

《标准物质质量值比对》

规范编写说明

一、任务来源

本规范制订任务由国家市场监督管理总局计量司于 2018 年下达全国标准物质计量技术委员会（国质检量函【2018】540 号）。

二、编写的必要性和重要性

标准物质在化学测量活动中，作为量值溯源的载体或标尺得到广泛应用。近年来随着我国经济的发展，检测需求量不断增长，各领域对标准物质的需求持续增加，标准物质进入高速增长期。截至 2018 年年底，我国标准物质总数已超过 11000 余种，研制单位 200 余家，仅在 2018 年获得国家市场监督管理总局定级的标准物质就超过了 600 余种。

国际质量咨询委员会意识到了标准物质质量值可比性与兼容性方面存在的问题，下属无机、有机、气体工作组先后开展了 P23 氮中一氧化碳基准气体的直接比对、P41 温室气体 气体混合物基准标准的直接比对、P46 无机元素溶液、K80 血清中肌酐标准物质等国际计量比对，并形成了《国际质量咨询委员会有机工作组标准物质与能力验证样品赋值比对：实验设计与数据评估》。

自 2006 年起，在国家标准物质资源共享平台项目的支持下，由中国计量科学研究院在标准物质质量评估方面开展了长期研究，形成了平台标准物质质量评价方法及标准，开展了 300 余种国内外不同类型标准物质的量值评价。并于 2016、2017 年分别获得全国硫化氢气体标准物质质量值比对、有机氯农药溶液标准物质质量值比对两个项目的立项，为规范的起草积累了宝贵的经验。目前已颁布的相关国家计量技术规范有 JJF1117 《计量比对》和 JJF1117.1 《化学量测量比对》，可为标准物质质量值比对提供通用参考，但在流程、比对类型、比对数据处理和参考值等方面需要根据标准物质质量值比对的自身技术特点做进一步细化和扩充。随着“制造计量器具许可证核发（标准物质）行政审批事项”的取消，标准物质管理面临新的局面。标准物质的量值统一也需要通过充分运用我国标准物质领域计量

基标准及国际互认成果提供的量值溯源基础，丰富量值比对等技术手段，加强对国家标准物质研制（生产）单位事中事后监督管理来实现。因此，急需起草标准物质质量值比对计量技术规范，以为实施有效的标准物质管理提供技术支撑。

三、编写过程

为满足标准物质质量值比对工作的迫切需要，在全国标准物质计量技术委员会的统筹安排下，规范编写小组于 2018 年 3 月成立，并启动了草案编制工作。规范草案于 2018 年 11 月形成，随后召开了专家咨询会。针对相关修改意见，规范起草小组对相关内容进行了调整。经过与承担量值比对工作相关人员的讨论，修改增加了部分内容，并形成征求意见稿。

四、编写依据及原则

本规范主要参考了以下技术文件：

ISO13528 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法（ISO13528 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison）

国际物质质量咨询委员会指南说明：一致性关键比对参考值及相关等效度的评估（CCQM Guidance note: Estimation of a consensus KCRV and associated degrees of equivalence）

国际物质质量咨询委员会有机工作组标准物质与能力验证样品赋值比对：实验设计与数据评估（CCQM OAWG Comparison of value-assigned CRMs and PT materials: experimental design and data evaluation）

此外，以下文件也作为本规范的引用文件：

JJF1001 通用计量术语及定义

JJF1005 标准物质通用术语和定义

JJF1059.1 测量不确定度的评定与表示

JJF1059.2 用蒙特卡罗法评定测量不确定度

JJF1117.1 化学量测量比对

JJF1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

五、规范的主要内容与技术关键

本规范正文共分十部分，分别是：

1. 范围
2. 规范性引用文件
3. 术语及定义
4. 比对类型
5. 比对流程
6. 比对前期准备
7. 比对实施方案
8. 比对数据的处理
9. 比对参考值的确定
10. 比对结果的判定
11. 比对总结报告

规范各部分内容与技术关键说明如下：

（1）范围

本规范主要适用于指导标准物质领域量值比对的组织和实施工作。

（2）规范性引用文件

本规范所涉及的通用术语引用自 JJF1001《通用计量术语及定义》，与标准物质有关的术语引用自 JJF1005《标准物质通用术语和定义》、与计量比对有关的术语引自 JJF1117《计量比对》和 JJF1117.1《化学量测量比对》。

关于不确定度评定的要求，参考 JJF1059.1《测量不确定度的评定与表示》和 JJF1059.2《用蒙特卡罗法评定测量不确定度》。

在单一水平量值比对下，比对参考值为公议值时，等效度计算可采用蒙特卡

罗法，此方法参考了 JJF1117.1 《化学量测量比对》。

比对样品均匀性的评估和处理参考了 JJF1343 《标准物质定值的通用原则及统计学原理》。

关于统计方法的相对效率和崩溃点的描述以及 E_n 值或 Z 值的确定，参考了 ISO13528 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、JJF1117 《计量比对》和 JJF1117.1 《化学量测量比对》。

线性模型的比对参考等式及等效度的计算，参考了《国际质量咨询委员会有机工作组标准物质与能力验证样品赋值比对：实验设计与数据评估》。

比对参考值为公议值及比对等效度的计算，参考了《国际质量咨询委员会指南说明：一致性关键比对参考值及相关等效度的评估》。

（3）术语及定义

本规范是针对标准物质质量值比对，为明确概念特制订标准物质质量值比对的术语，参照了计量比对和化学量测量比对的术语定义，并以注的形式对标准物质质量值比对这一术语进行了进一步的补充说明。

（4）比对类型

根据比对具体内容不同，明确描述了标准物质定值测量能力比对、制备能力比对和针对标准物质实际样品的量值比对，以满足不同目标的比对需求。

（5）比对流程

参照 JJF1117 《计量比对》以及根据前期标准物质质量值比对组织、实施、数据处理、结果报告等环节的实践经验，形成具体的比对流程要求，以便于实际比对工作的开展。

（6）比对前期准备

将标准物质三种类型的比对需考虑的具体因素进行了明确说明。

（7）比对实施方案

详细规定了制定比对实施方案时应包含的内容和要素。为确保比对实施方案的科学性、严谨性与可实施性，参照 JJF1117 《计量比对》要求，应通过必要

的专家论证。

(8) 比对数据处理

在确定比对参考值之前需分析数据的正态分布情况、判断离群数据，并进行数据相容性检验。对于离群值剔除中容易出现的问题和注意事项，以注的形式作出了说明。

(9) 比对参考值的确定

描述了参考值确定的四种模式：由主导实验室得到的比对参考值、由专家实验室测量结果得到的比对参考值、由参比实验室测量结果得到的比对参考值（公议值）、由参考等式（公议等式）得到的参考值。优先采用由主导实验室得到的比对参考值和由专家实验室测量结果得到的、具有计量溯源性保证的比对参考值。当缺少可用的上一级参考测量程序及量值溯源用标准物质时，公议值可作为评估参比实验室结果一致性和兼容性的手段。对于多个相同或不同量值水平样品的标准物质制备能力比对与标准物质质量值比对可采用比对参考等式的方式确定公议值。

由主导实验室得到的比对参考值时，主导实验室应优先选择溯源性清晰、溯源层级高、不确定度水平小、具有基准性质和通过国际计量比对证明等效度的制备或测量程序，并给出明确、公认的测量与不确定度评估程序。

由专家实验室测量结果得到的比对参考值，专家实验室或协作实验室应在相关测量领域有领先的测量水平，选择溯源性清晰的测量程序或两种以上（含两种）不同原理的独立测量程序。所选用的测量程序应具有较优的不确定度水平，并提供有关测量与不确定度评估的详细信息，用于比对参考值及其不确定度的评估。各实验室间的测量结果应通过相容性检验或平均值一致性检验。

由参比实验室测量结果得到的比对参考值（公议值），主要适用于标准物质定值测量能力比对。各实验室的测量结果应在有效量值溯源的前提下，参与比对参考值的统计。此时可根据数据的相容性及不确定度之间的差异性，采用算术平均值、DerSimonian-Laird、稳健 Hampel 等方法确定公议值。此外还介绍了不同统计方法的相对效率和破坏点，为选择合适的统计方法提供参考。

由比对参考等式（公议等式）确定参考值，用于不同量值水平的标准物质制备能力比对与标准物质质量值比对。通过构建一个由样品标称值与测量值之间关系的比对参考等式(KCRE)，然后确定参考值。在标称值与参考测量结果的不确定度均不可忽略的情况下，此时的参考等式可以通过设定标称值服从的特定参数正态分布，测量值也服从特定参数的正态分布，并通过广义距离回归，使误差最小的方式，通过蒙特卡洛法确定回归等式的截距与斜率。

（10）比对结果的判定

对于标准物质相关量值比对，原则上要求实验室报告结果不确定度，因此，比对结果主要采取 En 值或 ζ 值、等效度两种方式评价。等效度用于表示参加比对实验室的测量结果与比对参考值的一致程度，通常用两个分量来表示： d_i 是实验室测量值与比对参考值的差， $U(d_i)$ 是此差值的不确定度（置信因子取 $k=2$ ）。

当比对参考值为独立参考值，如主导实验室的测量结果时，采用等效度、 En 值或 ζ 值的判定结果一致；当比对测量结果参与比对参考值计算，即比对参考值为公议值时，应考虑相关性对结果判定的影响。当相关性影响较显著时，与 En 值或 ζ 值比较，等效度的判定结果更为严格。

附录中详细列举了在公议值作为参考值的情况下，算数平均值、加权平均值、稳健均值作为参考值的等效度计算方法。此外也可参照 JJF1117.1 中介绍的蒙特卡罗法模拟的方法，计算等效度。

规范起草小组

2019年8月30日