

浅谈检验检测实验室仪器设备检定/校准证书的核实确认

段菁清*, 田朝发

(云南省产品质量监督检验检验院, 昆明 650223)

摘要: 检验检测实验室仪器设备检定/校准后是否符合检验检测要求需进行核实确认, 是确保测量准确性和可信度的重要环节。本文根据检验检测实验室常见的设备检定/校准证书核实确认问题, 探讨了检定/校准证书核实确认的关键点, 分析了检定/校准证书确认的记录及运用, 希望为解决检验检测实验室计量确认的误区和难点有所帮助。

关键词: 检定/校准证书核实确认; 关键点; 记录; 应用

0 引言

仪器设备的检定/校准是保证检测仪器准确性的重要方法, 检定/校准证书的确认是实验室体系活动中保证数据准确至关重要的一项工作。根据《中华人民共和国计量法》及其实施细则, 属于强制检定规定下的计量器具须接受检定, 对于非强制检定计量器具, 需依据实际需求及相应规范确定选用检定还是校准。检测实验室需对可能影响检验检测数据、结果准确性与有效性的设备(含辅助测量设备, 如测量环境条件等)进行检定、校准或核查, 确保数据与结果符合计量溯源标准。CNAS-CL01-G002: 2021《计量溯源性测量结果的要求》第四点九款规定, 合格评定机构需对计量溯源性证明进行核实, 确认内容应至少包含以下几个方面: (a)溯源凭证的完备性与标准性; (b)溯源结果与预期应用需求的契合度评估; (c)适用于相应情况, 依据追溯结果对设备实施调整或引入校准参数, 或于设备操作中予以调整; (d)核实是否须对实施中的项目实施测量不确定度再评估。JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》^[1]中, 检定的解释: 采用专业计量技术进行合格与否的判定, 并以文献形式予以证实, 需承担相应法律责任, 确保鉴定结论具备充分的法律效力。校准的解释: 通过校准可测定量值误差, 确保量值的准确性, 难以评估计量工具的合规性, 所提交的文件或凭证不具有法律效力。本文阐述了检验检测实验室常见的设备检定/校准证书核实确认问题, 探讨了检定/校准证书核实确认的关键点、记录及运用, 为解决检验检测实验室计量确认的误区和难点提供参考和支持。

1 现状

1.1 仪器设备的检定

有些检验检测实验室没有向计量检定单位提出提供检定证书的要求, 计量检定单位可以选择出具校准证书, 却不对仪器设备可否使用做出评价, 给检测工作带来一定的麻烦, 检验检测实验室要根据相关检测标准或仪器说明书对该仪器是否满足实验要求进行确认, 进一步增加了工作量。检定依据《检定规程》确定检定周期, 实验场所无法自主抉择, 属于强制性管理范畴。识别检定周期的误区普遍存在。例如, 超过检测周期的检定设备要重新进行检定; 超过检测周期的检测设备, 其检定证书不能继续使用, 并默认为无效等情况。

1.2 仪器设备的校准

忽略校准证书的确认。对校准证书合格性结论的简明阐释, 仅满足既定标准, 未进行标准符合性核实, 存在质量检测风险, 引发虚假检验检测报告的出具。一旦发现结论存在缺陷, 就可能引发检测数据失误, 进而导致检测结论失误的严重后果。若结论核实失误将回溯至该设备所生成的检测数据, 须重新提供修正后的数据与报告, 工作量大, 某些失误已无法补救。

关于澄清对校准证书信息的误读, 当证书呈现全面的校准的数值时, 也应同时确保对测量不确定度的校准。然而, 某些检测实验室却将证书所标注的扩展不确定度误认作仪器校准的准确度误差, 进而导致了证书验证错误。

校准证书验证的依据存在显著缺陷。在若干国家及行业规

* 通信作者: 段菁清, 硕士, 工程师, 研究方向为实验室质量管理及检测技术。E-mail: 310571315@qq.com

范中,对环境参数及测试仪器精度设定了较为细致的要求,这些规范仅对核心指标进行评估,仅确定了测试仪器的精度,此情形导致检测实验室难以精确把握设备精度规范,导致校准报告验证依据不够充分。部分检测实验室将设备操作手册中的参数视为验证标准,这只能证实设备满足产品手册所列标准,尚不能验证设备与测试标准和规范要求的匹配性。

在验证证书所证实的个人技能时,显现出不足之处。部分设备管理人员因缺少设备校准的初始数据,在进行校准证书验证时,直接确认符合标准,使得校准证书验证流程流于形式,缺乏实质性价值。部分使用者错误地将校准证书中记录的扩展不确定度视为仪器的准确度误差,进而导致校准证书验证错误^[2]。

2 核实检定/校准证书的信息

2.1 核实检定/校准证书的完整性

检定/校准证书分为三页,首页展示仪器设备相关资料(设备名称、型号、生产厂商)、检定机构与检定人员信息,第二页展示了更高等级的计量设备名称及其检验规程或校准规范名称,第三页展示了检定/校准结果,主要呈现了仪器示值误差、偏差、修正值与不确定度等内容。

2.2 核实检定/校准机构资质的能力范围

有效的检定/校准机构资质涵盖法定计量检定/校准机构(证书需载明授权编号)以及政府批准或认可的校准机构(证书需载明授权证书号或认可标志)。核实该机构测量性能是否符合标准,其授权范围是否在政府授权范围或认可范围之内。需对持续提供校准服务的机构资质和能力范畴进行全面评估,确保溯源校准作业由具备资质的机构执行(合规)、遵循自下而上的原则(科学)且机构具备相应技术能力(可信)。需逐项验证检定报告中呈现的印章、检定时间、机构标识等,同时验证检定机构所使用检测设备的证书编号,核实检定期限等相关信息。

3 确认检定证书的关键点

获得检定证书,表示受检仪器设备合格,对所颁发检定证书的仪器设备,默认其符合检测标准,可顺利进行检测。需验证检定报告数据与实验室计量标准是否相符,需在检测仪器上贴附计量认证标志,标示中注明校验时刻、校验人员和校验日期。JJF 1104—2003《国家计量检定系统表编写规则》^[3]规定以参考标准为基准的测量器具的不确定度与被检定器具的最大容许误差之比应小于1:3,仅依循检定规范执行检验任务,在评估检测设备时,可忽略参考标准测量不确定度之影响。由此可见,清晰界定检定证书所列技术参数很重要,当示值误差、偏差、重复性、最大容许误差、不确定度等均在计量标准器具的规范限值之内时,符合计量检定规范标准,对仪器的影响可不计,设备运行正常,测定结果无需调整^[4]。获取检定结果通知

单,则表明所检仪器设备性能未达国家检定标准要求,设备不合格。实验室需依照相关法规对仪器设备实施报废程序,并补充购置新的检测仪器,经鉴定合格后始得使用。

检测实验室因特定因素,部分仪器设备检定期限届满,但未通过计量部门进行溯源校准。将采用如下方法:(a)可利用认证标准物质或样品对仪器进行校验;(b)实施实验室间比较、参与能力确认或测量审核等活动,验证其检测数据与同类型检测实验室的相符性;(c)设备制造商可提供验证文件,可依报告内容予以核实。

4 确认校准证书的关键点

4.1 确认校准证书的可靠性

仪器设备检定/校准后,均需要确认其有效性,维持量值溯源的科学性及完整性,整体改善检验检测实验室计量器具检定/校准结果的准确性,降低失误差^[5-6]。结果的确认是根据评估结果的可靠性来决定的。外部结果的确认是指通过与其他独立机构进行比对,或者参与国际或国家性能评估计划来确认设备的检定和校准结果。计量溯源结果确认后的控制,特别是对仪器设备符合或不符合的处置,需明确设备可用、限制使用或停用追查以前检测数据的有效性。验证校准证书的合法性涉及试验规程、产品标准、设备技术文档和操作指南等方面,并参照设备产品标准、检定/校准标准等,见图1。

4.2 确认适用预期用途的有效性

适用预期用途指测量工作对测量仪器的计量特性的要求。仪器经校准后,其性能是否满足所承担任务的要求,需由设备操作人员参照校准资料及作业规范进行确认,包括:核实/校准证书的完整性及规范性;核实/调整成果与核实/调整计划相关参数、范围等,设备对相关规范或标准的契合度评价;适用时,基于校验/标定效果,需对设备进行校准或加入修正因子,或于设备操作时进行调整;确认是否需对正在进行的项目执行测量不确定度复审。在显示了满意的结果后方可投入使用。

4.3 确认测量不确定度的准确性

不确定度是衡量测量结果不确定性的指标,它包括设备的系统误差、随机误差和环境条件的影响等因素。评估结果的可靠性是通过设备检定/校准的不确定度进行评估来实现的。评估不确定度的方法包括标准不确定度、扩展不确定度和置信区间法等。JJF 1094—2002《测量仪器特性评定》^[7]中详细地说明测量不确定度的评定。测量不确定度信息是校准机构在校准证书中必须提供的信息,通常为扩展测量不确定度,同时应提供包含因子。测量不确定度不等于仪器校准的准确度偏差,确保精确应用修正值与修正因子。例如:该烘箱在实验室操作时需达到的温度上限为180℃,校准证书给出的修正值是: -3℃,实验室应使用该烘箱设定的180℃温度,有两种

处理方法:对设备进行校验,将设备温度设定上调 3°C ,需使用 180°C ,炉温可调节至 183°C ;在实施中调整,温度计示值为 180°C ,实际温度应为 $(180\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 。当参照标准与校准设备测量不确定性相仿时,审视经校准仪器的计量特性需评估测量不确定度的影响。

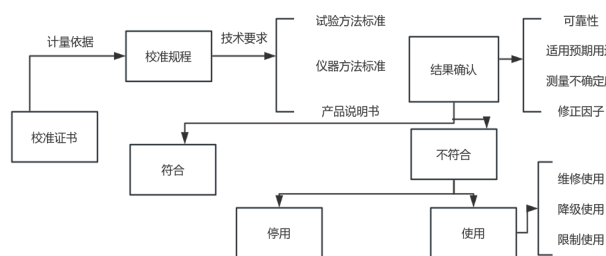


图1 校准证书确认流程图

5 检定/校准证书的确认应用

5.1 检定/校准证书确认的记录

RB/T 039—2020《检验检测实验室仪器设备计量溯源结果确认指南》^[8]第6.1款规定,检测实验室需保存计量溯源结果验证的记录,计量溯源结果验证流程需标注具体日期,并经授权人员审核通过,验证结果的可靠性。附录A可查阅记录溯源确认结果,检测实验室可自主制定计量溯源验证记录。条款6.2中进一步规定计量溯源结果确认记录应符合GB/T 27025—2019《检测和校准实验室能力的通用要求》^[9]的要求。计量溯源结果确认记录应存入设备的档案中一并保存,应有相应的保护措施。

5.2 检定/校准证书确认的应用

标签标识。检验检测实验室应对校检结果确认合格的设备加贴计量合格标志(一般为绿色),计量合格标志应有必要的信息:校准机构、校准日期、有效期或下次校准日期、是否有修正因子等。对影响其性能、参数的调整装置(调节阀)进行封印或采取其他有效的保护措施,防止未经授权的更改和调整。如不能封印或采取其他有效的保护措施,应张贴警示标志,明示设备校检时的状态,设备使用人员在使用前应检查设备的状态,确保设备和校检时状态一致。

不合格处理。检测机构的设备调整或维修前,应对设备不合格的点(参数)进行原因分析,对上次校验以来设备使用情况实施审查,确立相应对策,涵盖以下三个方面:对不合格要素所造成的影响进行评估,关于先前测量成果及受影响项目执行追溯与评价;若同类设备出现一致性批量性偏差,应重新评估该批设备计量溯源结果的有效期限;对于校准结果未达高精度检测要求或关键量值未达标之设备,可选用精度要求不高的方法或对其使用进行限制。仪器设备须标注适用量程区间,界定应用的前提,确保合理且精确地应用。对不合格的仪器设备,

确定无法修复后,应及时进行报废处理,报废处理应由设备使用人提出申请,设备管理员审核,检测机构技术主管(一般是技术负责人)批准,报废流程完成后进行处置。报废申请表应存入设备档案中。

校准点变化趋势。按照检定规程或标准,确认参数校准点是否满足检定规程中相应的级别,通过比检定/校准证书的数据变化趋势,监测校准值是否越来越大,表现出不稳定的趋势,从而采取有效的措施,如进行调试维修或购置新的备用设备^[10]。

6 结论

对实验室仪器设备进行检测与校准,作为保障设备数据精确性的核心步骤,亦为量值传递与溯源的关键途径,其价值显而易见。对检定/校准证明的验证核实,直接关联设备投入检验检测活动的可行性,采取该措施,切实有效提升检验检测实验室设备管理水平,降低检验作业所承受的风险,系确保量值精确统一的核心举措。基于此,须制定年度检定/校准方案,紧密关注检验检测机构中不可或缺的指标、核心量值及关键量程,将相关要素纳入检验/校准清单之中,这些举措对检测实验室的日常运作具有举足轻重的影响。

参考文献

- [1] 国家质量监督检验检疫总局.通用计量术语及定义:JJF 1001—2011[S].北京:中国计量出版社,2011.
- [2] 丁小磊.检验检测实验室仪器设备校准结果的评价探讨[J].中国设备工程,2023,(16):186-188.
- [3] 国家质量监督检验检疫总局.国家计量检定系统表编写规则:JJF 1104—2003[S].北京:中国计量出版社,2003.
- [4] 王欢.检定/校准证书在检验检测实验室的应用[J].西部探矿工程,2023,35(04):142-145.
- [5] 罗成.检验检测实验室仪器设备检定工作探究[J].中国科技期刊数据库工业A,2023,(05):199-202.
- [6] 闫敏.检验检测机构计量器具的检定/校准及确认[J].大众标准化,2023,(23):188-190.
- [7] 国家质量监督检验检疫总局.测量仪器特性评定:JJF 1094—2002[S].北京:中国计量出版社,2002.
- [8] 国家认证认可监督管理委员会.检测实验室仪器设备计量溯源结果确认指南:RB/T 039—2020[S].北京:中国标准出版社,2020.
- [9] 国家市场监督管理总局,国家标准化管理委员会.检测和校准实验室能力的通用要求:GB/T 27025—2019[S].北京:中国标准出版社,2019.
- [10] 杨在罡.检验检测实验室仪器设备检定或校准后如何进行计量确认探究[J].中国标准化,2023,(11):196-199.