ——各点在横坐标上的值（自变量）

y ——各点在纵坐标上的值（因变量）

b ——直线斜率

a ——直线在 y 轴上的截距

r ——线性相关系数

其中相关系数 r 要进行显著性检验，以检验分析结果的线性相关性。

利用这种方法不仅可以求出平均的直线方程，还可以检验结果的可靠性。实际上可以直接应用回归方程进行测定结果的计算，而不必根据标准曲线来计算。

第二节 分析测试中的质量保证

国家标准 GB6583.1—86 中对质量保证 (quality assurance, QA) 的定义是“为使人们确信某一产品或服务能满足规定的质量要求所必需的有计划、有系统的全部活动”。所以分析测试中的质量保证是为了使分析测试结果更好地反映真实值，其具体目的是把分析中的误差控制在容许的限度内，保证测量结果的精密度和准确度，使分析数据在给定的置信水平内，有把握达到所要求的质量。

一般分析测试活动是在实验室中进行的，所以分析测试中的质量保证包括实验室内部质量保证和实验室外部质量保证。其中质量保证活动包括质量控制和质量评定两方面的内容。质量控制是指为使测量达到质量要求所需遵循的步骤；而质量评定是指用于检验质量控制系统处于允许限度内的工作和评价数据质量的步骤。

一、实验室内部质量保证

1. 实验室内部质量控制

质量控制是质量保证中的核心部分，实验室内质量控制是保证实验室提供可靠分析结果的关键，也是保证实验室间（实验室外部）质量控制顺利进行的基础。

实验室内质量控制技术包括从试样的采集、预处理、分析测定到数据处理的全过程的控制操作和步骤。质量控制的基本环节有：人员素质；仪器设备；实验室环境；采样及样品处理；试剂及原材料；测量方法和操作规程；原始记录和数据处理；技术资料及必要的检查程序等。

(1) 人员素质

分析人员的能力和 experience 是保证分析测试质量的首要条件。随着现代分析仪器的应用，对人员的专业水平要求更高。实验室应按合理的比例配备高、中和初级技术人员，各自承担相应的分析测试任务。还要有一位勤勤恳恳、努力工作、联系群众、既有一定的理论基础，又有丰富工作经验的负责抓质量保证的实验室主任。实验室工作人员必须具有一定的化学知识并经过专门培训，还要不断地对各类人员继续进行业务技术培训，并为每一位工作人员建立技术业务档案，包括学历、能承担的分析任务项目、撰写的论文与技术资料、参加的学术会议、专业培训（包括短训班、夜大学、进修有关的课程、研讨会）与资格证明、工作成果、考核成绩、奖惩情况等。这些个人技术业务档案不仅是对个人业务能力的考核，也是显示本实验室水平的重要基础，是社会认可本实验室的重要依据。

(2) 仪器设备

仪器设备是实验室不可缺少的重要的物质基础，是开展分析工作的必要条件。分析检测的成功与失败，常与使用的仪器设备密切相关。现在，专门的仪器设备正在迅速地替代通用设备。因此，某些种类的分析检测就只能在有这些仪器设备的实验室中进行。

实验室的仪器设备必须适应实验室的任务要求，与其业务范围相适应。应根据实验室任务的需要，选择合适的仪器设备，没有必要盲目地追求仪器设备的档次。不应购进备而不用仪器设备。

当然，要产生质量好的数据，只有合适的仪器设备是不够的，还必须正确地使用和保养好这些仪器设备，使仪器设备产生误差的因素处于控制之下，才能得到合乎质量要求的数据。详细规定和操作可参阅有关实验室工作手册。

(3) 实验室管理

(a) 组织管理与质量管理的 9 项制度

①技术资料档案管理制度，要经常注意收集本行业和有关专业的技术性书刊和技术资料，以及有关字典、辞典、手册等必备的工具书，这些资料在专柜保存，由专人管理，负责购置、登记、编号、保管、出借、收回等工作；②技术责任制和岗位责任制；③检验试验工作质量的检验制度；④样品管理制度；⑤设备、仪器的使用、管理、维修制度；⑥试剂、药品以及低值易耗品的使用管理制度；⑦技术人员考核、晋升制度；⑧试验事故的分析 and 报告制度；⑨安全、保密、卫生、保健等制度。

(b) 实验室环境管理

①实验室的环境应符合装备技术条件所规定的操作环境的要求，如要防止烟雾、尘埃、震动、噪声、电磁、辐射等可能的干扰；②保持环境的整齐清洁。除有特殊要求外，一般应保持正常的气候条件；③仪器设备的布局要便于进行操作和记录测试结果，并便于仪器设备的维修。

(c) 文件和记录管理

在实验室分析过程中测试的方法、步骤、程序、注意事项、注释、修改的内容、以及测试结果和报告等都要有文字记载，装订成册，以供使用与引用。对所采用的测试方法要进行评定。

①对原始记录的要求：原始记录是对检测全过程的现象、条件、数据和事实的记载。原始记录要做到记录齐全、反映真实、表达准确、整齐清洁。记录要用编有页码的记录本或按规定印制的原始记录单，不得用白纸或其他记录纸替代；原始记录不准用铅笔或圆珠笔书写，也不准先用铅笔书写后再用墨水笔描写；原始记录不可重新抄写，以保证记录的原始性；原始记录不能随意涂改或销毁，必须涂改的数据，涂改后应签字盖章，正确的数据写在划改数据的上方。检验人员要签名并注明日期，负责人要定期检查原始记录并签上姓名与检查日期。

②对实验报告的要求：要写明实验依据的标准；实验结论意见要清楚；实验结果要与依据的标准及试验要求进行比较；样品有简单的说明；实验分析报告要写明测试分析实验室的全称、编号、委托单位或委托人、交样日期、样品名称、样品数量、分析项目、分析批号、实验人员、审核人员、负责人等签字和日期、报告页数。

③收取试样的登记：试样要编号并妥善保管一定时间。试样应贴有标签，标签上记录编号、委托单位、交样日期、试验人员、试验日期、报告签发日期以及其他简要说明。

(4) 技术资料

实验室的技术资料需妥善保管以备用，这些资料主要有：①测试分析方法汇编；②原始数据记录本及数据处理；③测试报告的复印件；④试验室的各种规章制度；⑤质量控制图；⑥考核样品的分析结果报告；⑦标准物质、盲样；⑧鉴定或审查报告、鉴定证书；⑨质量控制手册、质量控制审计文件；⑩分析试样需编号保存一定时间；以便查询或复检；试验室人员的技术业务档案。

2. 实验室内部质量评定

质量评定是对分析过程进行监督的方法。实验室内部质量评定是在实验室内由本室工作人员所采取的质量保证措施,它决定即时的测定结果是否有效及报告能否发出。主要目的是为了监测实验室分析数据的重复性(即精密度)和发现分析方法在某一天出现的重大误差,并找出原因。

实验室内部的质量评定可采用下列方法:

- (1) 用重复测试样品的方法来评价测试方法的精密度。
- (2) 用测量标准物质或内部参考标准中组分的方法来评价测试方法的系统误差。

(3) 利用标准物质, 采用交换操作者、交换仪器设备的方法来评价测试方法的系统误差, 可以评价该系统误差是来自操作者、还是来自仪器设备。

(4) 利用标准测量方法或权威测量方法与现用的测量方法测得的结果相比较, 可用来评价方法的系统误差。

二、实验室外部质量保证

实验室外部质量保证是在实验室内部质量保证的基础上, 检验实验室内部质量保证的效果, 发现与消除系统误差, 使分析结果具有准确性与可比性。外部质量保证措施是发现和消除本实验室监测工作各环节的系统误差, 提高工作水平, 确保监测结果的准确性、科学性和可比性的必要手段。一般这两类质量保证和质量控制是穿插进行的, 特别是对于在全国范围内普遍开展的监测工作, 仅仅依靠实验室内部的质量保证是不够的, 必须建立一个良好的外部质量保证和控制体系, 定期对全国各实验室分析数据实施外部质量控制和质量评定。例如, 为确保某一全国性的分析检测质量, 可自上而下地建立一个质量保证体系, 在省级范围内每年开展 1—2 次外部质量控制和质量评定, 使各实验室的日常分析工作保质保量地进行。

1. 外部质量控制

外部质量控制措施主要包括以下内容:

(1) 加强信息交流, 注意国际国内有关分析标准、规范、方法和理论、概念的变化, 及时使用分析工作的新的国家和行业标准和规定。

(2) 广泛收集国际国内权威机构公布的各种技术参数。在分析工作中应该选用法定的、通用的、可靠的参数。

(3) 积极参加各种分析比对。对业已成熟的分析项目, 原则上规定参加国际国内比对及参加区域性或实验室之间比对不少于每年一次。对于条件尚不成熟的项目应积极参加区域性或实验室之间的比对。比对的方式可以分为仪器比对、方法比对和同类仪器相同方法的技术比对。通过比对结果的分析, 寻找原因、总结经验, 提高分析质量。

(4) 接受权威机构组织的检查考核。考核可以是对整个分析工作的全面检查, 而不仅仅是对分析结果的比较。如国家质量技术监督局组织的定期和不定期的计量认证检查。

(5) 抽取一定比例的样品送权威实验室外检。对于大样本的分析项目, 这是保证总体分析质量的必要手段。

(6) 对于本实验室的标准物质和器具, 包括标准物质、仪器、仪表、容器等必须定期进行检定或校验, 保证量值溯源的可靠性。

2. 外部质量评定

实验室外部质量评定是多家实验室分析同一样本并由外部独立机构收集和反馈实验室上报结果、评价实验室能力的过程。外部质量评定的主要目的是测定一实验室的结果与其它实验室结果之间存在的差异(偏差), 建立实验室间测定的可比性。它是对实验室测定结果的回顾性评价。分析质量的外部评定是很重要的。它可以避免实验室内部的主观因素, 评价分析系统的系统误差的大小; 它是实验室水平的鉴定、认可的重要手段。

实验室外部质量评定主要用途包括以下几个方面: 评价实验室的分析能力; 监控实验室可能出现的技术问题; 改正存在的问题; 改进分析能力、实验方法和与其它实验室的可比性; 教育和训练实验室工作人员; 作为实验室质量保证的外部监督工具。

外部评定可采用实验室之间共同分析一个试样、实验室间交换试样以及分析从其他实验室得到的标准物质或质量控制样品等方法。

标准物质为比较分析系统和比较各实验室在不同条件下取得的数据提供了可比性的依据, 它已被广泛认可为评价分析系统的最好的考核样品。

由主管部门或中心实验室每年一次或二次把考核样品(常是标准物质)发放到各实验

室，用指定的方式对考核样品进行分析测试，可依据标准物质的标准值及其误差范围来判断和验证各实验室分析测验的能力与水平。

用标准物质或质量控制样品作为考核样品，对包括人员、仪器、方法等在内的整个测量系统进行质量评定，最常用的方法是采用“盲样”分析。盲样分析有单盲和双盲两种。所谓单盲分析是指考核这件事是通知被考核的实验室或操作人员的，但考核样品真实组分含量是保密的。所谓双盲分析是指被考核的实验室或操作人员根本不知道考核这件事，当然更不知道考核样品组分的真实含量。双盲考核的要求要比单盲考核高。

如果没有合适的标准物质作为考核样品时，可由管理部门或中心实验室配制质量控制样品，发放到各实验室。由于质量控制样品的稳定性（均匀性）都没有经过严格的鉴定，又没有准确的标准值，在评价各实验室数据时，管理部门或中心实验室可以利用自己的质量控制图。其控制图中的控制限一般要大于内部控制图的控制限。因为各实验室使用了不同的仪器、试剂、器皿等，实验室之间的差异总是大于一个实验室范围内的差异。如果从各实验室能得到足够多的数据时，也可以根据置信区间来评价各实验室的分析测试质量水平，也可以从各实验室之间的控制图来进行评价。

三、质量控制图

近年来质量控制图愈来愈多地被用来控制与评估分析测试的质量。质量控制图建立在实验数据分布接近于正态分布（高斯分布）的基础上，把分析数据用图表形式表现出来，纵坐标为测量值，横坐标为测量值的次序（次数）。

过去人们采用假定是精确的分析方法来检查样品的变异性，评估分析测试的结果。目前，则是用组成均匀、稳定的与试样基体相似的标准物质来检查分析方法的变异性，评估与控制分析测试的质量。

1. 质量控制图的作用

质量控制图有三个作用：①它是分析系统性能的系统图表记录，可用来证实分析系统是否处于统计控制状态之中，并可以找出质量变化的趋势；②是对分析系统中存在的问题找出原因的有效方法；③可积累大量的数据，从而得到比较可靠的置信限。

2. 质量控制图的分类

质量控制图的形式有 x （测量值）质量控制图、 \bar{x} （平均值）质量控制图和 R （极差）质量控制图等。

（1） x 质量控制图

这种控制图的纵坐标为测量值，横坐标为测量值的次序。中线可以是以前测量值的平均值，也可以是标准物质的标准值（即总体平均值） μ 。其警戒限和控制限分别为：

警戒限（线）：警戒上限（线） $\bar{x} + 2s$ （或 2σ ）

警戒下限（线） $\bar{x} - 2s$ （或 2σ ）

控制限（线）：控制上限（线） $\bar{x} + 3s$ （或 3σ ）

控制下限（线） $\bar{x} - 3s$ （或 3σ ）

分析测试中测量值的平均值 \bar{x} 与标准物质的标准值 μ 之间不完全相等，这是正常的。但二者之间的差异不能太大。如果标准物质的标准值落在平均值与警戒限之间一半高度以外去了，即 $|\bar{x} - \mu| > 1s$ 时，说明分析系统存在明显的系统误差，这是不能允许的，此时的控

制图不予成立。应该重新检查方法、试剂、器皿、操作、校准等各个方面，找出误差原因之后，采取纠正措施，使平均值尽可能地接近标准物质的给出值。

为了画好一张质量控制图，首先必须要有稳定、均匀、具有与分析试样相似基体的标准物质标样。通常标准物质价格较高，而且为了确保标准物质的稳定性，还必须保存在低温、惰性气体、避光、或湿度控制的条件下。因此，它不用于常规分析。常规质量控制时是用一定浓度的分析物来配制液态基体作为质量控制样品。

其次，必须用同一方法对同一标准物质（或质量控制样品）至少测定 20 个结果，而且这 20 个结果不能是同一次测定得到的，应是多次测定积累起来的。一般推荐的方法是，每分析一批样品插入一个标准物质，或者在分析大批量的样品时间隔 10~20 个样品插入一个标准物质，待标准物质的分析数据积累到 20 个时，求出这 20 个测量值的平均值 \bar{x} 和标准偏差 s 。质量控制图上纵坐标为各次测量值，水平实线对应于平均值 \bar{x} ，水平虚线对应于标准物质的标准值 μ ，横轴为测定标准物质的次序。1 代表第 1 个标准物质的测量值，2 代表第 2 个标准物质的测量值……。接着，画以 $\bar{x} \pm 2s$ 为警戒限的水平虚线，和画以 $\bar{x} \pm 3s$ 为控制限的水平实线，即得质量控制图。

例：用某标准方法分析还原糖质量浓度为 $0.250 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的标准物质溶液，得到下列 20 个分析结果：0.251、0.250、0.250、0.263、0.235、0.240、0.260、0.290、0.262、0.234、0.229、0.250、0.283、0.300、0.262、0.270、0.225、0.250、0.256、0.250 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)。

上述数据求得平均值 $\bar{x} = 0.256 \text{ mg/L}$;

标准偏差 $s = 0.020 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$;

标准物质标准值 $\mu = 0.250 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$;

控制限 $\bar{x} \pm 3s = (0.256 \pm 0.060) \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$;

警戒限 $\bar{x} \pm 2s = (0.256 \pm 0.040) \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

按前文所述方法画出的质量控制图如图 15-3。

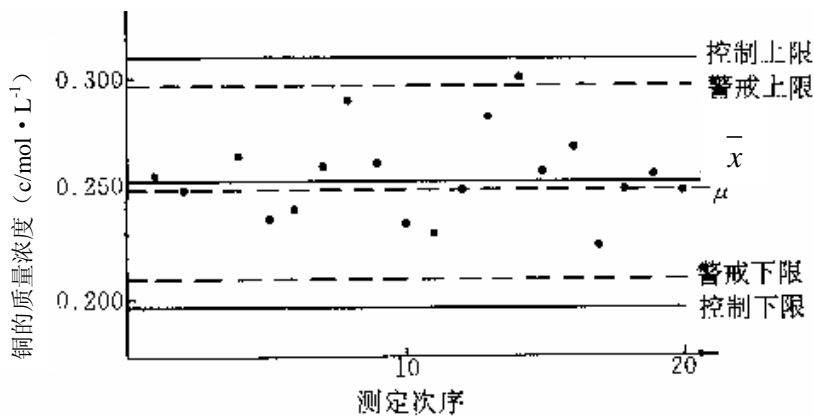


图 15-3 溶液中还原糖含量的分析数据的质量控制图

控制图在使用过程中，随着标准物质（或质量控制样品）测定次数的增加，在适当的时间（通常再次累积到与先前建立控制图的测定次数差不多时），将以前用过的和随后陆续累积的测定数据再重新合并计算，确定控制限，画出新的控制图。以此类推地进行下去。随着测

定次数的增加, 平均值的变化可能不大, 而标准偏差 s 和总体标准偏差 σ 趋向一致, 警戒限和控制限也将逐渐地靠拢。这样确定的控制限, 不仅包括过去的测量值, 而且还包括目前的测量值, 能较真实地反映分析系统的特性与确定分析系统的置信限。

(2) \bar{x} 质量控制图

\bar{x} 平均值控制图的画法与 x 质量控制图的画法完全相似。在 \bar{x} 平均值质量控制图中:

中线为 \bar{x} 值

警戒限为 $\bar{x} \pm \frac{2}{3} (A_2 \bar{R})$

控制限为 $\bar{x} \pm A_2 \bar{R}$

式中 \bar{R} ——极差的数学平均值;

A_2 ——计算 3σ 控制限的参数值, 见表 15-2。

表 15-2 计算 3σ 控制限的参数值

样品测定数 n	\bar{x} 图的控制参数 A_2	R 图的控制参数		样品测定数 n	\bar{x} 图的控制限参数 A_2	R 图的控制参数	
		D_3	D_4			D_3	D_4
2	1.880	0	3.267	13	0.249	0.308	1.692
3	1.023	0	2.575	14	0.235	0.329	1.671
4	0.729	0	2.282	15	0.223	0.348	1.652
5	0.577	0	2.115	16	0.212	0.364	1.636
6	0.483	0	2.004	17	0.203	0.379	1.621
7	0.419	0.076	1.924	18	0.194	0.392	1.608
8	0.373	0.136	1.864	19	0.187	0.404	1.596
9	0.337	0.184	1.816	20	0.180	0.414	1.586
10	0.308	0.223	1.777	21	0.173	0.425	1.575
11	0.285	0.256	1.744	22	0.167	0.434	1.566
12	0.266	0.286	1.716	23	0.162	0.443	1.557

\bar{x} 质量控制图与 x 质量控制图比较有两个优点: ① \bar{x} 质量控制图对非正态分布是很有用的, 当平行测量次数足够多时, 非正态分布的平均值基本上是遵循正态分布的; ② \bar{x} 值是 n 个测量值的平均值, 所以不受单个测量值的影响, 即使有偏离较大的单个测量值存在, 影响也不大。

\bar{x} 质量控制图比 x 质量控制图更为稳定。但 \bar{x} 质量控制图有增加测定次数、增加成本的缺点。

(3) R 质量控制图

对于常规的大量分析, 由于成分、分析物或基体的不稳定性和其他原因难于获得合适的标准物质。在缺乏质量控制标准物质的情况下, R 质量控制图是测试分析质量控制的主要

方法。

R 质量控制图的绘制步骤:

周期地将样品一分为二, 平行测定一系列样品中被分析物浓度。测定 20 个样品左右, 计算极差 R (这里实际上是两个测量值之差)。每个样品可进行二次以上的平行测定, 但考虑到实际情况、经济效益等, 一般平行测定只作两次, 然后计算极差的平均值 \bar{R} 。

在 R 质量控制图中:

中线为 \bar{R} 值

警戒上限 (线) 为 $\frac{2}{3}(D_4\bar{R} - \bar{R})$

控制上限 (线) 为 $D_4\bar{R}$

控制下限 (线) 为 $D_3\bar{R}$

D_3 、 D_4 参数可由表 15-2 查出。

例: 积累 20 对平行测定的数据 (%) 如下。

测定次序	x_i	x_i'	平均值 \bar{x}_i	极差 R_i	测定次序	x_i	x_i'	平均值 \bar{x}_i	极差 R_i
1	0.501	0.491	0.496	0.010	11	0.523	0.516	0.520	0.007
2	0.490	0.490	0.490	0.000	12	0.500	0.512	0.506	0.012
3	0.479	0.482	0.480	0.003	13	0.513	0.503	0.508	0.010
4	0.520	0.512	0.516	0.008	14	0.512	0.497	0.504	0.015
5	0.500	0.490	0.495	0.010	15	0.502	0.500	0.501	0.002
6	0.510	0.488	0.499	0.022	16	0.506	0.510	0.508	0.004
7	0.505	0.500	0.502	0.005	17	0.485	0.503	0.494	0.018
8	0.475	0.493	0.484	0.018	18	0.484	0.487	0.486	0.003
9	0.500	0.515	0.508	0.015	19	0.512	0.495	0.504	0.017
10	0.498	0.501	0.500	0.003	20	0.509	0.500	0.504	0.009

$\sum \bar{x}_i = 10.005$ $\sum R_i = 0.191$

先求出平均值 $\bar{x} = \frac{10.005}{20} = 0.500$ (%)

平均极差 $\bar{R} = \frac{0.191}{20} = 0.0096 \approx 0.010$ (%)

由表 15-2 中查得 $n=2$ 时的 $A_2=1.880$, $D_3=0$, $D_4=3.267$ 。可计算出 \bar{x} 质量控制图的:

$$\text{控制限 } \bar{x} \pm A_2 \bar{R} = 0.500 \pm 0.019$$

$$\text{警戒限 } \bar{x} \pm \frac{2}{3} (A_2 \bar{R}) = 0.500 \pm 0.012$$

另外, 可计算 R 质量控制图的:

$$\text{控制上限 } D_4 \bar{R} = 0.033$$

$$\text{控制下限 } D_3 \bar{R} = 0$$

$$\text{警戒上限为 } \frac{2}{3}(D_4 \bar{R} - \bar{R}) = 0.025$$

根据上述数据可画出 \bar{x} 质量控制图 (图 15-4) 和 R 质量控制图 (图 15-5)。

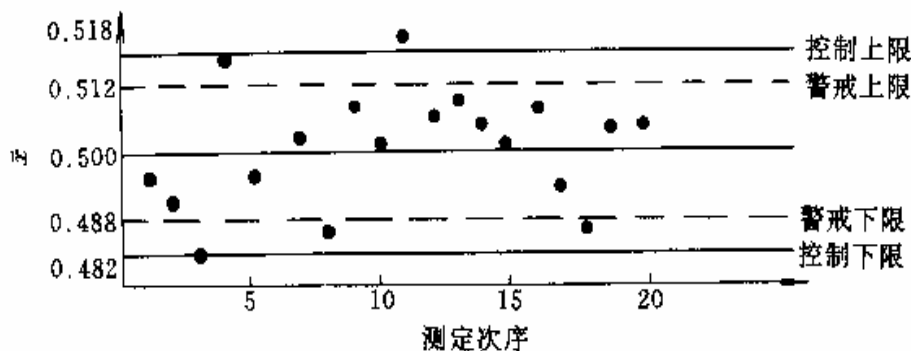


图 15-4 \bar{x} 质量控制图

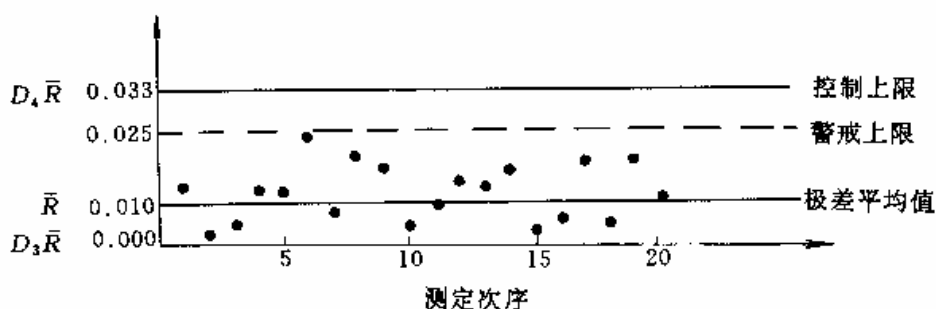


图 15-5 R 质量控制图

3. 质量控制图的使用

在制得质量控制图之后, 日常分析中把标准物质 (或质量控制样品) 与试样在同样条件下进行分析测定。

如果标准物质 (或质量控制样品) 的测定结果落在警戒限之内, 说明测量系统正常, 试样测定结果有效。如果标准物质 (或质量控制样品) 的测定结果落在控制限之内, 但又超出警戒限时, 试样测定结果仍应认可。这种情况是可能发生的。因为 20 次测定中允许有一次超出警戒限。假如超出警戒限的频率远低于或高于 5%, 说明警戒限的计算有问题, 或者分析系统本身的精密度得到了提高或恶化。

如果标准物质 (或质量控制样品) 的测定结果落在控制限之外, 说明该分析系统已脱离控制了, 不再处于统计控制状态之中。此时的测试结果无效。应该立即查找原因, 采取措施, 加以纠正, 再重新进行标准物质 (或质量控制样品) 的测定, 直到测试结果落在质量控制限之内, 才能重新进行未知样品的测定。如果脱离控制后, 未能找到产生误差的原因, 用标准物质 (或质量控制样品) 再测定校正一次。结果正常了, 那么可认为上次测定结果超出

控制限是由于偶然因素或可能是某种操作错误引起的。

有关质量控制图的一个重要实际问题是分析标准物质的次数问题。根据经验表明，假如每批试样少于 10 个，则每一批试样应加入分析一个标准物质。假如每批试样多于 10 个，每分析 10 个试样至少应分析一个标准物质。

控制图在连续使用过程中，除了单个判断分析系统是否处于统计控制状态，还要在总体点的分布和连续点的分布上，对测量系统是否处于统计状态作出判断。

(1) 数据点应均匀分布于中线的两侧，如果在中线的某一侧上出现的数据点明显多于另一侧的数据点时，则说明测量系统存在问题。

(2) 如果有 2 / 3 的数据点落在警戒限之外，则测量系统存在问题。

(3) 如果有 7 个数据点连续出现在中线一侧时，说明测量系统存在问题。根据概率论，连续出现在一侧有 7 个点的可能性仅为 1 / 128。

4. 质量控制图用于寻找发生脱离控制的原因

由于控制图积累了大量数据，从趋势的变化上有助于找到发生脱离统计控制的原因。

如图 15-6 所示，在 \bar{x} 控制图上的数据点尽管均在控制限之内，但有部分数据点较分散，常常超过警戒线，而且较集中于某段时间内。经分析，把数据点分成白天和晚上两个小组，几个循环下来，可以看出晚上测定精度不如白天的精度好。然后找出原因，是由于晚上的温度控制不及白天好。于是采取了加强晚上温度控制的校正措施之后，晚上的精度得到了提高，控制图中的数据点分布又趋于正常了。

又如图 15-7 所示，在 \bar{x} 控制图上发现数据点有一段突然向上偏移（见图 15-7 的中段数据点）。这部分数据点的精密度尚好，但数值突然增大了许多。经多方寻找原因，原来是原有的质量控制样品被玷污。换了新的质量控制样品后，数据点有恢复正常了。

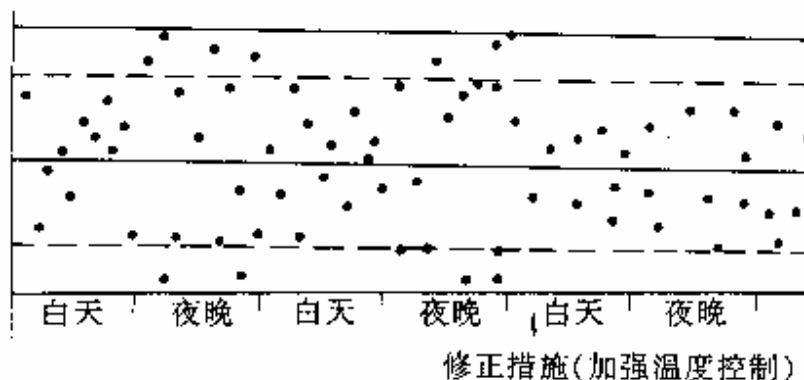


图 15-6 \bar{x} 控制图中数据点随时间变化的情况

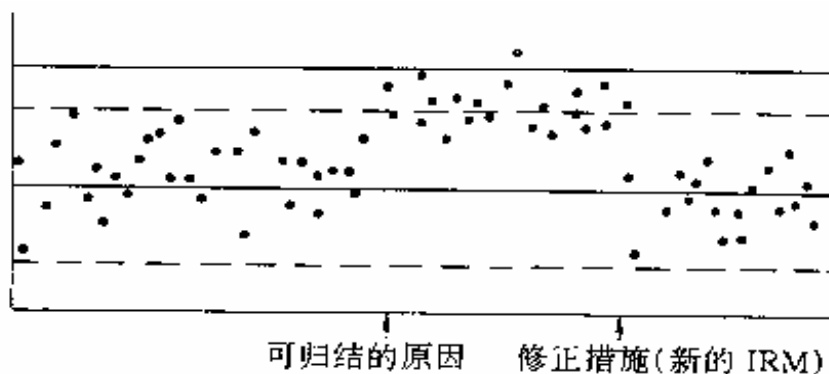


图 15-7 \bar{x} 控制图中数据点突然偏高情况

5. 质量控制图的应用范例

分析测试中质量控制图的应用广泛，现举例介绍如下。

(1) 标准物质的质量控制图：它可对分析系统作周期性的检查，以确定测定的准确度和精密度的情况。

(2) 质量控制样品的质量控制图：它可对分析系统的稳定性作定期检查，以确定分析系统的精度情况。此时可不必需要质量控制样品的组分的准确含量。

(3) 平行样品的质量控制图：它可对分析系统的稳定性作检查，以确定测定的精度情况。此时也可不需要样品的组分准确含量。

(4) 典型试验溶液的质量控制图：由于试验溶液制备容易，又不包括样品处理步骤在内，因此它不能检查整个系统过程的稳定性，而只能检查仪器的稳定性，可以确定分析仪器的精度情况。

(5) 仪器工作特性的质量控制问题：例如对分光光度计的滤光片透过率作控制图，可检查滤光片透过率的精度情况。

(6) 对操作者作的控制图：可以考核操作者操作的稳定性，尤其对新参加分析工作人员的考核检查十分有用。

(7) 工作曲线斜率的控制图：可以对仪器的性能进行检验。例如，对分光光度计上吸光度与浓度工作曲线的斜率作分析是常见的控制图。

(8) 校正点的控制图：例如在某个校正点上重复测定，以检验工作曲线的可靠性。

(9) 空白控制图：在痕量和超痕量分析中，扣除空白是非常重要的，只有建立空白控制图才能正确扣除空白。

(10) 对关键操作步骤的控制图。

(12) 对回收率作的控制图。

四、实验室认可

实验室认可是指权威机构给予某实验室具有执行规定任务能力的正式承认。继产品质量认证、质量体系认证之后，实验室的认可制度日益受到重视，并日趋完善。随着国际贸易自由化程度的提高，各国要求加快消除贸易壁垒，特别是技术壁垒，以形成全球统一的市场。因而，各国实验室认可活动的国际化趋势已提到了显著的位置。

我国主管实验室认可工作的政府机构是国务院标准化和计量行政主管部门——国家质量技术监督局（现在为国家质量监督检验检疫总局）。中国实验室国家认可委员会(CNACL)是“统一负责实验室资格认可及获准认可后日常监督的评定组织”。

1. 实验室认可的目的

(1) 向社会各界证明获准认可实验室（主要是提供校准、检验和测试服务的实验室）的体系和技术能力满足实验室用户的需要；

(2) 促进实验室提高内部管理水平、技术能力、服务质量和水平，增强竞争能力，使其能公正、科学和准确地为社会提供高信誉的服务；

(3) 减少和消除实验室用户（第二方）对实验室进行的重复评审或认可；

(4) 通过国与国之间的实验室认可机构签订相互承认协议（双边或多边互认）来达到对认可的实验室出具证书或报告的相互承认，以此减少重复检验，消除贸易技术壁垒，促进国际贸易。

2. 实验室认可所遵循的原则

中国实验室国家认可委员会发布的《实验室认可管理办法》(CNACL101-1999)明确规定了实验认可工作的四个原则：

(1) 自愿申请原则

CNACL 所从事的认可活动是一种公正的第三方的认可行为。无论是检测实验室还是校准实验室，无论是中国境内的还是境外的实验室，均可自愿向委员会提出获取中国国家认可

的申请，不强求某一类或某几类实验室必须获得其认可。但是，在有些情况下，一些实验室的管理部门或实验室的使用部门对实验室会提出强制其获取认可的要求。

(2) 非歧视原则

对每一申请认可的实验室，委员均一视同仁，而不能因实验室的规模大小、隶属关系、等级高低、所有制性质或区域和国别的差异，而对其采取不公正行为。实验室认可的依据均为 CNACL201—1999《实验室认可准则》和 CNACL 对不同专业领域实验室认可的补充要求。

(3) 专家评审原则

评审活动的实施由委员会派遣的国家注册实验室评审员(有时由特邀技术专家提供配合)承担。国家注册实验室评审员是由 CNACL 批准的培训机构培训，考核后获取资格注册的。评审员(含特邀技术专家)必须严格按照委员会规定的程序和要求，客观、公正地对实验室进行评审，向委员会提交评审报告，并对评审结果负责。委员会负责监督评审员的行为。

(4) 国家认可原则

获准认可的实验室，表明该实验室满足《实验室认可准则》及其相关要求，其技术能力获中国国家权威机构的正式承认。中国实验室国家认可工作只在国家一级进行，获取认可的实验室便会得到国家认可证书，CNACL 不按地方(省、地、市等)级别或行业(委、部、局等)隶属关系来划分。因此，不论国家级的、省级的、市级的、县级的还是企业的实验室，均可申请国家认可的资格。

3. 实验室认可的程序

实验室认可的程序是依据国际标准化组织(ISO)和国际实验室认可合作组织(ILAC)所推行的典型的实验室认可流程编制的，它分为 3 个主要阶段：申请阶段、评审阶段，认可阶段。

(1) 申请阶段

实验室可从 CNACL 秘书处索取认可有关的信息和文件，当认为其基本满足 CNACL 的有关要求后，可正式向 CNACL 提交《实验室认可申请书》及其支持性文件。实验室在提交申请时至少应提供以下信息：

①实验室法定代表人签字并作相应承诺。提出希望认可的范围，申请实验室法人代表同意履行认可程序，并按要求付费。法定代表人同意遵守认可要求，并提供评审实验室所需的信息。

②实验室相关信息：实验室的总体特征(法人名称、法律地位、人员技术资源)，实验室服务范围的说明，实验室质量手册及表示其经验、经历的支持性材料。

CNACL 秘书处审查申报资料符合有关要求后，通知实验室，予以正式受理申请。

(2) 评审阶段

受理申请后，CNACL 秘书处便指定一位评审组长负责审阅申报资料，并与评审组长一起组建对该实验室实施评审的评审组，评审组成员在征得实验室同意后，再就评审时间、现场评审计划等现场评审事宜共同协商达成一致后安排现场评审。

评审员应在商定的时间内到达实验室。现场评审的主要目的是评价实验室的实际运作与实验室认可准则的符合性。其过程有评审组预备会议，首次会议，实施现场评审(包括必要的现场试验)，评审组分析、评议现场评审结果，向实验室负责人通报现场评审结果，末次会议(宣布评审结果)。现场评审着重对实验室的质量体系和技术能力两个方面进行评审。

通常现场评审完成后，评审组要向实验室提出一些不符合项，要求实验室进行整改(纠正措施)，整改期限原则上不超过 6 个月。

现场评审的结论性意见由评审员按规定程序提交给 CNACL 秘书处，在《评审报告》中，评审员应提出所评实验室是否应获取认可的建议。

(3) 认可阶段

CNACL 秘书处接到现场评审组长提交的评审资料(含实验室整改报告)后，将有关资料

提交认可委员会评定工作组，评定工作组作出是否认可的决定，CNACL 主任/常务副主任，依据评定工作组的建议批准认可，并报请国家质量监督检验检疫总局颁发认可证书。

CNACL 典型的从申请认可到批准认可的时间期限为 6 个月，主要分为以下 6 个阶段：①申请→答复受理(10 天)；②答复受理→安排评审组长→组建评审组→现场评审(40 天)；③现场评审→整改完毕(30 天)；④整改完毕→评定(40 天)；⑤评定→上报批准(30 天)；⑥上报批准→发证(30 天)。

思考题：

1. 什么叫误差？误差根据其性质可分为几类？各自的定义是什么？
2. 什么叫不确定度，典型的不确定度源包括哪些方面？
3. 误差和不确定度有什么样的关系？
4. 怎样提高分析测试的准确度，减少不确定度？
5. 可采取怎样的办法来消除系统误差？
6. 实验室内质量控制技术包括哪几方面的内容？
7. 怎样来进行实验室外部质量评定？
8. 质量控制图分为哪几类？怎样来画质量控制图？
9. 实验室认可有哪些作用，其程序是什么？

(钱和)