



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15000.3—2023/ISO Guide 35:2017

代替 GB/T 15000.3—2008

## 标准样品工作导则 第3部分：标准样品 定值和均匀性与稳定性评估

Directives for the work of reference materials—  
Part 3: Reference materials—Characterization and  
assessment of homogeneity and stability

(ISO Guide 35:2017, Reference materials—  
Guidance for characterization and assessment of  
homogeneity and stability, IDT)

2023-05-23 发布

2023-09-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	V
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 符号 .....	3
5 约定 .....	4
6 标准样品生产概述 .....	4
6.1 概述 .....	4
6.2 项目设计概要 .....	4
6.3 原材料的获取 .....	5
6.4 可行性研究 .....	6
6.5 标准样品加工 .....	6
6.6 均匀性评估 .....	6
6.7 稳定性评估 .....	6
6.8 测量程序的选择 .....	6
6.9 计量溯源性 .....	6
6.10 定值和不确定度评定 .....	6
6.11 互换性评估 .....	7
6.12 运输事宜 .....	7
6.13 赋值 .....	7
6.14 稳定性监测 .....	7
6.15 重复批生产的标准样品 .....	7
7 均匀性评估 .....	7
7.1 概述 .....	7
7.2 均匀性试验研究的需求 .....	8
7.3 拟研究的特性 .....	9
7.4 统计有效的抽样计划 .....	9
7.5 均匀性研究的测量程序选择和实施 .....	11
7.6 均匀性研究设计 .....	12
7.7 评定均匀性研究 .....	15
7.8 测量程序重复性欠佳的情况 .....	17
7.9 单元内均匀性 .....	18

7.10	均匀性的确认	20
7.11	均匀性研究的不确定度评定	20
8	稳定性评估与监测	21
8.1	概述	21
8.2	稳定性评估	22
8.3	稳定性研究的分类	24
8.4	有效稳定性研究的一般要求	25
8.5	评定稳定性研究结果	26
8.6	稳定性研究中发现显著趋势后的措施	32
8.7	稳定性研究的不确定度评定	32
8.8	由稳定性研究估计储存寿命(“保存期”)	34
8.9	有关稳定性管理的使用说明	34
8.10	稳定性监测	34
9	材料定值	37
9.1	概述	37
9.2	建立计量溯源性	37
9.3	在单个实验室中采用单一参考测量程序(参见 ISO/IEC Guide 99 定义)进行定值	39
9.4	在一个或多个有能力的实验室采用两种或两种以上可证明准确度的方法对非操作定义的被测量进行定值	41
9.5	采用有能力的实验室网络对操作定义的被测量进行定值	43
9.6	纯度	44
9.7	身份	45
9.8	存在/不存在	47
9.9	定序尺度	47
9.10	定性特性	47
9.11	非标准值的定值	47
10	测量不确定度评定	48
10.1	评定 CRM 特性值不确定度的基础	48
10.2	批定值的基本模型	48
10.3	不确定度来源	48
10.4	包含区间和因子	49
附录 A (资料性)	定值研究的设计与评价	50
附录 B (资料性)	统计方法	58
附录 C (资料性)	实例	66
附录 D (资料性)	测量不确定度评定	74
参考文献		75

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 15000《标准样品工作导则》的第 3 部分。GB/T 15000 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：在技术标准中陈述标准样品的一般规定；
- 第 2 部分：常用术语及定义；
- 第 3 部分：标准样品 定值和均匀性与稳定性评估；
- 第 4 部分：证书、标签和附带文件的内容；
- 第 5 部分：质量控制样品的内部研制；
- 第 6 部分：标准样品包装通则；
- 第 7 部分：标准样品生产者能力的通用要求；
- 第 8 部分：标准样品的使用。

本文件代替 GB/T 15000.3—2008《标准样品工作导则(3) 标准样品定值的一般原则和统计方法》，与 GB/T 15000.3—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了标准的范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- 增加了“测量模型”“标准值”“信息值”“校准样品”“质量控制样品”“同步稳定性研究”和“〈标准样品的〉生产”等 7 个术语(见 3.3、3.5、3.6、3.7、3.8、3.9、3.10)；
- 删除了“测定”“瓶间均匀性”“瓶内均匀性”“混合”“基体材料”“加料”“短期稳定性”“长期稳定性”“使用寿命”和“有效期”等 10 个术语(见 2008 年版的 3.4、3.5、3.6、3.7、3.8、3.9、3.10、3.11、3.12、3.13)；
- 更改了“标准样品”和“有证标准样品”2 个定义(见 3.1、3.2,2008 年版的 3.1、3.2)；
- 增加了“约定”“定值研究的设计与评价”“测量不确定度评定”等内容的有关规定(见第 5 章、附录 A、附录 D)；
- 将“项目设计”更改为“标准样品生产概述”，细化并更改了“计量溯源性”“定值和不确定度评定”“互换性评估”“赋值”“稳定性监测”“重复批生产的标准样品”等相应的技术内容；(见第 6 章,2008 年版的第 5 章)；
- 将“均匀性研究”更改为“均匀性评估”，细化并更改了“统计有效的抽样计划”“均匀性研究的测量程序选择和实施”“均匀性的确认”“均匀性研究的不确定度评定”等相应的技术内容(见第 7 章,2008 年版的第 7 章)；
- 将“稳定性研究”更改为“稳定性评估和监测”，细化并更改了“稳定性评估”“稳定性研究的分类”“有效稳定性研究的一般要求”“稳定性研究中发现显著趋势后的措施”“稳定性研究的不确定度评定”等相应的技术内容(见第 8 章,2008 年版的第 8 章)；
- 将“特性值测定”更改为“材料定值”，“建立和证明溯源性”更改为“建立计量溯源性”，同时细化了实用方法、测量方案设计和有关特性的一些问题等技术内容(见第 9 章,2008 年版的第 9 章)；
- 将“测量不确定度评估”更改为“测量不确定度评定”，细化并更改了“评定 CRM 特性值不确定度的基础”“包含区间和包含因子”等相应的技术内容(见第 10 章,2008 年版的第 6 章)；
- 删除了“数据及不确定度评估”“证书”等内容的有关规定(2008 年版的第 10 章、第 11 章)。

本文件等同采用 ISO Guide 35:2017《标准样品 定值和均匀性与稳定性评估指南》。文件类型由 ISO 的指南文件调整为我国的国家标准。

## GB/T 15000.3—2023/ISO Guide 35:2017

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

——为与现有标准协调，将标准名称改为《标准样品工作导则 第3部分：标准样品 定值和均匀性与稳定性评估》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国标准样品技术委员会(SAC/TC 118)提出并归口。

本文件起草单位：中国标准化协会、冶金工业信息标准研究院、建筑材料工业技术监督研究中心、国家地质实验测试中心。

本文件主要起草人：徐大军、吴忠祥、卢行安、何平、王向红、田文、唐本玲、赵亚娴、张帆、石雨婷、胡晓燕、刘英、徐建平。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布为GB/T 15000.3—1994；

——2008年第一次修订时，并入GB/T 15000.5—1994《标准样品工作导则(5) 化学成分标准样品技术通则》的内容(GB/T 15000.5—1994的历次发布版本情况为：GB/T 15000.5—1994)；

——本次为第二次修订。

## 引 言

标准样品(RM)的生产是改善和维持全球测量一致性体系的关键活动。正如 ISO 指南 33<sup>[1]</sup>所述,具有不同特性的 RM 被应用于测量,如校准、质量控制、能力验证和方法确认,也用于给其他材料赋值。有证标准样品(CRM)还用于确认或建立诸如辛烷值、硬度和 pH 等约定标尺的计量溯源性。为了能在时空上可比,测量需要可追溯至适当的和规定的参考标准。在化学、生物学和物理学以及涉及物质和材料的其他学科中,CRM 在建立测量结果溯源性方面具有重要作用。实验室应用 CRM 作为易于获得的测量标准,以建立其测量结果与国际标准的可溯源性。CRM 所具有的特性值可以追溯到国际单位制(SI)或生产过程中其他国际公认的参考标准。在这方面,我国已经建立了支撑标准样品制作和应用的基础性国家标准体系,以确保其生产的标准样品质量符合最终使用者的要求。在该标准体系中,GB/T 15000《标准样品工作导则》是指导我国标准样品工作的基础性和通用性标准。GB/T 15000旨在确立普遍适用于标准样品生产者制备、定值、包装储存、分发和应用工作的准则,由 8 个部分构成。

- 第 1 部分:在技术标准中陈述标准样品的一般规定。目的在于规定技术标准制定中陈述标准样品的一般要求、标准样品与技术标准的关系、选择标准样品的技术准则等。
- 第 2 部分:常用术语及定义。目的在于规定与标准样品有关的术语和定义,特别是用于标准样品产品说明书、证书和相应的研制报告中的术语。
- 第 3 部分:标准样品 定值和均匀性与稳定性评估。目的在于就技术问题提供更具体的指导,并提供标准样品均匀性、稳定性评估和定值过程的基本模型。
- 第 4 部分:证书、标签和附带文件的内容。目的在于确立适用于编写标准样品证书、标签和附带文件内容时需要遵守的相关要求。
- 第 5 部分:质量控制样品的内部研制。目的在于规范和指导质量控制样品的研制和使用。
- 第 6 部分:标准样品包装通则。目的在于确立适用于标准样品包装和储存运输方面的基本规则。
- 第 7 部分:标准样品生产者能力的通用要求。目的在于规定有关组织管理和运行要求,以确保标准样品生产者能够生产出符合要求的标准样品。
- 第 8 部分:标准样品的使用。目的在于为标准样品的正确使用提供指导。

本文件解释了如何研发获得标准样品可靠特性值的各种方法,使得特性值能够溯源至合适的特定标准。

随着 RM 生产方法的发展,RM 的种类也随着技术的进步而增加,这就增加了对 RM 生产中更广泛适用的技术指导的需求。同时,各实验室越来越多地使用 ISO/IEC 17025 和 ISO 15189,需要对有证标准样品的计量溯源性有更加清晰的说明。

本文件在 GB/T 15000.3—2008(ISO 指南 35:2006,IDT)的基础上结合国情增加脚注,提供了更广泛的均匀性、稳定性研究策略和指导,并对 RM 生产中计量溯源性的建立做出了具体规定。

# 标准样品工作导则

## 第 3 部分：标准样品

### 定值和均匀性与稳定性评估

#### 1 范围

本文件对标准样品生产的下列有关概念进行了解释并提供了方法：

- 均匀性评估；
- 稳定性评估和有关特性稳定性的风险管理；
- 标准样品特性的定值和赋值；
- 标准值的不确定度评定；
- 标准值计量溯源性的建立。

本文件为 ISO 17034 的实施提供了支持。只要满足 ISO 17034 的要求，也可以使用其他方法。

本文件提供了对互换性评估需求的简要指导(6.11)，但未提供技术细节；简要介绍了定性特性的定值方法(9.6 至 9.10)，并提供了对此类标准样品均匀性检验抽样的简要指导(第 7 章)，但未涵盖定性标准样品均匀性和稳定性评估的统计方法。本文件也不适用于多元量，如光谱数据。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

ISO 3534-2 统计学词汇及符号 第 2 部分：应用统计(Statistics—Vocabulary and symbols—Part 2: Applied statistics)

注：GB/T 3358.2—2009 统计学词汇及符号 第 2 部分：应用统计(ISO 3534-2:2006, IDT)

ISO 3534-3 统计学词汇及符号 第 3 部分：试验设计(Statistics—Vocabulary and symbols—Part 3: Design of experiments)

注：GB/T 3358.3—2009 统计学词汇及符号 第 3 部分：试验设计(ISO 3534-3:1999, IDT)

ISO Guide 30 标准样品 常用术语及定义(Reference materials—Selected terms and definitions)

注：GB/T 15000.2—2019 标准样品工作导则 第 2 部分：常用术语及定义(ISO Guide 30:2015, IDT)

ISO/IEC Guide 99 国际计量学词汇 基本和通用概念及相关术语(VIM)[International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM)]

注：本文件将“国际计量学词汇”用“VIM”表示。

#### 3 术语和定义

ISO Guide 30、ISO/IEC Guide 99、ISO 3534-2、ISO 3534-3 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。同一个术语有多个定义时，优先采用 ISO Guide 30 的定义。

ISO 和 IEC 维护的用于标准化的术语数据库地址如下：

- ISO 在线浏览平台：<http://www.iso.org/obp>