内部资料 仅供交流

中国计量协会校准委员会
China Metrology Association–Calibration Committee

校准委员会信息通讯

2021 年第一期

中国计量协会校准委员会编

编者按

2021年是中国共产党成立100周年，是“十四五”规划开局之年，是开启全面建设社会主义现代化国家新征程的关键之年。在新发展理念的引领下，我国校准行业处于重要战略机遇期。校准委员会要认真贯彻习近平总书记关于计量工作的重要指示精神，坚持稳中求进工作总基调，立足新发展阶段，贯彻新发展理念，构建新发展格局，推动校准行业高质量发展。紧密围绕党中央、国务院战略决策和国家经济社会发展大局，在提高服务发展的能力和水平上展现新作为。围绕统一市场监管体制要求，在提升市场服务综合效能上发挥重要作用。围绕行业高质量发展，在推进市场化、国际化、专业化、集约化、规范化发展上持续加大力度。

2021年第一期《校准委员会信息通讯》主要汇总整理了2021年1月至3月间的计量校准行业重大事件，介绍了校准委员会近期开展的相关工作。收录了《医学计量现状及其发展趋势》《校准能力验证提供者的质量管理体系建设》等行业内技术、理论水平较高的热点文章8篇，供会员单位交流研讨。

中国计量协会校准委员会秘书处

2021年3月

目录

行业简讯

P1・行业简讯

工作动态

P7・中国计量协会组织召开计量校准科研项目凝练研讨会
P8・中国计量协会召开实验室能力验证和计量比对协调发展模式研究项目专家研讨会
P9・中国计量协会承办“计量服务中小企业行”座谈会
P10・中国计量协会组织召开《专业计量站管理办法》《法定计量检定机构监督管理办法》修订研讨会
P11・中国计量协会印发《中国计量协会计量校准规范制修订工作管理办法（试行）》《中国计量协会团体标准制修订工作管理办法》

学术交流

P19・压力传感器自动化校准软件的设计
P23・磁电式转速传感器校准方法
P26・红外辐射特性校准技术研究进展
P31・差压式湿气两相流量计的校准
P35・超高效液相色谱 - 四极杆 / 静电场轨道阱高分辨质谱法同时测定血清中 12 种全氟化合物
P43・现代食品、药品制造企业中的现场计量产业调研
P47・医学计量现状及其发展趋势
P50・校准能力验证提供者的质量管理体系建设

主　　编：王晓冬
责任编辑：罗新元 何欣
编　　辑：刘方雷 唐楠
主办单位：中国计量协会校准委员会
编辑单位：北京康斯特仪表科技股份有限公司

1. 1 月 14 日，市场监管总局就部门（行业）和地方计量技术规范监督检查情况进行了通报。《通报》提出了部门（行业）和地方计量技术规范存在的三个方面是问题：一是部门（行业）和地方计量技术规范的管理不够严格。二是国家计量技术规范、部门（行业）计量技术规范、地方计量技术规范存在不协调、不一致的问题。三是部门（行业）和地方计量技术规范作为国家计量技术规范有益补充的作用未能充分发挥。针对存在的问题提出四方面整改意见：一是做好对检查发现问题的整改。二是完善部门（行业）和地方计量技术规范管理长效机制。三是提升部门（行业）和地方计量技术规范效能。四是进一步做好相关人员的培训工作。

2. 1 月 18 日，全国市场监管工作会议在京召开。会议以习近平新时代中国特色社会主义思想为指导，认真学习习近平总书记重要批示指示精神，深入贯彻党的十九大和十九届二中、三中、四中、五中全会精神，全面落实中央经济工作会议部署，总结 2020 年和“十三五”工作，深入分析形势，部署 2021 年重点工作。市场监管总局党组书记、局长张工作工作报告。

3. 1 月 18 日，市场监管总局召开全国市场监管工作会议，会议宣布了《市场监管总局 国家药监局 国家知识产权局关于表彰全国市场监管系统抗击新冠肺炎疫情先进集体和先进个人的决定》，全国市场监管系统 198 个先进集体和 395 名先进个人受到表彰。

4. 1 月 29 日，为贯彻落实《市场监管总局关于深化“放管服”改革为中小企业发展营造良好市场环境的任务分工》《市场监管总局办公厅关于进一步做好“计量服务中小企业行”活动的通知》要求，市场监管总局下发了《“计量服务中小企业行”活动开展情况的通报》（2021 年第 10 期）（以下简称“《通报》”），总结了 2020 年“计量服务中小企业行” 活动开展的成功经验和做法，并就 2021 年相关工作进行部署和安排。

5. 2 月 7 日，2021 年 5 月 20 日是第 22 个“世界计量日”，国际法制计量组织和国际计量局发布了 2021 年世界计量日主题“Measurements for Health”及海报，该主题旨在让人们认识到测量在守护我们每个人的平安健康中所发挥的重要作用。为配合“世界计量日”活动开展，市场监管总局将“世界计量日”中文主题正式确定为“测量守护健康”。

6. 2 月 9 日，国家市场监督管理总局第 1 次局务会议审议通过并公布了《中国质量奖管理办法》，自 2021 年 5 月 1 日起施行。

7. 2 月 10 日，市场监管总局发布公告（2021 年第 5 号）批准部分国家计量基准单位量值复现采纳国际单位制新定义值。

8. 2 月 25 日，市场监管总局关于发布《直流电阻计量器具检定系统表》等 19 项国家计量技术规范和 2021 年第 1 号国家计量技术规范修改单的公告。（清单附后）

9. 3 月 4 日，为更好发挥计量比对在保障量值准确一致、支撑计量事中事后监管和提升计量技术机构能力等方面的重要作用，市场监管总局经过组织征集、形式审查、研究评议，确定了 28 项国家计量比对项目并公布实施。

10. 3 月 11 日，十三届全国人大四次会议表决通过了关于国民经济和社会发展第十四个五年规划和 2035 年远景目标纲要的决议。 “十四五”规划纲要中涉及标准计量、认证认可、检验检测、试验验证等相关内容。

11. 3 月 16 日，国家发展改革委、市场监管总局等 13 部门联合发布《关于加快推动制造服务业高质量发展的意见》。《意见》全文多项涉及计量、检测，计量资讯速递摘录如下：

支持制造业企业按照市场化原则，剥离非核心服务，为产业链上下游企业提供研发设计、创业孵化、计量测试、检验检测等社会化、专业化服务。

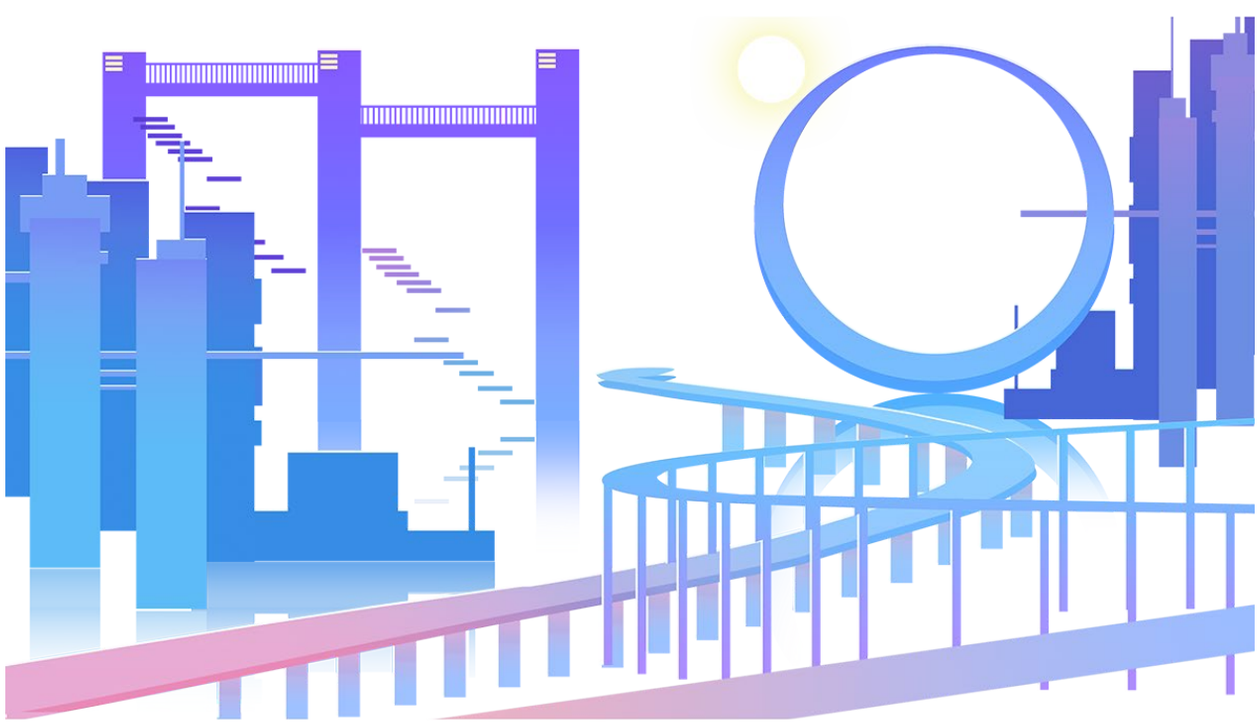
（十一）中国制造品牌培育行动。完善国家质量基础设施，加强标准计量、专利等体系和能力建设，深入开展质量提升行动。

（十七）制造业计量能力提升行动。构建国家现代先进测量体系，加快国家产业计量测试中心和联盟建设，培育计量测试等高技术制造服务业，聚焦制造业“测不了、测不准”难题，加强计量测试技术研究和应用，加大专用计量测试装备研发和仪器仪表研制，提升制造业整体测量能力和水平，赋能制造业产业创新和高质量发展。

（二十）扩大开放合作。积极推动我国技术质量标准和规范走出去，持续完善检验检测和认证认可国际合作交流体系，加快推进与重点出口市场认证证书和检验结果互认。

12. 3 月 18 日，为进一步强化计量标准事中事后监管，督促落实获得计量标准考核证书单位主体责任，提高计量标准考核工作质量，持续保持获得计量标准考核证书的计量标准测量能力，保障量值准确可靠。市场监管总局制定了《全国计量标准专项监督检查方案》。

13. 3 月 19 日，2021 全国计量工作要点发布。（一图读懂 2021 全国计量工作要点附后）



市场监管总局关于发布《直流电阻计量器具检定系统表》等 19 项国家计量技术规范和 2021 年第 1 号国家计量技术规范修改单的公告

根据《中华人民共和国计量法》有关规定，现批准《直流电阻计量器具检定系统表》等 19 项国家计量技术规范和 2021 年第 1 号国家计量技术规范修改单发布实施。

序号	编号	名称	批准日期	实施日期	备注
1	JJG2051-2021	直流电阻计量器具检定系统表	2021-02-23	2021-03-01	代替 JJG2051-1990
2	JJF1182-2021	计量器具软件测评指南	2021-02-23	2021-08-23	代替 JJF1182-2007
3	JJF1890-2021	直线度测量仪校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
4	JJF1891-2021	医用分子筛制氧机校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
5	JJF1892-2021	气腹机校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
6	JJF1893-2021	(0.2 ～ 40)GHz 电磁兼容喇叭天线校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
7	JJF1894-2021	半导体管特性图示仪校准仪校准规范	2021-02-23	2021-08-23	代替 JJG838-1993
8	JJF1895-2021	半导体器件直流和低频参数测试设备校准规范	2021-02-23	2021-08-23	代替 JJG725-1991
9	JJF1896-2021	肌电及诱发反应设备校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
10	JJF1897-2021	30MHz ～ 1GHz 测量天线校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
11	JJF1898-2021	波形监视器校准规范	2021-02-23	2021-08-23	代替 JJG120-1990
12	JJF1899-2021	电磁混响室空间场强评价方法	2021-02-23	2021-08-23	
13	JJF1900-2021	停车场电子计时装置检定仪校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
14	JJF1901-2021	指针式精密时钟校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
15	JJF1902-2021	时间间隔发生器校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
16	JJF1903-2021	冲击响应谱试验机校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
17	JJF1904-2021	差分式加速度传感器放大器校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
18	JJF1905-2021	磁通计校准规范	2021-02-23	2021-08-23	
19	JJF1906-2021	恒定磁场线圈校准规范	2021-02-23	2021-08-23	代替 JJG106-1981
20	2021 年第 1 号国家计量技术规范修改单	对 JJG 2087-90《直流电动势计量器具检定系统表》个别内容进行修改的修改单	2021-02-23	2021-03-01	代替 JJG723-2008

国家市场监督管理总局
State Administration for Market Regulation

一图读懂

2021年 全国计量工作要点

2021年是中国共产党成立100周年，是“十四五”规划开局之年，是开启全面建设社会主义现代化国家新征程的关键之年。全国计量工作的总体思路是：坚持以习近平新时代中国特色社会主义思想为指导，全面贯彻党的十九大和十九届二中、三中、四中、五中全会精神，深入落实党中央、国务院决策部署，按照全国市场监管工作电视电话会议部署要求，坚持改革创新、协同发展，加强计量战略规划，提升计量能力，强化计量监管，完善计量服务保障，奋力推进国家现代先进测量体系建设，为构建新发展格局、推动高质量发展提供坚实计量基础。

中计文创

1 加强战略规划研究，完善体制机制建设

坚持党对计量事业的全面领导

以习近平新时代中国特色社会主义思想武装头脑、指导实践、推动工作，不断提高政治判断力、政治领悟力、政治执行力，团结动员各部门、各行业、各地区计量机构和人员，自觉把习近平总书记对计量工作的重要指示精神和党中央对计量工作的决策部署转化为计量战线的工作任务，认真研究分析新发展阶段计量发展的新特征、新趋势、新要求，完整、准确、全面贯彻新发展理念，充分履行职能，不断加强计量体系和能力建设，持续优化计量服务供给，更好发挥计量对构建新发展格局、推动高质量发展的作用。

强化计量规划战略研究

积极推动面向2035年计量发展规划的编制。鼓励各部门、行业、地方根据需要制定本部门、行业、地区的计量事业发展规划。加强国家计量战略专家咨询委员会建设，积极推动将计量纳入相关规划或重要文件。加强计量风险防控管理，健全计量应急预案体系。

推进国家现代先进测量体系建设

研究制定加强国家现代先进测量体系建设的指导意见，鼓励各方加强先进测量技术研究和测量设备研制，推广先进测量理念，提升国家整体测量能力和水平。

加强计量法律法规体系建设

以修订《计量法》为契机，研究构建更加科学、完善的计量法律法规体系。推动《定量包装商品计量监督管理办法》《计量比对管理办法》《计量校准管理办法》《法定计量检定机构监督管理办法》《专业计量站管理办法》《非法定计量单位限制使用管理办法》等计量规章的制修订。

建立部门行业计量协作机制

召开全国计量工作部际联席会议，研究制定相关工作规则。研究构建市场监管部门统一管理与各有关部门分工负责相结合的计量治理新机制，凝聚推进计量事业协同发展的强大合力。

2 夯实计量技术基础，提升计量能力水平

提升计量基准能力水平

积极应对国际单位制量子化变革，推进量子测量、量子传感等前沿计量技术研究，加快攻克计量领域“卡脖子”技术，为提升国家计量基准能力提供支撑。

充分发挥社会公用计量标准效能

落实市场监管总局加强社会公用计量标准建设与管理的指导意见，推进社会公用计量标准升级换代和规范管理，组织开展全国计量标准专项监督检查。

促进计量技术机构改革创新

研究制定市场监管系统计量技术机构深化改革和创新发展指导意见，推广先进改革经验和做法。加强计量技术机构监督管理。开展专业计量站专题调研。

加强计量技术规范管理和体系建设

根据经济社会发展需求和计量自身发展需要，分别制定、修订和废止一批国家计量技术规范。制定国家计量技术规范类型及编号规则和立项、审定、形式审查、质量评价、复审等各环节工作细则。

加强专业计量技术委员会建设与管理

制定加强计量技术委员会建设指导意见、计量技术委员会考核细则等制度性文件。完成全国专业计量技术委员会换届工作，开展新晋委员培训。

加强计量专业技术人才队伍建设

加大计量专业技术人员培训力度。鼓励各地开展计量专业技术人员职业技能竞赛等活动。针对西藏、新疆、青海等地计量需求，开展技术指导和人员培训，积极帮扶欠发达地区计量技术机构提升能力。

3 加强制度改革创新，推进计量科学监管

积极推行法定计量单位制度

优化 国家标准物质管理

探索改革 强制检定制度

推进计量比对改革

加强民生计量监管

深化计量“放管服”改革

◆ 印发新版国际单位制手册，加强法定计量单位宣传推广。推进相关国家标准规范修订。继续组织开展计量单位使用情况专项监督检查。

◆ 落实计量器具型式批准“异地代收”。总结自由贸易试验区“承担国家法定计量检定机构任务授权”改革经验。巩固注册计量师注册管理改革成果。修订《计量标准考评员管理规定》。

◆ 优化国家标准物质定级鉴定管理工作程序，规范技术评审行为。

◆ 探索建立“企业自控、用户监督、政府监管”机制。推进电动汽车充电桩检定新模式试点、贸易结算用计量器具检定管理制度改革试点等相关试点工作，研究通过数据在线监测和监督抽查检定相结合等方式，改革创新国家强制管理计量器具监管方式。

◆ 落实计量比对改革措施，充分发挥市场力量，做好2021年国家计量比对项目征集和立项实施工作，加快推进已立项国家计量比对项目的实施，推动国家计量比对结果向社会公开。

◆ 积极培育服务业经营者诚信计量自我承诺示范单位。探索计量惠民工作新模式。开展定量包装商品净含量计量专项检查。严厉打击计量作弊、缺斤短两、净含量不准等计量违法违规行为。

4 紧贴国家战略需求，优化计量服务支撑

健全国家产业计量测试服务体系

加快国家和省级产业计量测试中心建设。加强产业计量研讨交流和宣传培训。

推进计量服务区域协调发展

贯彻落实《市场监管总局关于构建区域协调发展计量支撑体系的指导意见》，支持和推动各大区国家计量测试中心和有关省级人民政府市场监管部门结合地方实际，对接国家重大区域发展战略。

推动仪器仪表质量提升

研究制定计量推动仪器仪表质量提升的指导意见。加大仪器仪表相关产业计量测试中心建设。

完善企业计量管理体系

研究制定加强企业计量工作的指导意见。修改完善测量管理体系认证管理办法。

加强中小企业计量帮扶

组织开展“计量服务中小企业行”活动，丰富完善“计量服务中小企业公共平台”内容。组织有关单位和专家编制企业计量精品课程。

深化能源资源计量服务

完善能源计量审查制度和要求。开展能源资源计量服务示范活动。加强国家（城市）能源计量中心管理。做好应对气候变化和节能减排、水资源节约、环境保护、能效水效标识管理等相关计量工作。

5 创新计量工作模式，形成计量工作合力

推动部门行业计量工作高质量发展

积极发挥计量基础支撑和保障作用，将计量融入部门、行业重点工作，服务部门、行业高质量发展。

推进地方计量工作深入开展

支持地方结合实际大胆探索创新计量管理模式与机制，更好发挥计量监管和服务效能。总结和推广各地成功经验，丰富计量监管手段，提升计量综合监管效能。

积极发挥行业学协会作用

充分利用学协会资源和力量，开展各类计量政策研究、调研和咨询服务。

加强计量数据信息管理与应用

研究起草加强计量数据管理和应用的指导意见。推动筹建数字计量专业技术委员会。推进国家计量数据在医疗卫生、科学数据等领域中的应用示范。加强国家标准参考数据库研发和建设。

6 参与国际计量治理，提升计量国际化水平
深度参与国际计量治理
深化“一带一路”计量国际合作
推进国际计量互认
◆ 加强与国际法制计量组织（OIML）、国际计量局（BIPM）等国际和区域计量组织合作，积极参与国际计量组织决策和规则制定。
◆ 落实《“一带一路”计量合作愿景与行动》，深化与俄罗斯、韩国等沿线国家和澜湄地区计量交流与合作。
◆ 积极推进OIML证书互认制度（OIML-CS）在我国和亚太地区的实施，不断扩大互认范围。
国家市场监督管理总局 计量司

中国计量协会组织召开计量校准科研项目凝练研讨会

2021 年 1 月 26 日，中国计量协会在京召开了计量校准科研项目凝练研讨会。与中国合格评定国家认可委员会、中国计量科学研究院、中国航空工业集团公司北京长城计量测试技术研究所、中国航天科技集团有限公司第一研究院第一〇二研究所，共商校准认可领域技术发展，凝练校准认可科研项目。

中国合格评定国家认可委员会校准实验室认可部主任袁松宏、高管林志国、张鹏杰、安平，中国计量科学研究院电磁计量科学研究所所长邵海明，中国航空工业集团公司北京长城计量测试技术研究所计量市场部部长徐永，中国航天科技集团有限公司第一研究院第一〇二研究所研发中心刘浩博士，中国计量协会秘书长王晓冬，技术服务部主任罗新元参加会议。

会议对“校准实验室认可特点和风险研究”“计量量子化等新技术对校准实验室认可的影响”2 项科研项目立项工作开展了深入的研讨，就立项需求、研究内容、关键技术进行了剖析，对成果产出进行了评估，并达成一致意见。

下一步，牵头单位将对上述科研项目进一步完善，按计划稳步推进项目立项工作开展。加强项目间的协调共享，为项目顺利实施奠定坚实基础。

中国计量协会召开实验室能力验证和计量比对协调发展模式研究项目专家研讨会

2021 年 2 月 5 日，中国计量协会在京组织召开了实验室能力验证和计量比对协调发展模式研究项目专家研讨会。邀请市场监管总局认可检测司、市场监管总局计量司、中国计量科学研究院、中国合格评定国家认可中心相关工作负责同志和项目课题组成员分别在线上、线下参加会议。

开展实验室能力验证和计量比对协调发展模式研究项目，意在厘清能力验证和计量比对基本要素，梳理国内能力验证和计量比对现状，借鉴国际发展经验，探索实验室能力验证和计量比对协调发展模式，研究能力验证和计量比对协同发展新路径，推动能力验证和计量比对有机融合，提升实验室检测能力和检测水平。

项目课题组从项目背景和意义、报告基本框架和内容等方面对前期工作情况作了简单说明。各位专家充分肯定了项目研究的重要意义，一致认为报告结构完整、工作特点鲜明，具有较强的指导性和前瞻性。

同时，各位专家也提出在课题研究过程中要细致梳理能力验证的发展历史，并在推动能力验证国际化方面重点开展探索研究，通过对比分析能力验证与计量比对在管理形式和技术环节的异同，提出能力验证和计量比对协同发展新路径，激发能力验证活力，进一步提升能力验证工作供给质量和效能。

下一步， 项目课题组将充分采纳会议形成的意见和建议，进一步充实课题内容。此次研讨会的顺利召开，为项目顺利实施提供了坚实保障。

中国计量协会承办“计量服务中小企业行”座谈会

2021 年 3 月 12 日，国家市场监管总局计量司产业与资源环境计量处在京组织召开了“计量服务中小企业行”座谈会，计量司朱美娜处长主持了会议。会议总结了 2020 年计量服务中小企业工作，就 2021 年计量服务中小企业工作进行了座谈。来自中国计量协会、中国计量测试学会、中国个体劳动者协会、中国计量院、北京市场监管局、北京计量院、航空 304 所、京源中科科技股份有限公司的代表出席了会议。此次会议由中国计量协会承办。

中国计量协会组织召开《专业计量站管理办法》《法定计量检定机构监督管理办法》修订研讨会

2021年1月29日,《专业计量站管理办法》《法定计量检定机构监督管理办法》(以下简称《办法》)修订研讨会在京召开。来自市场监管总局计量司、中国计量协会、中国计量科学研究院、省市场监管局计量处、省级计量技术机构、国家专业计量站等各方面的25名代表分别在线上、线下参加会议。

会议重点对修订《办法》的必要性、适用性和可行性方面进行了深入研讨。会议一致认为,《办法》的修订是深入贯彻落实党中央、国务院关于审批服务便民化的决策部署,进一步深化计量领域"放管服"改革的具体体现。《办法》修订要在现行计量法律法规框架下,以新时代计量改革发展要求为目标,明确加强和改进法定计量检定机构监督管理的工作思路、总体目标和重点任务,进一步激发法定计量检定机构发展活力,提升工作质量和效益。应当以法定计量检定机构改革为契机,契合机构改革的现实需要,展现新的时代使命,为计量高质量发展提供有力保障。

下一步,中国计量协会将按照修订工作计划,与相关单位、专家加强合作,配合总局计量司,扎实做好《专业计量站管理办法》《法定计量检定机构监督管理办法》的修订工作。

中国计量协会印发《中国计量协会计量校准规范制修订工作管理办法（试行）》《中国计量协会团体标准制修订工作管理办法》

3 月 8 日，为进一步规范中国计量协会计量校准规范和团体标准制修订工作，中国计量协会秘书处制定了《中国计量协会计量校准规范制修订工作管理办法（试行）》，对《中国计量协会团体标准制修订工作管理办法》进行了修订。全文附后。

中国计量协会计量校准规范制修订工作管理办法（试行）

第一章 总则

第一条 为规范中国计量协会计量校准规范制修订工作，根据《中华人民共和国计量法》《中华人民共和国计量法实施细则》和中国计量协章程，参照《国家计量检定规程管理办法》等有关规定，制定本办法。

第二条 本办法适用于中国计量协会根据工作职责，开展的中国计量协会计量校准规范（以下简称协会计量校准规范）的制修订工作。

第三条 协会计量校准规范为国家、行业（部门）计量校准规范的有效补充，制修订工作不得与国家、行业（部门）计量技术规范重复、抵触。协会计量校准规范之间应当保持协调、统一，不得重复，应当确保协会计量校准规范的先进性和可行性。

第四条 制定协会计量校准规范应当符合国家有关法律和法规的规定，并以市场需求为导向；鼓励采用国际先进技术，建立协会计量校准规范体系构架。协会计量校准规范适用范围必须明确，在其界定的范围内力求完整，要求科学合理，操作经济可行。

第五条 协会计量校准规范编号由其代号、发布顺序号和发布年号组成。协会计量校准规范代号为“JJF/CMA”。

示例：JJF/CMA X-20XX

协会计量校准规范编号由中国计量协会统一发布。

第六条 协会计量校准规范制修订工作包括立项、起草、审定报批、批准发布、宣贯、复审等。

第二章 立项

第七条 中国计量协会鼓励支持会员单位申报协会计量校准规范。

第八条 中国计量协会秘书处于每年一月、六月向中国计量协会各分支机构（以下简称各分支机构）征集协会计量技术规范制修订计划项目。各分支机构依据国家有关发展规划和经济社会发展需要，在业务领域范围内，负责项目征集、论证、遴选工作。

第九条 各分支机构通过征集、论证、遴选后，向中国计量协会秘书处提出项目建议申请函。随函附《中国计量协会计量校准规范项目建议书》（见附件 1）、预研报告（包括必要性、可行性分析、范围和主要技术内容、被校计量器具国内外生产使用情况、项目承担单位能力条件、预算及进度安排等）、专家论证意见等。经中国计量协会秘书处批准后方可立项。

第十条 被批准立项的协会计量校准规范制修订项目，由中国计量协会统一下达编制计划，同时列入中国计量协会和申报分支机构的年度工作计划。

第三章 起草

第十一条 各分支机构应与项目牵头单位研究组建制修订起草工作组，确定主要起草单位和参加单位。

第十二条 制修订起草工作组负责所制修订的协会计量技术规范质量。

第十三条 制修订起草工作组，原则上由 5 ～ 10 个单位组成，一般包括计量技术机构、科研机构、大专院校、计量器具生产企业、计量器具使用单位等。

第十四条 参加制修订起草工作组的单位，应当具备与该协会计量技术规范制修订工作相匹配的技术能力。

第十五条 参加制修订起草工作组单位的起草人，应当从事该协会计量技术规范相关技术工作，技术职称应当为中级（含中级）以上，高级职称人数不得低于起草人数的 1/2。

第十六条 制修订起草工作组应当按照《国家计量校准规范编写导则》有效版本的要求，在调查研究、试验验证的基础上，起草协会计量技术规范征求意见稿、编写说明、试验报告、误差分析、采用国际建议、国际文件或国际标准的原文及中文译本等。经各分支机构审查确认后，通过中国计量协会网站向社会征求意见（征求意见表见附件 2），期限一般不少于 30 天。

（一）编写说明。阐明任务来源，制修订起草工作组人员构成，编写依据，与有关的现行法律、法规和国家、行业（部门）计量技术规范的关系，采用国际建议、国际文件或国际标准情况，对所规定的某些技术条款、校准条件、校准方法的有关说明，对重大分歧意见的处理结果和依据，制修订经费筹集和使用情况等；在修订时，应当对新旧协会计量校准规范的修改内容予以说明等。

（二）试验报告。对协会计量校准规范中所规定的计量性能、技术条件，应当用规定的校准条件、校准方法对其适用范围的对象进行检测，用试验数据证明其是否可行。

（三）误差分析。应用误差理论和不确定度评估方法分析所规定的计量性能要求、技术条件、校准条件（所使用的标准器及有关设备仪器，环境条件等）、校准方法是否科学合理。同时应当列出误差源、误差的类别、合成的方法及置信概率等。

第十七条 制修订起草工作组负责归纳整理征求到的意见，经研究后提出协会计量技术规范制修订送审稿、编制说明、意见汇总处理表、试验报告、误差分析、采用国际建议、国际文件或国际标准的原文及中文译本等，报送各分支机构审定。

第四章 审定报批

第十八条 协会计量技术规范审定由各分支机构采用会议形式进行。审定应形成审定意见，并获得到会审定专家 3/4 以上赞成方为通过。审定通过的协会计量技术规范，由制修订起草工作组根据审定意见整理后，形成报批材料。

第十九条 报批材料经各分支机构审核确认后，提交中国计量协会秘书处。报批材料应包括：

（一）报批公文；

（二）协会计量技术规范审定意见（见附件 3）；

（三）协会计量技术规范报批稿（电子版）；

（四）编制说明（电子版）；

（五）征求意见汇总处理表（见附件 4）（电子版）；

（六）试验报告（电子版）；

（七）误差分析（电子版）；

（八）如系采用国际建议、国际文件或国际标准，应附其原文和译文（电子版）。

第二十条 中国计量协会秘书处组织对各分支机构的报批材料进行审核。

第五章 批准发布

第二十一条 协会计量技术规范由中国计量协会秘书处负责编号、批准。

第二十二条 经批准的协会计量技术规范在中国计量协会网站全文公开发布。

第六章 宣贯

第二十三条 协会计量技术规范发布后，制修订起草工作组应于 1 个月内向各分支机构报送协会计量技术规范宣贯教材，经各分支机构审核确认后，报中国计量协会秘书处备案。

第二十四条 各分支机构应指定制修订起草工作组主要起草人，负责解释协会计量技术规范。

第七章 复审

第二十五条 协会计量技术规范实施后，应当根据科技发展和经济建设需要适时进行复审；复审周期不超过 5 年。复审由各分支机构负责，可以采取会议审定或函审形式进行。

第二十六条 协会计量技术规范复审应形成复审报告，内容包括：复审简况、处理意见、复审结论。上报中国计量协会秘书处。

第二十七条 协会计量技术规范复审结果及处理：

（一）复审结论为确认继续有效的，不改顺序号和年号，重版时在协会计量技术规范封面上、标准编号下写明“×××× 年确认有效”字样；

（二）复审结论为修订的，各分支机构应当在报送复审结论时提出修订项目。协会计量技术规范修订完成后，顺序号不变，年号改为修订的年号；

（三）复审结论为废止的，由中国计量协会秘书处通过中国计量协会网站公开征求意见，征求意见一般不少于六十日。无重大分歧意见或者经协调一致的，由中国计量协会秘书处以公告形式废止。

第二十八条 协会计量技术规范发布后，个别技术要求需要调整、补充或者删减，可以通过修改单进行修改。修改单由各分支机构提出，中国计量协会秘书处按程序批准后以公告形式发布。

第八章 经费

第二十九条 协会计量技术规范制修订所需经费由参编单位筹集。

第三十条 制修订协会计量技术规范不以盈利为目的，制修订经费由参编单位按照成本预算合理分担。

第三十一条 制修订经费使用应当公开、透明，严禁通过摊派、有偿署名、按出资排序等方式收取不合理费用。制修订经费使用情况应当在协会计量技术规范编制说明中写明，并在审定会上公开通报。

第三十二条 中国计量协会秘书处审核协会计量技术规范所需经费，由各分支机构与中国计量协会秘书处共同承担。

第九章 附则

第三十三条 本办法由中国计量协会秘书处负责解释。

第三十四条 本办法自公布之日起施行。

附件：1. 中国计量协会计量技术规范项目建议书
2. 中国计量协会计量技术规范征求意见表
3. 中国计量协会计量技术规范审定意见
4. 中国计量协会计量技术规范征求意见汇总

附件 1

中国计量协会计量技术规范项目建议书

项目名称（中文）			项目名称（英文）	
制定或修订	□制定	□修订	被修订编号[1]	
采用国际文件名称	□是　□否			
国际文件名称及编号[2]				
一致性程度标识	□ IDT（等同采用） □ MOD（修改采用） □ NEQ（非等效采用）			
牵头单位名称				
计划起始年	年		完成年限	年
目的、意义				
范围和主要技术内容				
国内外情况简要说明				
被校计量器具国内外生产应用情况				
项目承担单位能力条件				
项目具体进度安排				
项目成本预算[3]				
申报单位意见 4				

［注 1］修订协会计量技术规范必填被修订编号，多个被修订编号之间用半角逗号“，”分隔；
［注 2］如采用国际文件准需填写组织名称、编号及一致性程度标识，多个编号标号之间用半角逗号“，”分隔；
［注 3］项目成本预算主要包括总额、资金来源情况和成本构成；
［注 4］申报单位指中国计量协会各分支机构。

附件 2

中国计量协会计量技术规范征求意见表

中国计量协会计量技术规范名称：
接收反馈意见邮箱：
意见提出人单位和姓名：
联系方式：

序号	章条编号	意见内容	理由

附件 3

中国计量协会计量技术规范审定意见

中国计量协会计量技术规范名称：
起草单位：
起草人：
主审人：
审定地点和日期：

审定意见（审定意见应包括但不限于：审定专家总数；技术资料的科学性、完整性；采用国际建议及有关国际技术标准的程度；与有关的现行法律、法规和国家、行业（部门）计量技术规范的关系；重大分歧意见的处理经过和依据；制修订经费使用情况；主要讨论和修改的意见；对本规范的评价；存在的问题；表决情况；审定结论等）： 主审人（签名）：
审定意见修改完成情况： 主审人（签名）：
申报单位意见： 主审人（签名）：

审定意见专家签字

姓名	职务或职称	工作单位	签字

附件 4

中国计量协会计量技术规范审定意见

中国计量协会计量技术规范名称：
承办人姓名：
联系方式：

序号	章条编号	意见内容	提出单位 和人员姓名	处理意见

压力传感器自动化校准软件的设计

范 青，邓瑞娜，李 聪
（西安航天动力研究所，陕西 西安 710100）

【摘　要】随着工业4.0时代的到来，智慧计量逐渐走上历史的舞台，智能仪表的作用将会愈发重要，但国内各级计量技术机构目前普遍存在着自动化程度较低的问题，基于 LabVIEW 平台对智能仪表的设计与应用是解决这一问题的有效方法。文章以压力传感器（静态）校准系统的开发为例，提供了一种全新的自动计量校准系统。

【关键词】 计量校准；仪器控制；数据处理
【文献标志码】 B
【文章编号】 1002 — 1183（2021）02 — 0004 — 04

虚拟仪器工作平台凭其超前的创新性成为目前发展快、功能强大的图形化软件开发集成环境。随着“工业 4. 0”的提出，将迎来以生产高度数字化、网络化、机器自组织为标志的第四次工业革命。

计量的历史源远流长，在人类社会的发展中，计量随着社会分工和商品交换的产生应运而生，并随着科学技术和社会生产力的发展而发展。“工业 4. 0”将是计量发展的黄金年代。

基于上述考虑，本文以西安航天动力研究所研制的某型压力传感器（静态）校准为例，设计了基于虚拟仪器工作平台的自动化校准系统，通过计算机通信接口对数字式压力计、数字多用表进行反馈控制，既弥补了校准过程中大量校准数据运算效率低、出错率高的不足，又充分发挥了智能仪表响应速度快、运算效率高及操作难度低等优点，提高了压力传感器（静态）校准的效率以及校准数据的准确性。

1 总体方案设计

压力传感器广泛应用于各种工业自控环境，涉及水利水电、铁路 交通、智能建筑、航空航天、军工、石化、电力、船舶等众多行业，压力参数在这些行业中都起着至关重要的作用，所以压力传感器的校准对压力参数的正确测量起着决定性的作用。JJG 860—2015《压力传感器（静态）》规定了压力传感器静态校准的项目及方法，本程序依据该规程，设计了如图 1 所示的总体方案。

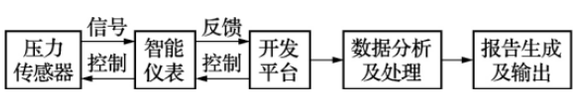


图 1　总体方案

方案设计的基本原则依据国家检定规程执行，保证测量方法、测量原理、测量程序的符合性。整套系统由压力传感器、数字压力计、数字多用表、直流供电电源、计算机组成，并将压力传感器感压端与标准压力输出端相连，电气接口与数字多用表测试端及直流供电电源相连，由此构成整套校准系统，通过虚拟仪器对标准输出压力的控制及传感器输出信号的采集，实现压力传感器的智能自动化校准。本系统主要实现以下功能。

(1) 实现智能仪表与计算机的串口通信，及时的将智能仪表的信息反馈给计算机，并将计算机运算得到的控制量再输出。

(2) 实现对数字式压力计的实时控制，并且实现了响应速度快、控制精度高等特点。

(3) 校准与控制参数的显示：如设定压力值、实时压力值、时间、实时信号、压力报警等。

(4) 校准结果的数据处理与分析：依据检定规程中所规定的计算方法进行数据处理及计算。

(5) 校准结果的数据保存及打印：可将数据按指定路径保存至计算机硬盘中，方便后续查询或打印。

2 基于 LabVIEW 的压力传感器（静态）校准程序的设计

2. 1 虚拟仪器

虚拟仪器技术通常是指利用模块化的硬件，并结合高效灵活的软件来完成各种测试、测量和自动化的应用，其最大优势在于，它除了基础的信号采集部分，其他软硬件全部采用通用的计算机软硬件设备，而这些又可以以低廉的价格进行升级，或者按需要进行配置。相对传统仪器而言，虚拟仪器巨大的灵活性给其带来了得天独厚的优势。表 1 为传统仪器与虚拟仪器的优缺点对比。

作者简介：范青（1984—）男，工程师；收稿日期：2020 — 07 — 0

表 1　传统仪器与虚拟仪器对比

传统仪器	虚拟仪器
仪器功能由厂家定义，灵活性差，集成度小，系统升级比较困难。	适合搭建灵活的测试系统，仪器功能可由用户定义，并方便系统升级和维护。
硬件资源被重复利用的概率小。	硬件资源可以被重复利用。
研制周期长，维护、开发费用高。	研制周期短，维护、开发费用低。
技术更新相对较慢。	技术更新快。
多台仪器设备之间同步和数据共享均相对较难。	方便多种仪器设备进行同步和数据共享，满足仪器行业绝大部分测试需求。

2. 2 仪器控制

LabVIEW 图形化开发环境内置仪器控制功能，比如仪器驱动、直接 I/O，而且可提供一个完整的功能集，包括定制、应用集成、系统连接和强大的分析表达能力，从开发效率、稳定性、灵活性和可扩展性四个方面来看，由其构建的仪器控制系统架构毫无疑问是目前市场上最出色的解决方案之一，其具体架构如图 2 所示。LabVIEW 仪器控制有以下几个特点。

(1) 借助图形化编程方法，简化操作，提高效率。

(2) 借助免费而庞大的仪器驱动程序，可快速常见仪器的自动化。

(3) 将采集和分析同高级别分析函数相结合使用，提升二次开发能力。

(4) 将数据保存至磁盘或创建自定义报告

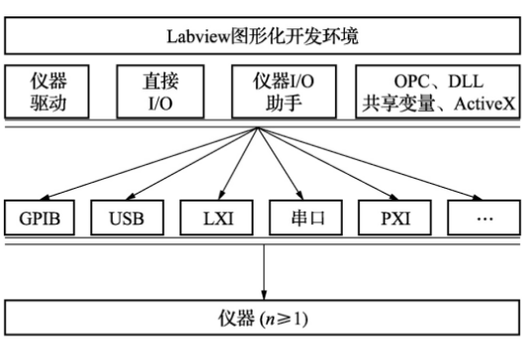


图 2　基于 LabVIEW 的仪器控制系统架构

(5) 可创建专业用户界面，以软件面板代替仪器面板。

(6) 发布独立的应用以及程序安装包。

2. 3 压力传感器 (静态) 校准的现状

目前压力传感器的静态校准依据国家颁布的 JJG860—2015《压力传感器 (静态)》规程执行，各级计量技术机构在实际工作中，普遍存在着以下现状。

(1) 随着压力传感器设计及制造工艺的提高，高准确度等级的传感器相继面世，对标准器提出了更高的准确度要求，一般处于量值溯源上级的机构由于法制要求，均能满足，在一些第三方计量机构存在一定的不达标现象。

(2) 在一些特殊行业，如航天，由于特殊测量环境的需求，需要做到传感器绝对禁油并且严禁多余物，这就为无油校准或内腔清洗带来了极大的挑战。

(3) 为了满足更高等级压力传感器的计量要求，各级机构替换等级更高、价格更贵的标准器。但同时限于二次开发能力不足，导致校准过程依然停留 在 原 始 阶 段，所购仪器未能发挥出最大效应。针对于上述现状，对我所压力传感器校准流程开展优化工作，开展基于 Labview 程序的智能校准技术的研究。

2. 4 压力传感器校准软件流程

针对我所压力传感器校准流程，结合现有计量仪器，编制压力传感器校准软件流程，如图 3 所示。

2. 5 压力传感器校准软件具有四大主要功能

(1) 检定校准引擎： 一个检定校准程序同时包含众多型号。

(2) 仪器控制： I/O 指令，仪器 I/O。

(3) 数据运算及分析： 函数运算。

(4) 报表生成及存储： 具有报表生成功能。

2. 6 仪器驱动的选用与设计

LabVIEW 提供了丰富的仪器控制功能，支持虚拟仪器架构 VISA (Virtual Instrument Software Architecture) ，目前 VISA 已完整地集成了与 GPIB、VXI、R S-232、R S-485 和内插式数据采集卡等硬件的通信，它的调用流程如图 4 所示。利用此虚拟仪器架构及流程，针对 各 种 控制仪器的通信，使用仪器仪表自带的标准接口，通过图形化的开发实现虚拟仪器与外部仪器之间的通信，并实时分析和记录测量仪器的测量结果。

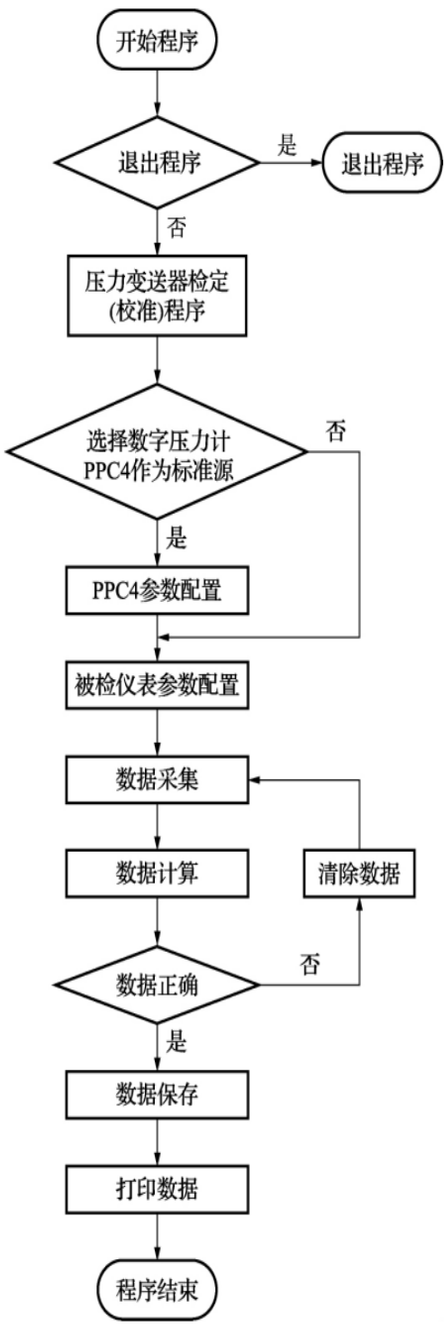


图3　软件流程图

3 设计实例与开发

结合以上所述的方法及流程，根据现有情况，利用 LabVIEW 平台以及虚拟仪器技术，开发压力传感器（静态）自动校准程序。该实例注重计量一线工作实际情况，为工程实践应用，具有较强的创新性及先进性。

3.1 程序功能及后台程序设计

压力传感器自动校准程序实现的几大功能如下：硬件及校准模式匹配、单位选择与换算、量程及检定点设定、数据采集及处理、报表生成及打印。校准的整个流程都是在主界面中完成。主界面图主程序通过调用各功能模块，来实现系统整体功能。

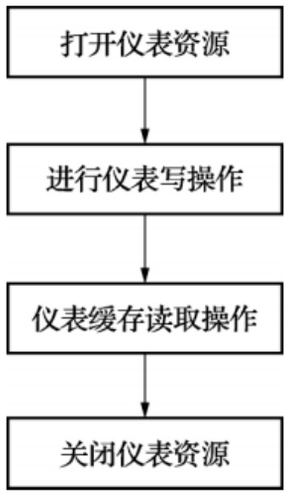


图4　调用流程图

3.1.1 硬件通信模块

对于系统硬件，通过设备自带的通讯接口，利用语言指令将软件平台与硬件设备建立连接，该系统主要硬件通信对象为一台压力控制器及一块多通道的数字多用表，通过网络及 R S232 接口完成指令控制。

3.1.2 数据采集模块

对多通道的数字多通用表建立通信连接，通过指令远程控制采集通道的转换和压力控制器的压力调整来实现多路型号传感器同时校准的的功能。

3.1.3 数据处理模块

根据 JJG 860—2015《压力传感器（静态）》的要求，对采集后的数据进行运算来确定传感器是否符合使用要求。

数据需要进行线性方程、重复性、迟滞、误差等参数的计算工作，以最小二乘法拟合曲线。

3.1.4 报告生成模块

通过微软的类库文件指令，利用 Labview 控件，调用 Word /Excel 的指令文件，达到报表动态生成的效果。

3.2 数据库

该软件还可通过微软自带的数据库文件，进行数据管理，方便日后在数据库中的检索及查询。

本实例仅以压力传感器（静态）计量校准为例，在计量传统十大领域内，还有着非常广泛的应用前景，诸如长度、温度、电学计量等，均可结合本实例实现检定／校准全流程下实现自动化；另一方面，随着国家放开计量检测市场，第三方计量机构的大量涌入，对计量能力建设的需求会越来越大，以工业经济发达的东莞为例，第三方计量机构不下百家，可是在自动化程度上均较低，在准确度要求高、数量要求批量化的研制生产背景下，只有不断提高自动化检定／校准能力，才能抢得客户，稳稳占领市场，该项目成果将有利于拓展航天计量技术在该领域民品市场的作用。

4 结束语

随着国家建设工业现代化步伐的加快，新的事物，新的理念不断出现，又不断被更新，加之“工业 4. 0”的提出，未来的世界将是智能化、自动化、机器自组织化的时代。

计量，作为工业的眼睛，从原始阶段发展到今天，一直都是走在时代创新的前列，以更高的角度保障工业社会的正常运转。想要在声势浩大的新工业革命中占据一席之地，“智能计量”必将成为发展潮流，智能仪器仪表的设计与应用将成为这股潮流的弄潮儿。

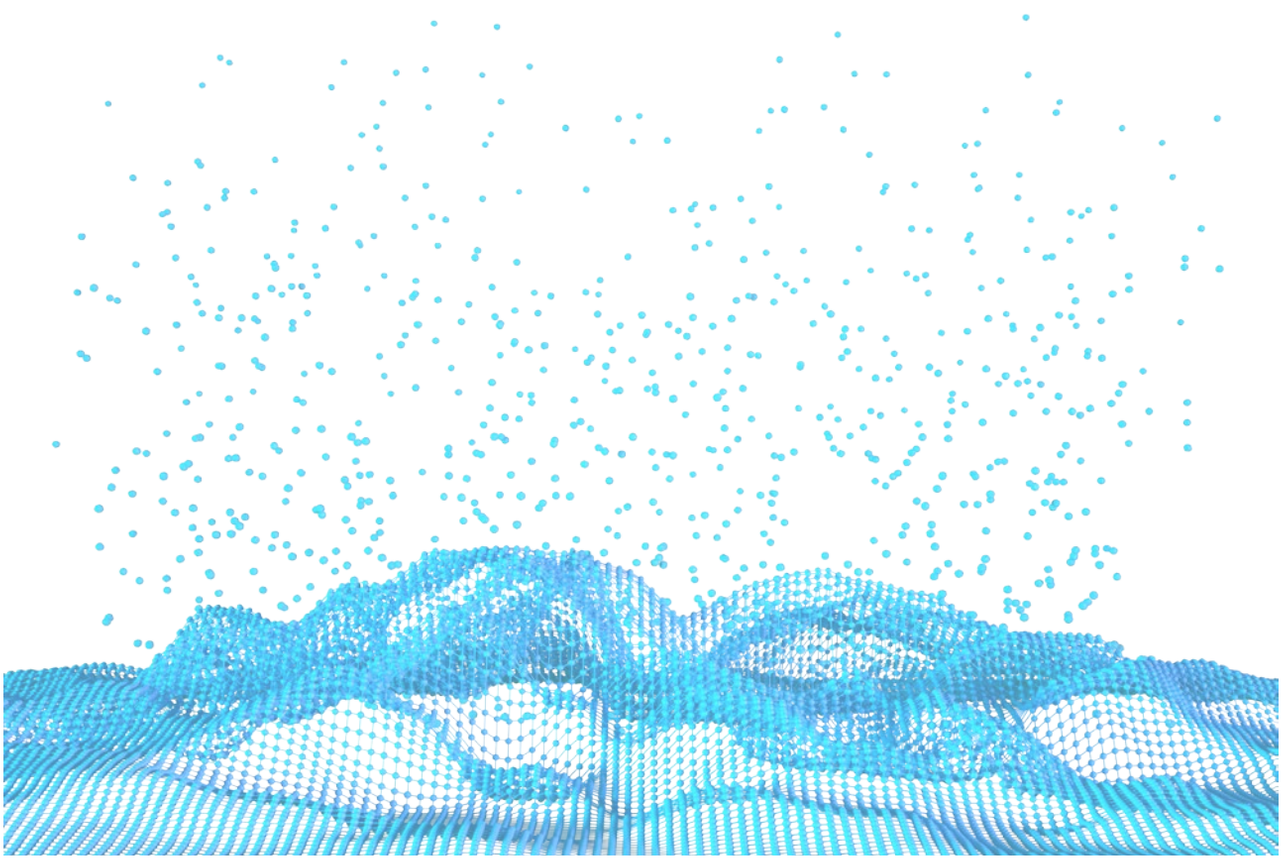
参考文献：

［1］ 宋铭 . LabVIEW 编程详解 ［M］ . 北京：电子工业出版社，2017.

［2］ 马双民 . 液体火箭发动机质量管理与检测技术 ［M］ . 北京：中国宇航出版社，2017.

［3］ 胡寿松 . 自动控制原理 ［M］ . 北京：科学出版社，2002.

［4］ 赵剑锋，吴继平 . 基于 LabVIEW 的自动控制原理虚拟仪器系统 ［J］ . 电气电子教学学报，2007 (1) : 85.



磁电式转速传感器校准方法

吴姗姗[1]，甘 逵[1]，欧 霞[2]，程 彦[1]，刘星辰[1]
(1. 湖南省计量检测研究院，湖南长沙 410014;
2. 长沙世邦通信技术有限公司，湖南 长沙 410205)

【摘　要】文章介绍了磁电式转速传感器的工作原理和用途，通过研究磁电式转速传感器校准用标准器提出了相应的磁电式转速传感器校准方法，对测量结果不确定度的分析，解决了磁电式转速传感器量值溯源问题。

【关键词】 转速传感器；校准方法；示值误差；示值变动性；测量不确定度
【文献标志码】 B
【文章编号】1002 — 1183（2021）02 — 0012 — 03

转速传感器是将旋转物体的转速转换为电量输出的传感器，其常用类型有：光电式、电涡流式、磁阻 式、霍尔式、电容式、接近开关式等。而磁阻式、电涡流式以及霍尔式转速传感器都是以电磁感应为基本原理来实现转速的测量，均属于磁电式转速传感器[1]。磁电式转速传感器广泛应用于工业生产中，如电力、汽车、航空、纺织和石化等领域，用来测量和监控机械设备的转速参量，并以此来实现自动化管理和控制[2－4]。因此，建立科学可靠的磁电式转速传感器校准方法成为计量工作的一项迫切要求。本文对磁电式转速传感器测量原理进行了阐述，对其校准方法进行了实验研究，对校准过程中遇到的问题以及测量结果不确定度进行了分析。

1 工作原理

有源或无源型磁电式转速传感器，其测量方式均为非接触式。磁阻式、电涡流式转速传感器感应测量对象为带有凸起或凹陷的磁性材料及导磁材料的被测物体，其工作原理如图 1（a）所示，前者基于磁阻效应，后者基于电涡流效应。当测速轮旋转时，齿轮与传感器之间的间隙产生周期性变化，磁通量也会以同样的周期变化，从而传感器感应出周期变化的脉冲信号。霍尔式转速传感器需在旋转物体上安装磁体，用以改变传感器周围的磁场，这样传感器才能准确捕捉被测物体的运动状态，其工作原理如图 1（b）所示，当传感器通过磁力线密度的变化，在磁力线穿过传感器上的感应元件时产生霍尔电势并将其转换为交变电信号，由传感器内置电路将信号调整和放大并输出脉冲信号。

随着被测物体的转动，转速传感器输出与旋转速度相对应的脉冲信号（近似正弦波或矩形波），通过计数仪表显示测量的转速值。

(1) 实现智能仪表与计算机的串口通信，及时的将智能仪表的信息反馈给计算机，并将计算机运算得到的控制量再输出。

(2) 实现对数字式压力计的实时控制，并且实现了响应速度快、控制精度高等特点。

(3) 校准与控制参数的显示：如设定压力值、实时压力值、时间、实时信号、压力报警等。

(4) 校准结果的数据处理与分析：依据检定规程中所规定的计算方法进行数据处理及计算。

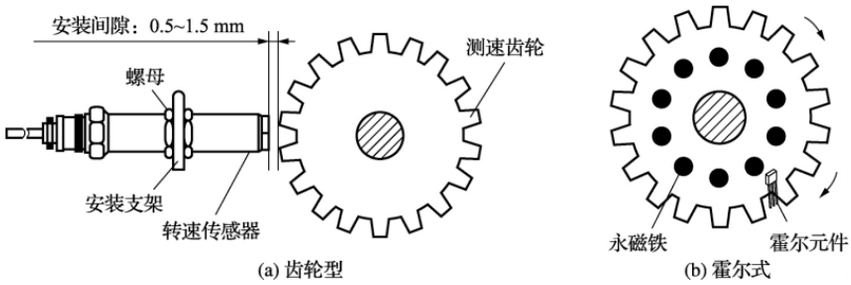
(5) 校准结果的数据保存及打印：可将数据按指定路径保存至计算机硬盘中，方便后续查询或打印。

2 基于 LabVIEW 的压力传感器（静态）校准程序的设计

2. 1 虚拟仪器

虚拟仪器技术通常是指利用模块化的硬件，并结合高效灵活的软件来完成各种测试、测量和自动化的应用，其最大优势在于，它除了基础的信号采集部分，其他软硬件全部采用通用的计算机软硬件设备，而这些又可以以低廉的价格进行升级，或者按需要进行配置。相对传统仪器而言，虚拟仪器巨大的灵活性给其带来了得天独厚的优势。表 1 为传统仪器与虚拟仪器的优缺点对比。

基金项目：湖南省科技创新计划资助（2018XK2008）
作者简介：吴姗姗（1989—）女，助理工程师；
收稿日期：2020 — 10 — 23



(a) 齿轮型　　(b) 霍尔式

图 1　磁电式转速传感器工作原理示意图

2 校准方法

根据磁电式转速传感器的主要用途，并参考JJG105—2019《转速表》、JJG326—2006《转速标准装置》、JJG1134—2017《转速测量仪》等相关的转速计量技术法规，磁电式转速传感器的关键技术特性为转速误差及示值变动性。

2.1 校准用标准器

磁电式转速传感器测量标准及辅助设备有：转速标准装置、数字频率计、直流稳压电源及测速齿轮 等。转速标准装置测量范围一般应满足50～10000 r/min，准确度等级或扩展不确定度(k=3) 应不大于被校准转速传感器最大允许误差绝对值的1/3。数字频率计的测量范围一般应满足1Hz～1MHz，频率准确度优于1×10－5。直流稳压电源输出电压：0～30V（连续可调）；输出电流：0～3A。测速齿轮采用导磁率大的金属材料加工成渐开线齿形，齿数建议为60齿，模数为2～4，齿宽应大于5mm。

2.2 校准前的准备

将装有标准测速齿轮的转速标准装置进行通电预热，将被校转速传感器按使用说明书要求安装固定在支架上并用导线正确连接数字频率计及直流稳压电源（如必要）。转速传感器的端面与被测齿顶间的安装间隙一般为 0.5～1.5mm，尤其是磁阻式转速传感器应尽可能缩小传感器端面与齿顶的间距。在确认转速传感器能正常进行测量后，可先对其进行试运转，根据试运转情况适当调整转速传感器的安装间隙，待数字频率计能正常显示被测转速值时，即可进行示值校准。

2.3 示值校准

2.3.1 转速

在被校转速传感器量程内均匀选定至少 6个校准点，或根据用户需要选定校准点。将转速标准装置分别调到校准点的参考转速值，待转速输出稳定后，在同一校准点连续读取并记录数字频率计 10 次测量示值。

$$n = 60\frac{f}{z} \qquad (1)$$

式中：n 为校准点的转速值，r/min；f 为数字频率测得值，Hz；z 为标准测速齿轮齿数。

标准测速齿轮齿数为 60 时，式（1）简化为：

$$n = f \qquad (2)$$

2.3.2 转速误差

每一个校准点的转速误差按照式（3）计算：

$$\delta = \frac{\bar{n} - n_0}{n_0} \times 100 \qquad (3)$$

式中：δ 为校准点的转速转速误差，%；$\bar{n}$ 为校准点的转速平均值，r/min；n_0 为校准点参考值，r/min。

2.3.3 变动性

每一个校准点的转速变 动性按照式（4）计算：

$$b = \frac{n_{max} - n_{min}}{n_0} \times 100 \qquad (4)$$

式中：b 为校准点的示值变动性，%；n_{max} 为同一校准点 10 次测量中的最大值，r/min；n_{min} 为同一校准点 10 次测量中的最小值，r/min。

最低和最高两个校准点确定的转速范围为被校转速传感器的测量范围。

3 测量结果不确定度评定

以 3000 r/min 校准点为例分析磁电式转速传感器转速误差测量不确定度，其数学模型为：

$$\delta = \bar{n} - n_0$$

由数学模型可知，磁电式转速传感器转速误差校准结果的主要不确定度来源有：

(1) 测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1；

(2) 转速标准装置引入的标准不确定度分量 u_2；

(3) 数字频率计引入的标准不确定度分量 u_3。

灵敏系数分别为：

$$c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial n} = 1$$

$$c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial n_0} = -1$$

$$c_3 = c_1 = 1$$

各输入量彼此独立不相关，故方差为： $u_c^2(\delta) = c_1^2 u_1^2 + c_2^2 u_2^2 + c_3^2 u_3^2$

3.1 输入量的标准不确定度的评定

(1) 磁电式转速传感器重复性引入的标准不确定度分量 u_1 在重复性测量条件下，将转速标准装置转速值调至 3 000 r/min，连续读取并记 10 次测量示值，测量示值分别为：3 000. 01、3 000. 02、3 000. 00、3 000. 01、2 999. 98、3 000. 02、2 999. 99、3 000. 01、3 000. 00、2 999. 97 r/min。

用贝塞尔公式计算实验标准偏差。

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

式中：x_i 为第 i 次测量的测得值；$\bar{x}$ 为 n 次测量所得一组测得值的算术平均值；n 为测量次数。根据上述测量结果可得其平均值为：3 000. 00 r/min，利用贝塞尔公式计算实验 标准偏差 s 为 0. 017 r/min。以 10 次测得值的算术平均值作为测量结果，计算转速传感器重复性引入的标准确定度分量：

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{10}} = 0.005\ 4\ \text{r/min}$$

(2) 转速标准装置引入的标准不确定度分量 u_2 转速标准装置扩展不确定度为 $U_{rel}=1\times10^{-4}$ (k=3)，计算转速标准装置引入的标准不确定度分量：

$$u_2 = \frac{U_{rel}}{k} \times n_0 = 0.1\ \text{r/min}$$

(3) 数字频率计引入的标准不确定度分量 u_3 数字频率计频率准确度为 0.001%，作均匀分布估计，则数字频率计引入的标准不确定度分量：

$$u_3 = \frac{a}{\sqrt{3}} \times n_0 = 0.017\ 3\ \text{r/min}$$

式中：a 为区间半宽。

3.2 输出量的标准不确定度分量 (表 1)

表 1 输出量的标准不确定度分量一览表

不确定度来源	评定方法	标准不确定度分量/(r/min)	灵敏系数	$\lvert c_i \rvert \cdot u_i$/ (r/min)
测量重复性	A 类	$u_1 = 0.005\ 4$	$c_1 = 1$	0. 005 4
转速标准装置	B 类	$u_2 = 0.1$	$c_2 = -1$	0. 1
数字频率计	B 类	$u_3 = 0.017\ 3$	$c_3 = 1$	0. 017 3

3.3 合成标准不确定度的计算

合成标准不确定度为：

$$u_c(\delta) = \sqrt{0.005\ 4^2 + 0.1^2 + 0.017\ 3^2} = 0.101\ 6\ (\text{r/min})$$

3.4 扩展不确定度的计算

取包含因子 k = 2，则扩展不确定度 U 由合成标准不确定度乘以包含因子 k 得到[5]。

$$U = k \times u_c = 2 \times 0.101\ 6 = 0.203\ 2\ (\text{r/min})$$

磁电式转速传感器转速误差测量结果相对扩展不确定度为：

$$U_{rel} = \frac{U}{\bar{n}} \times 100\% = 0.007\% \quad (k=2)$$

4 结论

对磁电式转速传感器校准用标准器进行了阐述，为建立磁电式转速传感器校准装置提供了参考。提出了磁电式转速传感器关键计量特性转速误差、示值变动性的校准方法，以此进行了试验并对测量结果进行不确定度评定，解决了磁电式转速传感器的量值溯源问题，为其它转速传感器的校准提供方法借鉴。

参考文献：

[1] 杨帆，吴晗平 . 传感器技术及其应用 [M]. 北京：化学工业出版社，2010.

[2] 张宪 . 现代汽车电器元器件与零部件的检测与维修 [M]. 北京：国防工业出版社，2002.

[3] 顾宝龙，赵振平，何泳，等 . 一种应用于航空发动机测试的小型磁电式转速传感器 [J]. 机械制造与自动化，2016 (4)：44.

[4] 孙京生，李国豪，甘智勇，等 . 磁电式速度传感器故障导致发电机组跳机分析 [J]. 自动化与仪表，2019(3)：55.

[5] JJF 1059. 1—2012 测量不确定度评定与表示 [S]

红外辐射特性校准技术研究进展

丁文皓 张 霞 方 奇
(中国兵器工业集团第五三研究所，山东济南 250031)

【摘　要】红外辐射特性测试在军民领域应用广泛，尤其是对于军用武器装备对抗红外探测打击意义重大。因此，针对提高红外辐射特性测试精度的校准技术成为研究重点。本文从标准黑体辐射源、校准方法和辐射计定标技术三个方面，简述国内外的研究进展。对研究涉及得到计量校准方法和成果进行论述比较，为相关人员提供技术参考，并提出今后的研究方向。

【关键词】红外辐射特性 标准黑体辐射源 校准方法 辐射计定标
【中图分类号】TH89
【文献标识码】A

R esearch Progress of Infrared R adiation Characteristic Calibration Technology

DING Wen-hao ZHANG Xia FANG Qi
(Institute 53 of China ' s Ordnance Industry，Jinan 250031，China)

Abstract Infrared radiation characteristic test is widely used in military and civilian fields, especially for military weapons and equipment against the infrared detection strike . Therefore, the research on calibration technology to improve the measurement accuracy of infrared radiation characteristics becomes the key. In this paper, the research progress at home and abroad is summarized from three aspects, such as standard blackbody radiation sources, calibration methods and radiometer calibration techniques. The methods and results of measurement and calibration involved in the research are discussed and compared to provide technical reference for related personnel, and the future research direction is proposed too.

Key words Infrared radiation characteristic Standard blackbody radiation source Calibration method R adiometer calibration

1 引 言

所有温度高于绝对零度的物体都向外部环境辐射红外能量，红外辐射按照波长由短到长又可以划分为： 近红外辐射 0.76nm～3μm、中红外辐射（ 3～40） μm 和远红外辐射（ 40 ～1 000） μm，物体在这些对应波段的辐射特性就是红外辐射特性。

目前，用于描述红外辐射特性的参数有红外发射率（或红外辐射率、法向辐射率等）、辐射温度等，这些参数的测量和分析在军民领域都有广泛的应用。例如太阳能工程、红外无损探测、红外遥感技术、医学理疗和国防军事工业等，在国防军事领域各种装备的红外制导、红外跟踪和红外隐身等功能，已经成为武器装备在战场生存和打击的重要技能，对战场形势有主导作用。

收稿日期： 2020 — 09 — 02
修回日期： 2021 — 01 — 31
作者简介： 丁文皓（1983. 01 —）女，研究员，博士，
主要研究方向： 热物性能检测及红外隐身技术。
E-mail: dingwenhao5252@ 126. com

军用武器装备根据自身材料结构功能和所处战场环境红外辐射特性的不同，面临来自不同方位的红外探测打击威胁。武器装备红外辐射特性一般容易暴露的是动力装置（发动机）、热流排出部位（尾喷口、排气管）和气动外壳（飞行器蒙皮）等几个部分。如地面目标中装甲车辆[1]发动机和排气管，无人机[2]蒙皮、尾喷口和尾喷流，直升机[3]发动机机舱蒙皮和排气舱口，巡航导弹[4]发动机排气系统壁面和蒙皮，单兵装备[5]的服装等，这些相关武器装备相关材料和器件的研发，都要配备精确的红外辐射特性测试作为引导和支撑。

红外辐射特征测试的重要意义决定了对测试精度的高要求，针对目前红外发射率和辐射温度的测量，必须有科学精确的校准方法和校准仪器，国内外科研机构和高校、企业都在进行深入的研究，本文就从几个研究角度简要介绍国内外的相关研究进展。

2 标准黑体辐射源研究

在红外辐射校准过程中，黑体辐射源是关键的校准装置之一，黑体辐射源的光谱辐射亮度可以用来复现温度，作为标定红外测温仪的标准器件，还可以进一步作为辐射测温关键对比仪器，成为温标保存装置[6, 7]。

美国国家标准与技术研究院（National Instituteof Standards and Technology, NIST）提供了辐射温度和红外光谱辐射率的国家级标准，其先进红外辐射测量和成像（Advanced Infrared Radiometry andImaging, AIRI）实验室可以在模拟低于 1100℃ 的环境下测试黑体源和目标物的绝对光谱辐射率和发射率，具有国家级可溯源性，如图 1 所示。

图 1　可变温度/光谱装置实物图

Fig. 1　Temperature/spectral variable device

美国 NIST 在 250℃ 以下的红外波段的典型参考黑体见表 1。

中科院安徽光学精密机械研究所研制了高精度的水浴黑体[8]，该黑体置于温控精度在 0.01℃ 的加热恒温浴槽内，腔体采用圆柱+圆锥的结构设计，内壁喷涂法向发射率大于等于 0.93 的红外高吸收涂层，腔体采用 2A12T4 铝合金，并在尖端采用倒锥设计避免涂层不均匀，如图 2 所示。

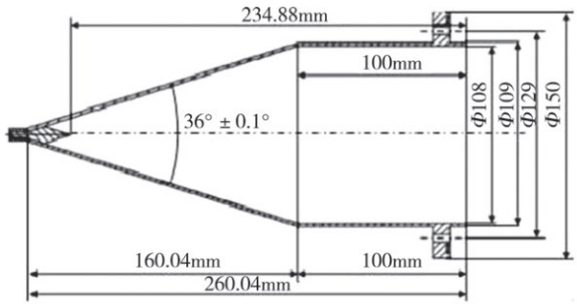


图 2　黑体腔结构示意图

Fig. 2　The structure of blackbody cavity

该水浴黑体经国家计量院检定其有效发射率大于 0.997，与理论计算值 0.9969 基本符合，满足热红外辐亮度计的定标需求，如图 3 所示采用其为双通道热红外标准辐亮度计进行定标，获得了 5μm 通道优于 0.39% 和 10μm 通道优于 1.3% 的定标不确定度。

新疆维吾尔自治区计量测试研究院[9]利用半导体制冷和热管技术，研制了－30℃～50℃的新型热管低温黑体辐射源，其温度稳定性优于 0.02℃ /20min，热管空腔有效发射率计算值大于 0.9992，发射率平均变化率仅为 0.06‰。

表 1　红外光谱发射率和辐射温度的参考黑体

Tab. 1　Reference blackbody of infrared spectral emissivity and radiation temperature

参考样类型	材料名称	温度范围/℃	腔发射率来源	腔口尺寸/mm
定温参考黑体	汞 Mercury	-38.834	—	50
	水 Water	0.01	—	50
	镓 Gallium	29.765	测试/计算	43
	铟 Indium	145.599	测试/计算	12
	锡 Tin	231.928	测试/计算	12
变温参考黑体	氨热管 Ammonia Heat Pipe	-50~50	计算	75
	水浴 Water Bath	10~75	测试/计算	104
	水加热管 Water Heat Pipe	55~250	测试/计算	63
	低温乙醇水浴 Low Temperature Ethanol Bath	-50~25	—	—
	大孔径液体浴黑体 Large Aperture Fluid Bath	-60~25	—	—

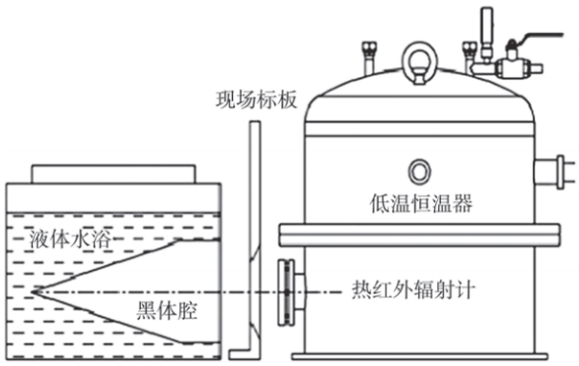


图 3　辐亮度计观测水浴黑体系统示意图

Fig. 3　Schematic of radiometer viewing a water-bath blackbody

浙江省方正校准有限公司设计研制了一款便携式黑体计量炉[10]，采用半导体加热制冷，可控温 -20℃～150℃，腔体发射率优于 0.99，并采用氮气吹扫技术在腔底形成气帘防止结霜，有利于低温应用。

中国科学院红外探测与成像技术重点实验室就在对无人机红外辐射特性测量和温度反演研究[11]中，采用以色列 CI 系统公司的面源黑体对双波段红外探测系统在 5℃～125℃进行了辐射定标，用需要定标的探测系统去测试已知辐射输出值的红外辐射源（面源黑体），根据不同辐射量和对应的输出信号建立定量关系，从而获得探测系统的响应度。

该研究还利用参考黑体来测量目标和测试系统之间的大气透过率，将标准黑体放置在目标旁边，用目标到黑体之间的大气状况来模拟无人机到探测器的大气状况，计算出大气透过率和大气路径辐射，该方法有效避免了未知物体发射率或天气状况带来的精度下降，减低测量误差，提高反演准确性见表 2。

3 校准方法研究

NIST 的红外光谱发射率测试系统（InfraredSpectral Emittance Measurement System，ISEMS）如图 4 所示，该系统包含基于 FT（Fourier Transform）光谱辐射度匹配器（含近红外波段）；λ 角度范围从 1 μm 到大于 50 μm，温度范围从 100℃ ～ 900℃；如图 5 所示设计的平板黑体系统为表征材料性能而设计，更易于进行黑体校准；用可控温的背景作为实时样品板来替代传统的样品架，从而实现中低温调控。

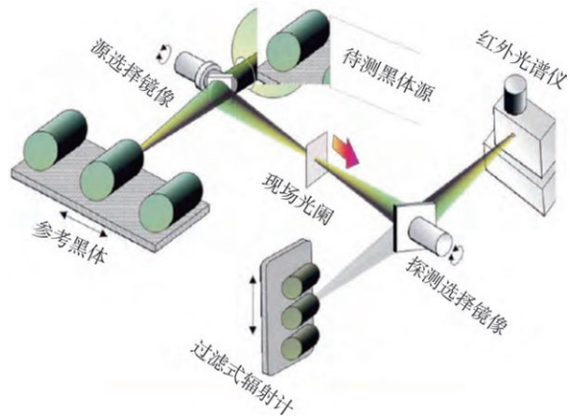


图 4　红外光谱发射率测试系统示意图

Fig. 4　Infrared spectral emittance measurement system

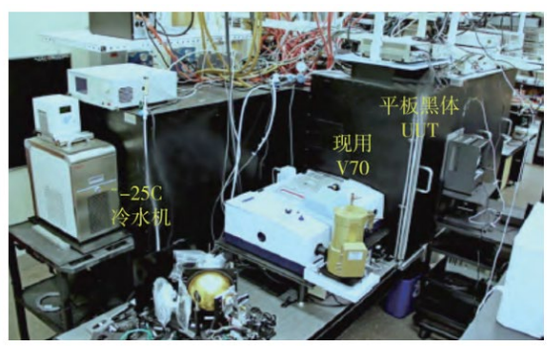


图 5　带有样品硬件删除功能的平板黑体源实物图

Fig. 5　Flat plate blackbody source with sample hardware removed

表 2　黑体校正技术对双波段温度反演结果准确性的提高作用

Tab. 2　The enhancement effect of the blackbody calibration on dual waveband temperature retrieval result

探测点	实际温度/K	基于传统的双波段温度反演结果			基于黑体校正的双波段温度反演结果		
		计算温度/K	绝对偏差/K	相对偏差/%	计算温度/K	绝对偏差/K	相对偏差/%
A	305.5	301.5	4.0	1.3	304.1	1.4	0.46
B		300.9	4.6	1.5	303.4	2.1	0.69
C		301.2	4.3	1.4	303.7	1.8	0.59
D		301.6	3.9	1.3	304.3	1.2	0.39
E		301.8	3.8	1.2	304.6	1.1	0.36

哈尔滨工业大学基于积分球反射计的红外发射率测量系统，提出了一种适用于反射法光谱发射率测量系统的校正方法[12]，通过参考反射标准样光谱反射率的数据拟合得到反射率曲线方程，从而计算出反射测量系统的校正系数，对参考标准样的输出电压进行校正推导出光谱反射率为 1 的参考标准样输出电压曲线，从而消除非理想参考标准造成的系统误差。如图 6 和图 7 所示可以看出，校正后的发射率曲线和 FTI R 测量结果具有更好的一致性。

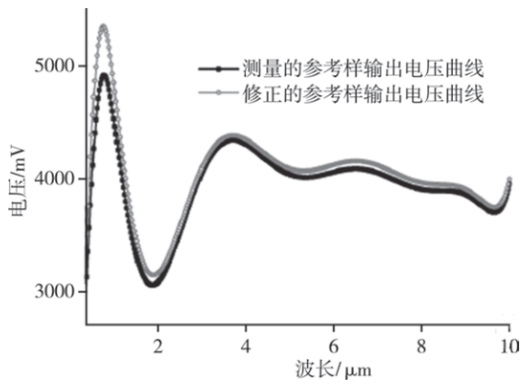


图 6　参考样的测量和修正后输出电压曲线图

Fig. 6　Comparison of the measured voltages of reference standard samples and its corrected voltages

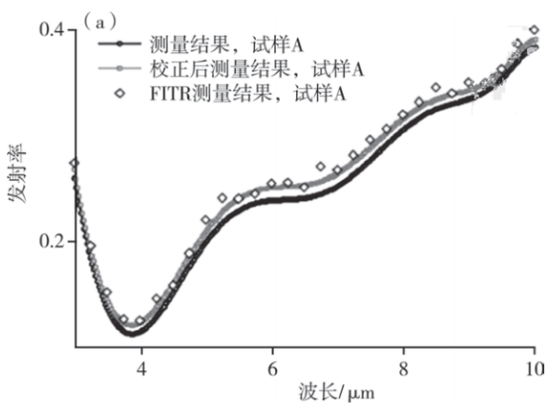


图 7　校准前后发射率和 FTIR 结果对比曲线图

Fig. 7　Comparison of result by spectral emissivity

哈工大研究团队为准确测试隔热材料的发射率，采用双温法对 FLI R 光谱仪进行标定[13]，选用黑体源在 700℃和 900℃两个温度下测得的光谱信息，对 DLaTGS 检测器进行标定。双温法校正中检测器响应函数 R（λ）与波长相关与温度无关，为验证标定标定响应函数的准确性，选取四个温度段内的温差进行标定计算，如图 8 所示，可以看出 4 个不同温差对该检测器的响应函数 R（λ）影响很小，稳定性很好。

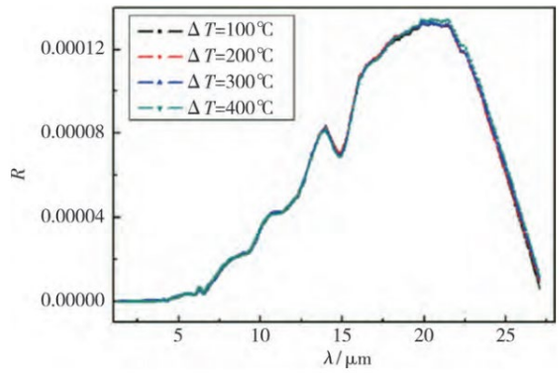


图 8　不同温差对检测器响应函数 $R(\lambda)$ 的影响曲线图

Fig. 8　Influence curve of temperture difference on the

中国科学院长春光学精密机械与物理研究所[14]使用 FLI R 制冷型中波红外探测器（测量范围（3.7～4.8）μm）和 S R－800 高精度面源黑体（CI 公司，工作范围 0℃～15℃）对辐射定标理论模型分析和辐射定标环境进行设计实验研究后，发现在环境温度变化时由杂散辐射引起的灰度输出变化和整个系统像元灰度变化几乎相等。由此设计利用涂覆高发射率涂层的镜头盖进行定标测试和研究，修正温度变化对测试的影响，修正后黑体的测量误差 从 0.8℃下降到 0.095℃，能有效提高外场红外测量系统的测量精度。

4 辐射计定标技术研究

红外辐射定标就是研究进入辐射计的辐射通量和辐射计的输出量（电压或数字信息）之间的定量关系。目前研究较多的是用红外辐射计对标准黑体的辐亮度直接定标，也就是用红外辐射计将红外标准从国家级辐射计、凝固点黑体、传输标准点温仪（变温黑体，或标准探测器）依次传递到用户黑体。

德国 PTB 发展了基于光谱辐射率／辐射温度、光谱辐射强度和光电子通量的两套测试系统，分别为光谱辐射校准仪和还原背景校准仪，可以涵盖 200nm～45μm 的定标范围[15]。

美国 NIST 的热红外传递辐射计 TX R[16]，主要用于校准接近室温状态（77 ～300）K 下的黑体辐射源，真空或大气条件都可操作，双通道分别为 5μm（InSb 探测器）和 10μm（HgCdTe 探测器 MCT）系统在 10μm 的辐射率测量噪声为 50mK，不确定度为 0.02% ，该类 TX R 光学系统构造如图 9 所示。

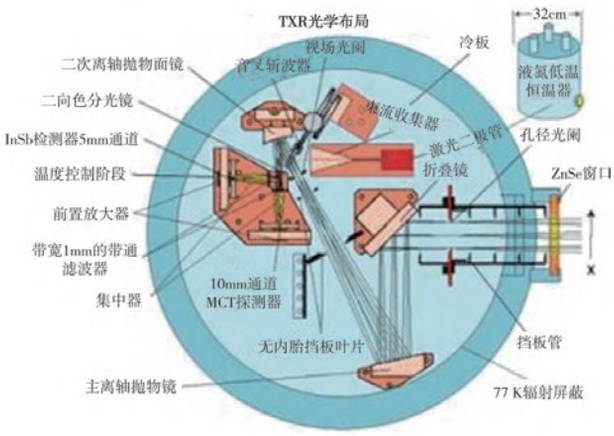


图 9　TXR 光学系统图

Fig. 9　The figure of the TXR Optical Layout

中科院安徽光电所基于受激参量下转换过程产生光子的相关特性[17]，构建红外标准传递辐射测量系统，通过测量标准黑体输出值用最小二乘法拟合获得定标系数，用该系数构建辐射亮温和相对黑体相应数据表，将测得的黑体辐射数据和表中的数据做匹配，反演得到待测黑体的辐射亮温。实验显示，该红外标准传递辐射计测量水浴黑体辐亮度的联合不确定度为 1.64%，可作为标准黑体到用户传感器的传递标准。中科院长春光学物理所研制了由黑体照明光管和参考辐射计两部分组成的双波段红外辐射计[18]，如图 10 所示。分别对野外作业的双波段大口径红外经纬仪进行定标，经研究分析，在短波 1.315 μm 用 InGaAs 探测器得到的校准不确定度为 4.12%，用 PbSe 探测的在中波（3.6～4.2）μm 得到的校准不确定度为 2.35%，可以保证红外经纬仪的准确测量。

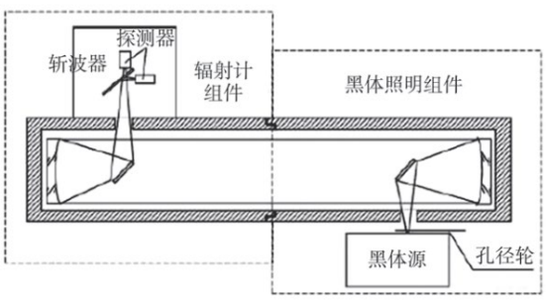


图 10　琼斯法辐射定标装置示意图

Fig. 10　Structure diagram of Jones radiation calibration device

5 结束语

目前，根据部分遥感探测、无接触测温和军用隐身制导的需要，红外辐射校准技术在低温和中高温段仍然存在不足，校准方法的可操作性，标准黑体的准确与简易，辐射计的多环境使用性和不确定度提高，这些都是下一步继续研究的重点。

参考文献

[1] 唐晓杰，沈卫东，宋斌，等. 高温孔口的红外隐身研究[J]. 红外技术，2015，37(5)：441～447.

[2] 徐顶国，桑建华，罗明东. 红外隐身技术在无人机上的应用研究［J］. 红外与激光工程，2012，41(12)：3154～3159

[3] 牛犇，唐继海，杨骐，等. 直升机红外隐身技术研究进展［J］. 表面技术，2017，46(2)：165～171.

[4] 李俊萍，刘永远，关胜如，等. 小型涡轮发动机红外隐身技术［J］. 战术导弹技术，2014，(3)：90～94.

[5] 郝立才，肖红，刘卫. 织物热红外伪装性能测试评价技术现状［J］. 红外技术，2013，35(8)：512～517.

[6] 徐恒，韩义中，杨永军. 黑体辐射源的发展［J］. 计测技术(综合评述)，2009，29(5)：1～3.

[7] 红外光谱发射率测试方法的研究［J］. 宇航计测技术，2002，022(002)：36～39.

[8] 谢臣瑜，李健军，庞伟伟，等. 双通道热红外标准辐亮度计定标方法研究 [J] 红外与激光工程，2018,47 (4) :0404002－1～0404002－7.

[9] 赵亿坤，王景辉，原遵东，等. 低温标准黑体辐射源的性能研究［J］. 计量学报，2017，38(5)：589～582.

[10] 熊玉亭，崔超. 便携式黑体计量炉的设计和研究 [J]. 计量与测试技术，2020，47(5)：27～30.

[11] 陈超帅，王世勇. 大疆无人机目标红外辐射特性测量及温度反演［J］. 光电工程，2017，44(4)：427～434.

[12] 张宇峰，戴景民，张昱，等. 基于积分球反射计的红外光谱发射率测量系统校正方法［J］. 光谱学与光谱分析，2013，33(8)：2267～2271.

[13] 柴永浩. 隔热材料的高温连续光谱发射率测量技术研究［D］. 黑龙江哈尔滨：哈尔滨工业大学，2019: 35～37.

[14] 孙志远，王旻，常松涛. 环境温度对红外辐射测量精度的影响及修正［J］. 红外技术及应用，2014，44(5)：522～526.

[15] Taubert　R D，Monte C，Gutschwager B，et al. Traceable Calibration of　R adiation Sources from the Visible to theFar Infrared for Space Borne Applications at PTB［J］. Proc. of SPIE，2009，7474: 747413－1～747413－12.

[16] R ice J P，Johnson B C. The NIST EOS thermal-infraredtransfer radiometer［J］. Metrologia，2003，35(4)：505～509.

[17] 盛文阳，夏茂鹏，李健军，等. 基于受激参量下转换的红外标准传递辐射计定标技术［J］. 红外与激光工程 2019，48(12)：1204001－1～1204001－7.

[18] 张钊，万志，孙景旭，等琼斯法定标用双波段红外辐射计的研制和校准[J] 光学学报，2016，36（6）：0623002 -1～0623002－10.

差压式湿气两相流量计的校准

王锡钢，甄 杨，赵 轶
（天津市计量监督检测科学研究院，天津 300192）

【摘　要】伴随着工业技术的不断发展，湿气流量的测量日益增多，湿气流量计的校准工作日益迫切，亟待解决。本文介绍了在湿气流量计量领域中广泛应用的差压式湿气两相流流量计的原理，并在天津大学电气与自动化工程学院的中压闭环湿气标定装置中对其进行了校准，对该流量计的气相和液相的不确定度进行了评定，为今后开展相关流量计的校准工作提供了参考和数据支持。

【关键词】差压式 湿气 两相流 流量计 校准
【中图分类号】TH
【文献标识码】B　　DOI:10.3969/j.issn.1671-1041.2021.03.008
【文章编号】1671-1041(2021)03-0030-04

The Calibration of Differential Pressure Wet Gas Two Phase Flowmeter

Wang Xigang，Zhen Yang，Zhao Yi
（Tianjin Institute of Metrological Supervision Testing,Tianjin, 300192,China）

Abstract With the continuous development of industrial technology, the measurement of moisture flow is increasing, and the calibration of moisture flow meter is becoming more and more urgent. This paper introduces the principle of differential pressure wet gas two-phase flow flowmeter, which is widely used in the field of wet gas flow measurement. It is calibrated in the middle pressure closed loop wet gas calibration device of the school of electrical and automation engineering of Tianjin University, and the uncertainty of gas phase and liquid phase of the flowmeter is evaluated. It provides reference and data support for the calibration of related flowmeters in the future.

Key words Infrared radiation characteristic　Standard blackbody radiation source　Calibration method R adiometer calibration

0 引言

近年来，伴随着工业技术的不断发展，湿气流量的测量日益增多地出现在许多工业领域中，如：天然气、石油开采过程中产生的天然气和水混合的湿气；沸点较低的液体输送中产生的湿气；核电厂、热电厂中气化单元产生的湿气等。所谓湿气，是指在总流体混合物中，气体体积在 95% 以上的气液两相流。液体是存在于湿气中的一种介质，或者是多种介质，其以游离状态存在。例如，水以及液态的其它化合物等。它是普遍存在于工业应用中以及自然界中的流动现象[1,2]。尤其在气田开采过程中，天然气总是伴随着液态烃、水蒸气等一起产出，湿气计量的准确度与开采方的经济效益和对气井的产出能力的了解程度息息相关。因此，越来越多的公司和研究机构开始重视湿气的计量准确度。

收稿日期：2021-01-21
作者简介：王锡钢（1981-），男，天津人，本科，高级工程师，副主任，研究方向：流量计量。

1 差压式湿气两相流流量计

基于差压原理的湿气流量测量最早始于 20 世纪中期，在 20 世纪 90 年代初，伴随着欧洲的北海区域油气田的开发，大型天然气跨国公司资助相关国家的实验室开展针对油气田中湿气计量技术的研究 [3]。其中，以美国和挪威为代表，在湿气流量的计量领域取得重大突破，其研究的相关设备在湿气流量的计量过程中具有准确度高、稳定性好等特点。美国科罗拉多工程实验站（CEESI）建立了研究湿气流量计量的环道标准装置，从而系统地开展了对如喷嘴、孔板流量计和锥形流量计为代表的典型差压原理流量计的湿气计量特性研究，为进一步研究湿气中包含的气体和液体体积奠定了基础。

以差压式的节流装置为测量流量的基本单元的差压式湿气流量计，广泛应用于湿气的计量，可实现气相、液相流体的计量。气相部分的测量是基于差压原理的节流装置，以其简单的结构、较高的可靠性、低廉的成本、便捷的维护且具有较高的准确度等优势，被广泛应用于两相流的工

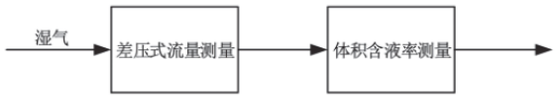


图1　分体式湿气两相流量计工作原理示意图
Fig.1　Schematic diagram of working principle of split wet gas two phase flowmeter

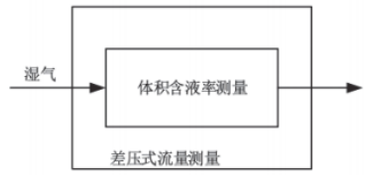


图2　集成式湿气两相流量计工作原理示意图
Fig.2　Schematic diagram of working principle of integrated wet gas two phase flowmeter

作环境中，并能满足其他较多测量环境的需要，工作状态稳定且可靠。液相部分采用射线、微波、电容、差压、电导等方法，实现体积含液率的测量，同时结合液体密度和气体组分等参数，可以实现气相流量的测量，以及气液两相流量的计量。

流量计常见的两种工作原理示意图如图 1 和图 2 所示。

其中，体积含气率和体积含液率是两个湿气计量中的两个重要参数。体积含液率（LVF）：工况条件下，液体体积流量与总体积流量之比 ；体积含气率（GVF）：工况条件下，气体体积流量与总体积流量之比。

2 差压式湿气两相流流量计的校准

2.1 实验装置

本实验在天津大学电气与自动化工程学院的中压闭环湿气标定装置内完成。该装置基于标准表法，由介质源、混合器、计量管道、水平环管实验管段、垂直井筒实验管段、分离装置和计算机控制系统等部分组成。差压式湿气两相流实验是在水平环管实验管段上进行的，实验系统如图 3 所示。该装置的测量范围为 ：水，（0 ～ 16）m3/h ；空气，（0 ～ 1000）m3/h ；测量不确定度为 ：水介质 0.22%（k=2）；空气介质 0.36%（k=2）。

实验中所使用的两相介质分别为水和压缩空气。水是由一台离心泵输入至稳压水塔中，采用水塔的自行溢流的方式为实验系统提供稳定的液相工作压力 ；空气由两台空气压缩机产生，经冷干机脱水降温后，输入至两个储气罐中，储气罐的容积均为 6m3。在计量管段和储气罐之间备有稳压阀，以保证实验期间气流的工作压力相对稳定。水和空气经引射器混合后，通入实验管段。实验过程中，湿气经气液分离罐分离，空气经放气阀门排放，水则继续流入储水罐实现循环使用。整个实验过程中的数据采集和控制在工控机中完成。

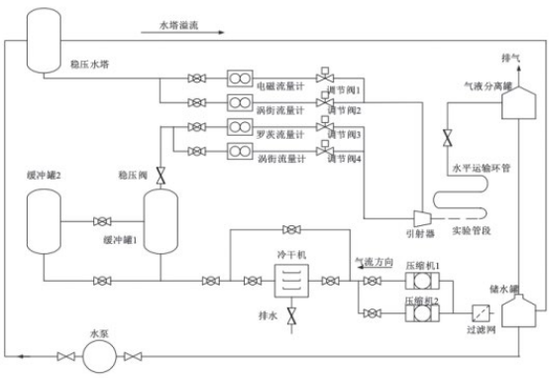


图3　气液两相实验装置原理图
Fig.3　Schematic diagram of gas-liquid two-phase experimental device

2.2 校准实验及其不确定度评定

被校准流量计选用天津市天大泰和自控仪表技术有限公司生产的差压式湿气流量计，型号为 TTWGFDN80(A)-0.55，流量范围（0 ～ 200）m3/h，其原理图如图 4 所示。选取 0.5q_{max}、GVF 为 97.5% 流量测试点作为不确定度评定的案例进行分析，在该点下将湿气流量计测量 3 次，其校准结果见表 1。

表1　校准结果
Table 1　Calibration results

流量点		湿气流量标准装置				差压式湿气流量计		示值误差（%）		重复性（%）	
气相流量点	GVF（%）	流量（气相）Nm^3/h	流量（液相）m^3/h	P_s MPa(G)	T_s ℃	流量（气相）Nm^3/h	流量（液相）m^3/h	气相	液相	气相	液相
0.5q_{max}	97.5	99.897	1.809	1.310	21.17	96.900	1.840	-3.00	1.74	0.100	0.343
		99.878	1.811	1.305	21.09	96.932	1.838	-2.95	1.52		
		99.886	1.812	1.299	21.03	97.059	1.833	-2.83	1.16		

2.2.1 气相不确定度评定

湿气流量计的气相瞬时流量相对误差可由下式计算 ：

$$E_i = \frac{q_{mN,i} - q_{sN,i}}{q_{sN,i}} \times 100\% \qquad (1)$$

相对不确定度公式如下 ：

$$u_{q_{sN,i}}^2 = \left(\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial q_{s,i}} \times \frac{q_{s,i}}{q_{sN,i}}\right)^2 \times u_{rel}^2(q_{s,i}) + \left(\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial p_{s,i}} \times \frac{p_{s,i}}{q_{sN,i}}\right)^2 \times u_{rel}^2(p_{s,i}) + \left(\frac{T_{s,i}}{q_{sN,i}}\right)^2 \times u_{rel}^2(T_{s,i}) + \left(\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial Z_{s,i}} \times \frac{Z_{s,i}}{q_{sN,i}}\right)^2 \times u_{rel}^2(Z_{s,i}) + \left(\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial Z_N} \times \frac{Z_N}{q_{sN,i}}\right)^2 \times u_{rel}^2(Z_N) \qquad (2)$$

1）由重复多次测量引入的 A 类不确定度分量

由重复多次测量引入的不确定度为 ：

$$u_r(E_r)=\frac{E_r}{\sqrt{n}}=\frac{0.100\%}{\sqrt{3}}=0.058\% \quad (3)$$

2）由标准表处压力测量 Ps 所引入的 B 类不确定度分量标准表处压力由绝压变送器测量，该绝压变送器测量范围为 (0~2)MPa，对应的输出电流范围是 (4~20)mA。该流量点的压力为 1.3MPa，对应输出电流值为 14.4mA。绝压变送器的校准证书中，其扩展不确定度为 U(Ps)=0.004(mA)(k=2)，则

$$u_r(P_s)=\frac{\frac{0.004}{2}}{14.4}=0.014\% \quad (4)$$

且

$$C_r(P_{s,i})=\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial p_{s,i}}\times\frac{p_{s,i}}{q_{sN,i}}\approx -1 \quad (5)$$

3）由标准装置引入的 B 类不确定度分量

标准装置的气相流量测量相对扩展不确定度为 $U_{rel}(q_s)$=0.36%(k=2)，则

$$u_r(q_s)=\frac{0.36\%}{2}=0.18\% \quad (6)$$

且

$$C_r(q_{si})=\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial q_{s,i}}\times\frac{q_{si}}{q_{sN,i}}\approx -1 \quad (7)$$

4）压缩因子 Z 的不确定度

压缩因子的允许误差是 0.01%，按矩形分布计算，则标准表处空气压缩因子和标准状态下空气压缩因子的不确定度为 ：

$$u_r(Z_N)=u_r(Z_{s,i})=\frac{0.01\%}{\sqrt{3}}=0.0058\% \quad (8)$$

$$C_r(Z_N)=\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial Z_N}\times\frac{Z_N}{q_{sN,i}}\approx -1 \quad (9)$$

$$C_r(Z_{s,i})=\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial Z_{s,i}}\times\frac{Z_{s,i}}{q_{sN,i}}\approx 1 \quad (10)$$

5）标准表处温度测量所引入的 B 类不确定度分量

标准表处温度由一体化温度变送器测量。 由该一体化温度变送器的校准证书可得，其扩展不确定度为 ：U(T_s)=0.1(℃)(k=2)，则

$$u_r(T_s)=\frac{\frac{0.1}{2}}{(21.1+273.15)}=0.017\% \quad (11)$$

且

$$C_r(T_{s,i})=\frac{\partial q_{sN,i}}{\partial T_{s,i}}\times\frac{T_{s,i}}{q_{sN,i}}\approx 1 \quad (12)$$

综上所述，在 GVF 为 97.5%、0.5q_{max} 的流量点下，该湿气流量计的气相误差为 -2.93%，测量结果扩展不确定度为 ：U_p(g)=0.38%（k=2）。

表2 气相测量不确定度分析一览表

Table 2 Uncertainty analysis of gas phase measurement

序号	不确定度的来源	分布	包含因子	标准不确定度分量/(%)	灵敏系数 σ	对合成标准不确定度贡献/(%)
1	重复多次测量	——	——	0.058	——	0.058
2	标准表处压力	正态分布	2	0.014	-1	0.014
3	标准装置	正态分布	2	0.180	-1	0.180
4	标准表处的空气压缩因子	矩形分布	1.732	0.006	1	0.006
5	标准状态下的空气压缩因子	矩形分布	1.732	0.006	-1	0.006
6	标准表处温度	正态分布	2	0.017	1	0.017
合成标准不确定度/（%）		0.190				
扩展不确定度 $U_p(g)$（k=2）（%）		0.380				

表3 液相测量不确定度分析一览表

Table 3 List of uncertainty analysis of liquid phase measurement

序号	不确定度的来源	分布	包含因子	标准不确定度分量/(%)	灵敏系数 σ	对合成标准不确定度的贡献/(%)
1	重复多次测量	——	——	0.198	——	0.147
2	标准装置	正态	2	0.110	-1	0.11
合成标准不确定度/（%）		0.227				
扩展不确定度/$U_p(l)$（k=2）（%）		0.454				

2.2.2 液相流量的测量不确定度评定

湿气流量计的液相瞬时流量测量，其相对误差由下式计算 ：

$$E_i=\frac{q_{m,i}-q_{s,i}}{q_{s,i}}\times 100\% \quad (13)$$

相对不确定度公式为 ：

$$u_{Ei}^2=\left(\frac{\partial E_i}{\partial q_{m,i}}\times\frac{q_{m,i}}{E_i}\right)^2\times u_{rel}^2(q_{m,i})+\left(\frac{\partial E_i}{\partial q_{s,i}}\times\frac{q_{s,i}}{E_i}\right)^2\times u_{rel}^2(q_{s,i}) \quad (14)$$

1）重复多次测量所引入的 A 类不确定度分量

由重复多次测量引入的不确定度为 ：

$$u_r(E_r)=\frac{E_r}{\sqrt{n}}=\frac{0.343\%}{\sqrt{3}}=0.198\% \quad (15)$$

2）标准装置所引入的 B 类不确定度分量

查湿气两相流量标准装置的校准证书可知，液相测量相对扩展不确定度为 $U_{rel}(q_s)$=0.22%（k=2），则

$$u_r(q_s)=\frac{0.22\%}{2}=0.11\% \quad (16)$$

另外，

$$C_r(q_{s,i})=\frac{\partial E_i}{\partial q_{s,i}}\times\frac{q_{s,i}}{E_i}\approx -1 \quad (17)$$

因此，在 GVF 为 97.5%，0.5q_{max} 流量点下，该湿气流量计液相误差为 1.47%，液相测量结果扩展不确定度为 Up(l)=0.454%（k=2）。

3 总结

本文介绍了广泛应用于湿气流量计量领域的差压式湿气两相流流量计的原理，并在天津大学电气与自动化工程学院的中压闭环湿气标定装置中对其进行了校准，对该流量计的气相和液相的

不确定度进行了评定。伴随着工业技术的不断发展及其对能源日益增加的需求，湿气流量的测量将会越来越多地出现在诸多的工业领域中。研究湿气流量的计量践行了国家质检总局“计量支撑产业发展”的理念，为今后开展相关差压式湿气流量计的校准工作提供了参考和数据支持，并为支撑国家以及区域经济发展转型贡献一份力量。

参考文献

[1] 佟庆理 . 两相流动理论基础 [M]. 北京 : 冶金工业出版社 ,1982.

[2] 耿艳峰 , 冯叔初 , 郑金吾 , 等 . 凝析天然气计量技术 [J]. 自动化仪表 ,26(8):1-3.

超高效液相色谱 - 四极杆 / 静电场轨道阱高分辨质谱法同时测定血清中 12 种全氟化合物

王铮 a，b，张济明 a，b，郭剑秋 a，b，张磊 a，b，戴一鸣 a，b，邬春华 a，b，周志俊 a，b
复旦大学 a. 公共卫生学院 b. 教育部公共卫生安全重点实验室，上海 200032

摘要：

[背景] 全氟化合物（PFAS）是一类具有潜在健康风险的新型持久性有机污染物，建立生物样本中 PFAS 的检测方法，对评估人群暴露负荷和健康效应具有重要意义。

[目的] 利用超高效液相色谱 - 四极杆 / 静电场轨道阱高分辨质谱法，建立同时测定人血清中 6 种全氟羧酸类化合物（全氟庚酸、全氟辛酸、全氟壬酸、全氟癸酸、全氟十一烷酸、全氟十二烷酸）、5 种全氟磺酸类化合物（全氟丁基磺酸、全氟己基磺酸、全氟庚基磺酸、全氟辛基磺酸、全氟癸基磺酸）和 1 种全氟磺酰胺类化合物（全氟辛基磺酰胺）质量浓度的方法。

[方法] 比较 3 种固相萃取柱（ProElut PLS 柱、Oasis HLB 柱和 Supelclean ENVI-18 柱）对 PFAS 的保留能力，4 种不同比例甲醇淋洗液和 3 种洗脱液（甲醇、乙腈及异丙醇）对固相萃取回收率的影响以及流动相中乙酸铵缓冲盐浓度对峰形的影响。通过增加预分离色谱柱消除背景值，用同位素内标法定量，将 10 倍信噪比浓度定义为方法的定量限。以加标回收率评价方法的准确度，日内和日间相对标准偏差评价方法的精密度。将所建立的方法应用于 20 份脐带血清样本的检测，以观察其应用效果。

[结果] Oasis HLB 柱以 30%（体积分数）甲醇为淋洗液，异丙醇为洗脱液时可以获得较好的回收率（39%~103%）。目标物以含有 5 mmol·L^{-1} 乙酸铵的水 - 甲醇体系为流动相，用 C_{18} 色谱柱分离，可以获得较好的色谱峰形和质谱响应。12 种目标物校准曲线线性范围为 0.01~10.00 μg·L^{-1}（其中：全氟庚酸和全氟辛基磺酸为 0.10~10.00 μg·L^{-1}，全氟癸基磺酸和全氟辛基磺酰胺为 0.05~10.00 μg·L^{-1}）；方法定量限为 0.01~0.10 μg·L^{-1}，加标回收率在 81.0%~123.7% 之间，日内和日间精密度分别为 1.2%~14.8% 和 0.4%~16.1%。PFAS 在 20 份实际样品中均有检出，9 种 PFAS 的检出率为 100%。

[结论] 建立的方法具有线性范围宽，检出限低，可同时检测多种待测物等优点，各方法学指标均能满足生物监测中快速、准确、同时测定血清中多种 PFAS 的需求。

关键词：全氟化合物；血清；超高效液相色谱；四极杆 / 静电场轨道阱高分辨质谱；固相萃取

Determination of 12 perfluoroalkyl substances in human serum by UPLC-Q-Orbitrap HRMS

WANG Zheng[a, b], ZHANG Jiming[a, b], GUO Jianqiu[a, b], ZHANG Lei[a, b], DAI Yiming[a, b], WU Chunhua[a, b], ZHOU Zhijun[a, b] (a.School of Public Health b.Key Laboratory of Public Health Safety of Ministry of Education, Fudan University, Shanghai 200032, China)

Abstract:

[Background] Perfluoroalkyl substances (PFAS) are a novel type of persistent organic pollutants with potential human health effects. To establish a method for determination of PFAS in biological samples is of great significance for both exposure and health risk assessments.

[Objective] This methodological study aims to establish an ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry (UPLC-Q-Orbitrap HRMS) method for simultaneous determination of 6 perfluorinated carboxylic acids (perfluoroheptanoic acid, perfluorooctanoic acid, perfluorononanoic acid, perfluorodecanoic acid, perfluoroundecanoic acid, and perfluorododecanoic acid), 5 perfluorosulfonic acids (perfluorobutane sulfonate, perfluorohexane sulfonate, perfluoroheptane sulfonate, perfluorooctane sulfonate, and perfluorodecane sulfonate), and 1 perfluoralkyl sulfonicacid (perfluorooctane sulfonamide) in human serum.

基金项目
上海市公共卫生三年行动计划重点学科建设项目（GW-V-10.1-XK12）；复旦大学公共卫生学院“德隆学者”计划项目（第九期）

作者简介
并列第一作者。
王铮（1997—），男，硕士生；
E-mail：20211020149@fudan.edu.cn
张济明（1991—），男，博士，在站博士后；
E-mail：zhangjiming@fudan.edu.cn

通信作者
周志俊，E-mail：zjzhou@fudan.edu.cn
邬春华，E-mail：chwu@fudan.edu.cn

伦理审批 已获取
利益冲突 无申报
收稿日期 2020-09-28
录用日期 2021-01-07

文章编号 2095-9982(2021)03-0238-08
中图分类号 R114；O657.63
文献标志码 A

▸引用
王铮，张济明，郭剑秋，等. 超高效液相色谱 - 四极杆 / 静电场轨道阱高分辨质谱法同时测定血清中 12 种全氟化合物 [J]. 环境与职业医学，2021，38（3）：238-244，253.

▸本文链接
www.jeom.org/article/cn/10.13213/j.cnki.jeom.2021.20441

Funding
This study was funded.

Correspondence to
ZHOU Zhijun, E-mail: zjzhou@fudan.edu.cn
WU Chunhua, E-mail: chwu@fudan.edu.cn

Ethics approval Obtained
Competing interests None declared
Received 2020-09-28
Accepted 2021-01-07

▸To cite
WANG Zheng, ZHANG Jiming, GUO Jianqiu, et al. Determination of 12 perfluoroalkyl substances in human serum by UPLC-Q-Orbitrap HRMS[J]. Journal of Environmental and Occupational Medicine, 2021, 38(3): 238-244, 253.

▸Link to this article
www.jeom.org/article/en/10.13213/j.cnki.jeom.2021.20441

[Methods] Three solid phase extraction (SPE) columns, namely ProElut PLS, Oasis HLB, and Supelclean ENVI-18, were compared for their retention of PFAS. To obtain a better extraction recovery rate, methanol wash solutions with four different fractions and three eluents (acetonitrile, methanol, and isopropanol) were tested. Ammonium acetate buffer salt was added to improve the peak shape. A pre-separation column was used to reduce background noise. PFAS were quantified by isotopic internal standard method. The limits of quantification were determined at 10 times signal-to-noise ratio. The accuracy and precision were evaluated by recovery rate and intra- and inter-day relative standard deviations. The established method was applied to 20 umbilical cord serum samples.

[Results] An optimal recovery rate (39%-103%) was achieved by using Oasis HLB column, washing with 30% methanol (*v*/*v*) and eluting with isopropanol. Good peak shape and mass response were obtained by using H_2O-methanol (containing 5 mmol·L^{-1} ammonium acetate) as mobile phase and C_{18} column as separation column. The linearity ranges of calibration curves of 12 analytes were from 0.01 to 10.00 μg·L^{-1} (perfluoroheptanoic acid and perfluorooctane sulfonate: 0.10-10.00 μg·L^{-1}; perfluorodecane sulfonate and perfluorooctane sulfonamide: 0.05-10.00 μg·L^{-1}), with a limit of quantification between 0.01 and 0.10 μg·L^{-1}. The average recoveries of the analytes in spiked serum samples ranged from 81.0% to 123.7%. The relative standard deviations of the intra- and inter-day precision were from 1.2% to 14.8% and from 0.4% to 16.1%, respectively. PFAS were detected in all the 20 serum samples, and 9 kinds of PFAS were 100% detectable.

[Conclusion] The established method is featured with good linearity and a low limit of detection. Various methodological indicators show that the method can be applied to the simultaneous determination of multiple PFAS in serum samples accurately and rapidly.

Keywords: perfluoroalkyl substances; serum; ultra-high performance liquid chromatography; quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry; solid phase extraction

全氟化合物（perfluoroalkyl substances，PFAS）是一类人工合成的有机物，因其碳链上所有氢原子被氟原子取代而得名。PFAS具有亲水亲脂性、高表面活性、化学稳定性和热稳定性好等特点，被广泛用于制造不粘锅、消防泡沫、食品包装防油涂层和衣物的防水涂层等，也随之进入环境并造成了人群广泛暴露，常见的PFAS包括全氟羧酸类化合物（如全氟辛酸）及全氟磺酸类化合物（如全氟辛基磺酸）等[1]。研究表明，PFAS暴露可能与多种不良健康效应如低出生体重、肥胖、甲状腺功能紊乱等有关[2]，因此有必要对人群PFAS暴露负荷进行监测。然而目前PFAS的检测方法大多局限于环境样品，有关生物样品中PFAS的检测方法较少，所以建立快速准确的定量检测生物样品中多种PFAS的方法，对监测人群PFAS暴露水平，进而评估其暴露风险和可能的健康效应具有重要意义。

目前常见PFAS的分析方法主要包括色谱法和色谱-质谱联用法等，其中液相色谱串联质谱法无须衍生，结合固相萃取（solid phase extraction，SPE）[3]、加速溶剂萃取[4]等预处理技术，可使得血液中PFAS的检出限低至ng·L^{-1}水平，是检测生物样本中PFAS浓度的首选方法。本研究选取文献报道的环境[5]及人体暴露[6]中具有代表性的6种全氟羧酸类化合物（全氟庚酸、全氟辛酸、全氟壬酸、全氟癸酸、全氟十一烷酸、全氟十二烷酸）、5种全氟磺酸类化合物（全氟丁基磺酸、全氟己基磺酸、全氟庚基磺酸、全氟辛基磺酸、全氟癸基磺酸）以及1种全氟磺酰胺类化合物（全氟辛基磺酰胺），通过酶水解、乙腈沉淀蛋白和SPE等方法对血清样品中的目标物进行提取、净化和富集，应用超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱（ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry，UPLC-Q-Orbitrap HRMS）建立快速准确同时检测血清中12种PFAS的方法，以实现生物监测中大样本分析的需要，为PFAS的暴露评估和相关研究的开展提供技术支撑，12种PFAS的结构如图1。

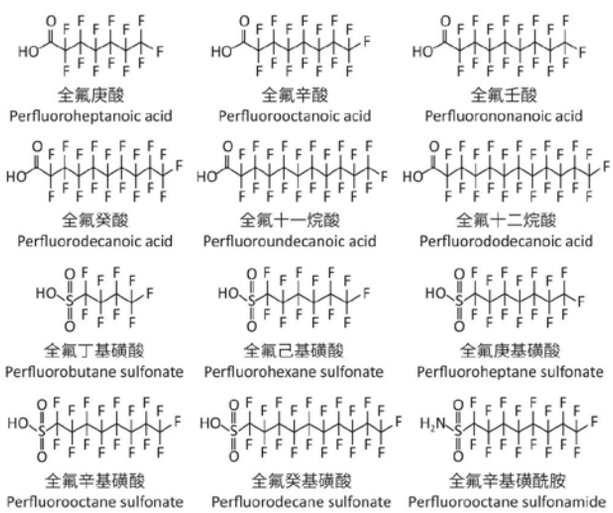


图1 12种PFAS的化学结构式

Figure 1 Structural formula of 12 PFAS

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Ultimate 3000超高效液相色谱串联Q-Exactive™四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱系统（ThermoFisher，

美国）；SpeedVac SPD1030真空浓缩仪（ThermoFisher，美国）；Hypersil GOLD C18色谱柱（100 mm×2.1 mm，1.9 μm，ThermoFisher，美国）；Milli-Q超纯水系统（Merck，德国）；Oasis HLB SPE柱（30 mg，1 mL，Waters，美国）；Supelclean ENVI-18 SPE柱（100 mg，1 mL，Sigma-Aldrich，美国）；ProElut PLS SPE柱（30 mg，1 mL，Dikma，中国）。

12种PFAS标准品：全氟庚酸、全氟辛酸、全氟壬酸、全氟癸酸、全氟十一烷酸、全氟十二烷酸、全氟丁基磺酸、全氟辛基磺酸（纯度分别为99%、分析纯、分析纯、98%、96%、分析纯、97%、96.4%，Sigma-Aldrich，美国），全氟己基磺酸（分析纯，Apollo Scientific，英国），全氟庚基磺酸、全氟辛基磺酰胺（纯度分别为95.3%和96.0%，Dr. Ehrenstorfer GmbH，德国），全氟癸基磺酸（分析纯，Chiron AS，挪威）；2种PFAS同位素内标：$^{13}C_8$-全氟辛酸和$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸（纯度均为99%，Cambridge Isotope Laboratories，美国）；β-葡萄糖醛酸酶（Sigma-Aldrich，美国）；乙酸-乙酸铵缓冲液（pH=5，厦门海标科技有限公司，中国）；胎牛血清（Sigma-Aldrich，美国）；甲醇、乙腈、异丙醇、乙酸及乙酸铵（色谱级，Sigma-Aldrich，美国）。

12种目标物的定量离子和质荷比如表1所示。

表1 12种目标物的定量离子和质荷比

Table 1 Quantitative ions and mass-to-charge ratios of 12 analytes

目标物 Analyte	内标 Internal standard	理论质量数 Theoretical mass	定量离子 Ion identification	定量质荷比 *m/z*
全氟庚酸（Perfluoroheptanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	364.06244	$[M-H]^-$	362.96962
全氟辛酸（Perfluorooctanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	414.07029	$[M-H]^-$	412.96643
全氟壬酸（Perfluorononanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	464.07813	$[M-H]^-$	462.96323
全氟癸酸（Perfluorodecanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	514.08597	$[M-H]^-$	512.96004
全氟十一烷酸（Perfluoroundecanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	564.09382	$[M-H]^-$	562.95684
全氟十二烷酸（Perfluorododecanoic acid）	$^{13}C_8$-全氟辛酸	614.10166	$[M-H]^-$	612.95365
全氟丁基磺酸（Perfluorobutane sulfonate）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	300.09910	$[M-H]^-$	298.94299
全氟己基磺酸（Perfluorohexane sulfonate）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	400.11478	$[M-H]^-$	398.93660
全氟庚基磺酸（Perfluoroheptane sulfonate）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	450.12262	$[M-H]^-$	448.93341
全氟辛基磺酸（Perfluorooctane sulfonate）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	500.13047	$[M-H]^-$	498.93022
全氟癸基磺酸（Perfluorodecane sulfonate）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	600.14615	$[M-H]^-$	598.92383
全氟辛基磺酰胺（Perfluorooctane sulfonamide）	$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸	499.14622	$[M-H]^-$	497.94620
$^{13}C_8$-全氟辛酸（$^{13}C_8$-perfluorooctanoic acid）	—	422.00879	$[M-H]^-$	420.99323
$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸（$^{13}C_8$-perfluorooctane sulfonate）	—	508.06897	$[M-H]^-$	506.95684

1.2 标准溶液、校准曲线及质控样品的配制

将12种标准品和2种同位素内标用甲醇配制成质量浓度（后简称，浓度）为10 mg·L^{-1}的单标储备液，置于-20°C冰箱保存。标准储备液用甲醇稀释成2 mg·L^{-1}的工作液。分别取一定量各标准工作液和内标工作液，用甲醇稀释成0.1 mg·L^{-1}的混标溶液和0.1 mg·L^{-1}的内标混合液，置于4°C冰箱保存。

用50%（体积分数）甲醇溶液稀释混标溶液，配制含10个浓度水平（0、0.01、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 μg·L^{-1}）的标准曲线（其中全氟庚酸和全氟辛基磺酸实际纳入标准曲线计算的为8个浓度水平，不含0.01 μg·L^{-1}和0.05 μg·L^{-1}；全氟癸基磺酸和全氟辛基磺酰胺实际纳入标准曲线计算的为9个浓度水平，不含0.01 μg·L^{-1}）。在胎牛血清中加入混标溶液，配制与标准曲线相同浓度水平的工作曲线及低、中、高3个浓度（0.20、1.00、5.00 μg·L^{-1}）的质控样品，置于4°C冰箱保存。

1.3 样品预处理

将源自某出生队列研究对象的脐带血清样品［项目获得复旦大学公共卫生学院伦理委员会批准（批准号：IRB#2016-12-0607），取样时均征得孕妇及家属知情同意］从-80°C冰箱中取出，室温解冻。震荡混匀后取200 μL样品置于1.5 mL尖底离心管，随后依次加入0.1 mg·L^{-1}同位素内标10 μL，pH=5.0的乙酸-乙酸铵缓冲溶液100 μL，β-葡萄糖醛酸酶15 μL，漩涡混匀后于37°C水浴6 h。冷却至室温后加入200 μL乙腈漩涡混匀，在4°C下以21 380×*g*离心10 min。取上清液上样于经1 mL甲醇和1 mL超纯水活化后的SPE柱，再用1 mL超纯水和1 mL淋洗液淋洗，最后用2 mL洗脱液洗脱。分别比较应用3种SPE柱（ProElut PLS柱、Oasis HLB柱和Supelclean ENVI-18柱）、4种不同比例甲醇淋洗液（体积分数分别为10%、30%、50%和70%）和3种洗

脱液（甲醇、乙腈和异丙醇）对SPE回收率的影响，优化SPE条件。收集洗脱液置于真空浓缩仪，浓缩2 h至近干。加入200 μL甲醇-水溶液（1∶1，体积比）复溶，漩涡混匀后移至进样小瓶，待测。

1.4 仪器条件

色谱分析条件如下。色谱柱：Thermo Hypersil GOLD C_{18}柱（100 mm × 2.1 mm，1.9 μm）；柱温：40℃；流速：0.4 mL·min^{-1}；进样量10 μL；流动相：分别考察3种流动相体系，水溶液（A）-甲醇溶液（B）、含1 mmol·L^{-1}乙酸铵的水溶液（A）-含1 mmol·L^{-1}乙酸铵的甲醇溶液（B）和含5 mmol·L^{-1}乙酸铵的水溶液（A）-含5 mmol·L^{-1}乙酸铵的甲醇溶液（B）。在混合器和进样环之间增加1根色谱柱（Thermo Hypersil GOLD C_{18}柱，100 mm×2.1 mm，1.9 μm）。流动相梯度洗脱程序为0~1 min，5% B；1~2 min，5%~30% B；2~6 min，30%~90% B；6~7 min，90%~100% B；7~8 min，100%~5% B；8~10 min，5% B。

质谱分析条件如下。加热电喷雾离子源：负离子模式监测；离子传输管温度：320℃；喷雾电压：-3.0 kV；鞘气流速：40 arb（Thermo质谱任意单位，仅适用于Thermo质谱，后同）；辅助气流速：15 arb；辅助气温度：300℃；扫描方式：全扫描；扫描范围（质荷比）：150~1000；分辨率：70000（半峰宽）；C-trap容量（AGC target）：3×10^6；C-trap注入时间：200 ms。

2 结果

2.1 SPE条件的确定

如表2所示，本研究以空白加标样品和标准品响应的比值计算绝对回收率。比较了10 μg·L^{-1}空白加标样品经Supelclean ENVI-18 SPE柱、ProElut PLS SPE柱和Oasis HLB SPE柱预处理后的回收率，发现Oasis HLB SPE柱对长链和中长链PFAS都具有较好的保留，除全氟庚酸外绝对回收率均超过50%，因此实验最终选用Oasis HLB SPE柱。本研究还考察了四种不同比例的甲醇淋洗液对Oasis HLB SPE柱回收率的影响，用10%和30%（体积分数）的甲醇淋洗后用异丙醇洗脱回收率为39%~103%，用50%（体积分数）甲醇淋洗时短链PFAS如全氟庚酸和全氟丁基磺酸基本无回收，而用70%（体积分数）甲醇淋洗时除全氟癸基磺酸和全氟辛基磺酰胺外的目标物都几乎不回收，因此本研究最终选用30%（体积分数）甲醇作为淋洗液。实验还发现以30%（体积分数）的甲醇淋洗Oasis HLB SPE柱后应用乙腈、甲醇和异丙醇三种不同极性的洗脱液均有较好的绝对回收率，因此选择了急性毒性较小的异丙醇作为洗脱液。

表2 不同SPE条件对绝对回收率的影响

Table 2 Absolute recovery rates under various SPE conditions

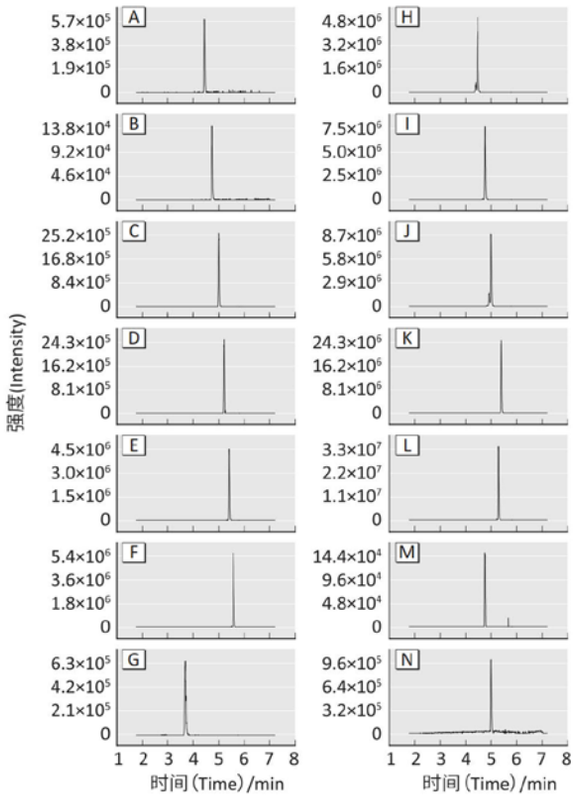
单位（Unit）：%

目标物 Analyte	SPE柱 SPE column			甲醇占比/% Methanol fraction/%				洗脱溶剂 Eluent		
	Supelclean ENVI-18	ProElut PLS	Oasis HLB	10	30	50	70	甲醇 Methanol	乙腈 Acetonitrile	异丙醇 Isopropanol
全氟羧酸类（Perfluorocarboxylic acid）										
全氟庚酸（Perfluoroheptanoic acid）	2	50	39	41	39	8	0	41	38	36
全氟辛酸（Perfluorooctanoic acid）	40	63	58	55	58	33	0	54	52	51
全氟壬酸（Perfluorononanoic acid）	108	75	79	72	79	62	1	73	71	70
全氟癸酸（Perfluorodecanoic acid）	91	77	89	83	89	82	2	87	84	83
全氟十一烷酸（Perfluoroundecanoic acid）	65	65	78	75	78	77	3	76	77	75
全氟十二烷酸（Perfluorododecanoic acid）	46	56	67	63	67	67	7	66	66	64
全氟磺酸类（Perfluoralkyl sulfonicacid）										
全氟丁基磺酸（Perfluorobutane sulfonate）	1	49	59	65	59	6	1	66	62	50
全氟己基磺酸（Perfluorohexane sulfonate）	5	74	89	87	89	65	1	93	90	82
全氟庚基磺酸（Perfluoroheptane sulfonate）	70	83	103	100	103	95	3	104	103	94
全氟辛基磺酸（Perfluorooctane sulfonate）	94	88	102	100	102	99	5	101	102	94
全氟癸基磺酸（Perfluorodecane sulfonate）	70	79	85	82	85	85	31	85	84	81
全氟磺酰胺类（Perfluorosulfonamide）										
全氟辛基磺酰胺（Perfluorooctane sulfonamide）	83	118	52	46	52	55	47	68	69	65

2.2 色谱条件的确定

本实验选用Thermo Hypersil GOLD C_{18}色谱柱进行目标物的分离，考察3种不同的流动相体系（水-甲醇、含1 mmol·L^{-1}乙酸铵的水-甲醇以及含5 mmol·L^{-1}乙酸铵的水-甲醇），实验表明应用含5 mmol·L^{-1}乙酸铵的水-甲醇体系做流动相时，目标物在色谱柱上分离较

好，峰形对称，如图2所示。



[注] A：全氟庚酸；B：全氟辛酸；C：全氟壬酸；D：全氟癸酸；E：全氟十一烷酸；F：全氟十二烷酸；G：全氟丁基磺酸；H：全氟己基磺酸；I：全氟庚基磺酸；J：全氟辛基磺酸；K：全氟癸基磺酸；L：全氟辛基磺酰胺；M：$^{13}C_8$-全氟辛酸；N：$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸。流动相为含5 mmol·L^{-1}乙酸铵的水-甲醇体系。

[Note] A: Perfluoroheptanoic acid; B: Perfluorooctanoic acid; C: Perfluorononanoic acid; D: Perfluorodecanoic acid; E: Perfluoroundecanoic acid; F: Perfluorododecanoic acid; G: Perfluorobutane sulfonate; H: Perfluorohexane sulfonate; I: Perfluoroheptane sulfonate; J: Perfluorooctane sulfonate; K: Perfluorodecane sulfonate; L: Perfluorooctane sulfonamide; M: $^{13}C_8$-Perfluorooctanoic acid; N: $^{13}C_8$-Perfluorooctane sulfonate. Mobile phases consist of 5 mmol·L^{-1} ammonium acetate in water-methanol.

图2 质控样品12种PFAS及2种同位素内标的提取离子流图

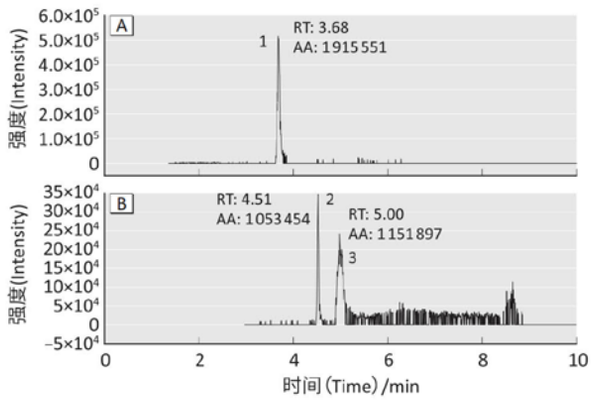
Figure 2 Extracted ion chromatogram of 12 PFAS and 2 isotope internal standards in quality control samples

2.3 背景值的消除

应用预分离色谱柱分离背景干扰与样品中的目标物。以全氟庚酸为例，在进样全氟庚酸标准溶液后，样品中全氟庚酸峰与仪器析出的全氟庚酸峰完全分离，如图3所示。

2.4 校准曲线和定量限

以$^{13}C_8$-全氟辛酸作为全氟羧酸类化合物的内标，$^{13}C_8$-全氟辛基磺酸作为全氟磺酸类及全氟磺酰胺类化合物的内标，以目标化合物浓度为横坐标，目标化合物峰面积与内标峰面积的比值为纵坐标绘制标准曲线，各目标物标准曲线线性良好。以同样方法绘制工作曲线，全氟庚酸和全氟辛基磺酸的线性范围为0.10~10.00 μg·L^{-1}，全氟癸基磺酸和全氟辛基磺酰胺的线性范围为0.05~10.00 μg·L^{-1}，其余8种待测目标物的工作曲线线性范围均为0.01~10.00 μg·L^{-1}，相关系数r均大于0.996。以10倍信噪比浓度定义方法定量限（limit of quantitation，LOQ），12种PFAS的工作曲线及LOQ如表3所示。



[注] 1：改进前样品与背景全氟庚酸共流出；2：改进后样品全氟庚酸；3：改进后背景全氟庚酸；RT：保留时间；AA：峰面积。

[Note] 1: The sample and background perfluoroheptanoic acid are eluted together before modifying; 2: The sample perfluoroheptanoic acid after modifying; 3: The background perfluoroheptanoic acid after modifying; RT: Retention time; AA: Area.

图3 改进前（A）、后（B）0.5 μg·L^{-1}样品中全氟庚酸的提取离子流图

Figure 3 Extracted ion chromatograms of perfluoroheptanoic acid before (A) and after (B) modification in 0.5 μg·L^{-1} standard sample

表3 血清中12种PFAS的工作曲线、相关系数和定量限

Table 3 Working curve, correlation coefficient, and limit of quantification of 12 PFAS in serum

目标物 Analyte	回归方程 Regression equation	r	LOQ/(μg·L^{-1})
全氟羧酸类（Perfluorocarboxylic acid）			
全氟庚酸（Perfluoroheptanoic acid）	$\hat{Y}$=0.0116+0.0607X	0.9980	0.10
全氟辛酸（Perfluorooctanoic acid）	$\hat{Y}$=0.0364+0.229X	0.9988	0.01
全氟壬酸（Perfluorononanoic acid）	$\hat{Y}$=-0.0277+0.486X	0.9982	0.01
全氟癸酸（Perfluorodecanoic acid）	$\hat{Y}$=-0.0234+0.511X	0.9961	0.01
全氟十一烷酸（Perfluoroundecanoic acid）	$\hat{Y}$=-0.0383+0.617X	0.9977	0.01
全氟十二烷酸（Perfluorododecanoic acid）	$\hat{Y}$=-0.168+0.754X	0.9974	0.01
全氟磺酸类（Perfluoralkyl sulfonicacid）			
全氟丁基磺酸（Perfluorobutane sulfonate）	$\hat{Y}$=0.00511+0.00868X	0.9968	0.01
全氟己基磺酸（Perfluorohexane sulfonate）	$\hat{Y}$=-0.00839+0.164X	0.9990	0.01
全氟庚基磺酸（Perfluoroheptane sulfonate）	$\hat{Y}$=0.00641+0.172X	0.9998	0.01
全氟辛基磺酸（Perfluorooctane sulfonate）	$\hat{Y}$=0.317+0.235X	0.9992	0.10
全氟癸基磺酸（Perfluorodecane sulfonate）	$\hat{Y}$=-0.0334+0.325X	0.9979	0.05
全氟磺酰胺类（Perfluorosulfonamide）			
全氟辛基磺酰胺（Perfluorooctane sulfonamide）	$\hat{Y}$=-0.0212+0.199X	0.9991	0.05

2.5 精密度和准确度

以空白样品加标回收率表示方法的准确度，以相对标准偏差（relative standard deviation，RSD）表示方法的精密度。对低、中、高三个浓度（0.2、1.0、5.0 μg·L^{-1}）的质控样品进行预处理和分析，每一个浓度水平进行5次平行测定，计算各目标物的加标回收率和日内精密度。连续3 d重复上述操作，计算各目标物的日间精密度。目标化合物平均回收率在81.0%~123.7%之间，日内RSD在1.2%~14.8%之间，日间RSD在0.4%~16.1%之间。12种PFAS的平均回收率及日内和日间RSD见表4。结果显示本方法回收率高，精密度良好，可以用于血清中12种PFAS的准确定量。

表4 3种质量浓度质控样品检测方法的准确度和精密度（*n*=5）

Table 4 Accuracy and precision of established method in quality control samples at different concentrations (*n*=5)

单位（Unit）：%

目标物 Analyte	平均回收率 Average recovery rate			日内RSD Intra-day RSD			日间RSD Inter-day RSD		
	0.2 μg·L^{-1}	1.0 μg·L^{-1}	5.0 μg·L^{-1}	0.2 μg·L^{-1}	1.0 μg·L^{-1}	5.0 μg·L^{-1}	0.2 μg·L^{-1}	1.0 μg·L^{-1}	5.0 μg·L^{-1}
全氟羧酸类（Perfluorocarboxylic acid）									
全氟庚酸（Perfluoroheptanoic acid）	100.7	104.2	94.1	14.8	12.2	2.1	3.7	9.4	8.0
全氟辛酸（Perfluorooctanoic acid）	122.4	107.5	94.4	4.2	5.8	1.2	11.4	15.8	1.0
全氟壬酸（Perfluorononanoic acid）	116.4	102.5	90.7	4.7	2.8	3.2	4.0	3.5	5.7
全氟癸酸（Perfluorodecanoic acid）	109.5	93.7	84.1	7.2	5.8	1.8	3.2	4.3	4.1
全氟十一烷酸（Perfluoroundecanoic acid）	121.4	92.9	82.9	6.8	1.7	2.5	1.5	4.7	3.4
全氟十二烷酸（Perfluorododecanoic acid）	101.7	101.0	79.7	7.9	2.7	2.9	16.1	1.0	0.4
全氟磺酸类（Perfluoralkyl sulfonicacid）									
全氟丁基磺酸（Perfluorobutane sulfonate）	104.1	81.0	101.2	6.3	4.9	4.5	12.4	7.0	0.9
全氟己基磺酸（Perfluorohexane sulfonate）	123.4	95.1	94.3	3.1	1.4	3.4	4.4	1.1	1.2
全氟庚基磺酸（Perfluoroheptane sulfonate）	102.4	98.2	97.1	7.3	1.4	3.3	2.4	3.2	4.2
全氟辛基磺酸（Perfluorooctane sulfonate）	93.3	87.5	92.2	5.9	1.8	1.4	3.8	1.6	1.1
全氟癸基磺酸（Perfluorodecane sulfonate）	119.0	90.2	86.9	2.8	1.5	2.6	5.0	1.8	0.5
全氟磺酰胺类（Perfluorosulfonamide）									
全氟辛基磺酰胺（Perfluorooctane sulfonamide）	123.7	84.6	90.5	2.3	1.6	2.4	1.5	1.4	1.1

2.6 实际样品分析

应用本方法，检测了20份新生儿脐带血清中12种PFAS浓度，结果如表5所示，低于定量限的值以根号二分之定量限计算。PFAS在所有样品中均有检出，浓度变异较大，不同PFAS的检出率不同，除全氟癸基磺酸和全氟辛基磺酰胺的检出率低于20%外，其他10种PFAS的检出率≥90%。全氟辛酸和全氟辛基磺酸是检出浓度最高的两种PFAS，中位数分别为3.53 μg·L^{-1}和2.03 μg·L^{-1}。

表5 20份脐带血样品中12种PFAS检出率及质量浓度分布

Table 5 Distribution of 12 PFAS positive rates and concentrations in 20 cord blood serum samples

目标物 Analyte	检出率/% Positive rate/%	检测值（Detection value）/（μg·L^{-1}）					
		几何均值±几何标准差 GM±GSD	最小值 Min	P_{25}	P_{50}	P_{75}	最大值 Max
全氟羧酸类（Perfluorocarboxylic acid）							
全氟庚酸（Perfluoroheptanoic acid）	100	0.21±1.24	0.15	0.18	0.21	0.25	0.31
全氟辛酸（Perfluorooctanoic acid）	100	3.00±2.77	0.08	2.77	3.53	5.00	8.98
全氟壬酸（Perfluorononanoic acid）	100	0.21±3.58	0.03	0.06	0.23	0.63	3.12
全氟癸酸（Perfluorodecanoic acid）	100	1.01±2.71	0.16	0.42	1.26	2.27	4.69
全氟十一烷酸（Perfluoroundecanoic acid）	100	0.74±2.07	0.09	0.45	0.78	1.19	3.15
全氟十二烷酸（Perfluorododecanoic acid）	100	0.15±1.75	0.05	0.10	0.16	0.21	0.58
全氟磺酸类（Perfluoralkyl sulfonicacid）							
全氟丁基磺酸（Perfluorobutane sulfonate）	90	0.11±1.30	—	0.09	0.11	0.13	0.19
全氟己基磺酸（Perfluorohexane sulfonate）	100	0.11±1.56	0.05	0.09	0.10	0.13	0.40
全氟庚基磺酸（Perfluoroheptane sulfonate）	100	0.08±1.50	0.04	0.07	0.08	0.09	0.22
全氟辛基磺酸（Perfluorooctane sulfonate）	100	2.25±1.57	0.99	1.74	2.03	2.88	6.70
全氟癸基磺酸（Perfluorodecane sulfonate）	5	0.09±1.00	—	—	—	—	0.09
全氟磺酰胺类（Perfluorosulfonamide）							
全氟辛基磺酰胺（Perfluorooctane sulfonamide）	10	0.09±2.23	—	—	—	—	0.16

[注（Note）] —：<LOQ。

3 讨论

本研究通过对血清样品预处理和仪器分析条件的优化，同时通过增加预分离色谱柱消除仪器背景干扰，建立了基于UPLC-Q-Orbitrap HRMS技术的快速、准确、同时测定血清中12种PFAS浓度的方法，方法定量限为0.01~0.10 μg·L^{-1}，12种目标物平均回收率在81.0%~123.7%之间，日内和日间RSD分别为1.2%~14.8%和0.4%~16.1%。将方法应用于新生儿脐带血清样本的检测，PFAS在所有样品中均有检出，此方法可以满足日常检测的需要。

由于血清样品基质复杂，PFAS含量低微，对目标物提取和富集是样品预处理的重要环节。PFAS易与血清中的白蛋白结合而在血液中蓄积[7]，因此实验采用β-葡萄糖醛酸酶水解结合态PFAS，加入乙腈振荡离心以沉淀蛋白后再经SPE柱提取净化。SPE技术具有溶剂用量少、分离效果好、操作简便重现性好等优点，然而不同SPE柱的品牌及填料类型、淋洗溶剂及洗脱溶剂等条件对SPE的回收率有较大影响。相较于C_{18}柱（Supelclean ENVI-18 SPE柱），亲水亲脂柱（ProElut PLS SPE柱和Oasis HLB SPE柱）对PFAS的保留能力更好。随着淋洗液中甲醇比例的增加，淋洗液的洗脱能力增强，50%和70%（体积分数）甲醇淋洗液的洗脱能力过强，会将PFAS从SPE柱上洗脱，造成较低的绝对回收率。

色谱柱和流动相的选择是分离复杂基质中多种目标物的关键。PFAS作为一类极性物质，本研究根据文献报道选择了最常用的C_{18}反相色谱柱，以水-甲醇流动相体系进行分离。考虑到本研究主要检测的目标物为羧酸及磺酸类物质，添加缓冲盐可以有效地调节流动相pH，抑制目标物解离，改善峰形，因此在流动相体系中加入一定量的乙酸铵调节流动相pH和离子浓度。

低背景值是获得准确定量的前提条件，由于PFAS具有亲水亲脂性和高表面活性，其多聚物如聚四氟乙烯常被用于液相色谱管路的制作，既有研究表明PFAS在仪器空白中有较高检出[8]。与孙瑞[9]的报道相似，本研究仪器的背景值主要为泵前聚四氟乙烯管路中析出的全氟辛酸和全氟庚酸。为解决这一问题，参照现有研究[10]在混合器和进样环之间增加一根色谱柱，使得泵前析出的PFAS在前端色谱柱上先进行分离，使仪器析出的PFAS的出峰时间相比实际样品中PFAS出峰时间延长，成功实现对目标物的分离并准确定量。

UPLC-Q-Orbitrap HRMS作为近年来新研发的高分辨率质谱，以其优越的性能被广泛用于定性检测，同时其在定量分析上也有较好的表现[11]。研究显示在定量检测如PFAS等痕量化学物质时，Orbitrap高分辨率质谱与三重四极杆质谱相比，检出限、精密度和准确度相近[12]。本方法与现有方法[13-15]相比，具有定量限低、样品用量少、分析时间短等优点，应用本方法在20份脐带血样本中均检出了PFAS，大部分目标物的检出率为100%，可满足大样本生物监测中快速、准确、同时测定血清中多种PFAS的实际需求。

参考文献

[1] LINDSTROM A B，STRYNAR M J，LIBELO E L. Polyfluorinated compounds：past，present，and future [J]. Environ Sci Technol，2011，45 (19)：7954-7961.

[2] LIEW Z，GOUDARZI H，OULHOTE Y. Developmental exposures to perfluoroalkyl substances (PFASs)：an update of associated health outcomes [J]. Curr Environ Health Rep，2018，5 (1)：1-19.

[3] 肖永华，梁高道，革丽亚，等. 固相萃取-超高效液相色谱/串联质谱法测定人体血清中7种全氟化合物 [J]. 分析科学学报，2015，31 (5)：646-650.
XIAO Y H，LIANG G D，GE L Y，et al. Determination of seven perfluorinated compounds in human serum by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry combined with solid phase extraction [J]. J Analyt Sci，2015，31 (5)：646-650.

[4] 宋小飞，施召才，马伟文，等. 液相色谱-质谱联用法测定血液中全氟化合物 [J]. 分析试验室，2020，39 (1)：53-56.
SONG X F，SHI Z C，MA W W，et al. Determination of perfluorinated compounds in blood by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab，2020，39 (1)：53-56.

[5] TAN K Y，LU G H，PIAO H T，et al. Current contamination status of perfluoroalkyl substances in tapwater from 17 cities in the eastern China and their correlations with surface waters [J]. Bull Environ Contam Toxicol，2017，99 (2)：224-231.

[6] WANG B，CHEN Q，SHEN L，et al. Perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances in cord blood of newborns in Shanghai，China：implications for risk assessment [J]. Environ Int，2016，97：7-14.

[7] FORSTHUBER M, KAISER A M, GRANITZER S, et al. Albumin is the major carrier protein for PFOS, PFOA, PFHxS, PFNA and PFDA in human plasma [J]. Environ Int, 2020, 137: 105324.

[8] CHIESA L M, NOBILE M, PASQUALE E, et al. Detection of perfluoroalkyl acids and sulphonates in Italian eel samples by HPLC-HRMS Orbitrap [J]. Chemosphere, 2018, 193: 358-364.

[9] 孙瑞. 全氟化合物在上海市典型环境介质和非暴露人群血清中赋存及污染特征研究 [D]. 上海：上海大学, 2017.
SUN R. Preliminary studies on perfluorinated compounds in various typical environmental media and non-occupational human serum of shanghai [D]. Shanghai: Shanghai University, 2017.

[10] KOPONEN J, RUDGE J, KUSHON S, et al. Novel volumetric adsorptive microsampling technique for determination of perfluorinated compounds in blood [J]. Anal Biochem, 2018, 545: 49-53.

[11] SOLLIEC M, ROY-LACHAPELLE A, SAUVÉ S. Quantitative performance of liquid chromatography coupled to Q-Exactive high resolution mass spectrometry (HRMS) for the analysis of tetracyclines in a complex matrix [J]. Anal Chim Acta, 2015, 853: 415-424.

[12] LIN Y, LIU R, HU F, et al. Simultaneous qualitative and quantitative analysis of fluoroalkyl sulfonates in riverine water by liquid chromatography coupled with Orbitrap high resolution mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2016, 1435: 66-74.

[13] WU M, SUN R, WANG M, et al. Analysis of perfluorinated compounds in human serum from the general population in Shanghai by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) [J]. Chemosphere, 2017, 168: 100-105.

[14] KÄRRMAN A, VAN BAVEL B, JÄRNBERG U, et al. Development of a solid-phase Extraction-HPLC/Single quadrupole MS method for quantification of perfluorochemicals in whole blood [J]. Anal Chem, 2005, 77 (3): 864-870.

[15] KOPONEN J, RANTAKOKKO P, AIRAKSINEN R, et al. Determination of selected perfluorinated alkyl acids and persistent organic pollutants from a small volume human serum sample relevant for epidemiological studies [J]. J Chromatogr A, 2013, 1309: 48-55.

（英文编辑：汪源；责任编辑：丁瑾瑜）

现代食品、药品制造企业中的现场计量产业调研

吴晨帆
（浙江省方正校准有限公司，浙江 杭州 10000）

【摘　要】本文以《计量发展规划（2013 — 2020 年）》为背景，对食品、药品制造企业的现场计量需求做调研，由工业计量转变为产业计量，由管理转变为服务，通过现场调研的方式对行业的发展趋势，质量控制中涉及的品质、环保、安全等方面的仪器设备进行统计、分类，整理出行业的计量市场需求、产能，结合公司现有能力，对食品、药品制造企业计量市场提出项目建设、市场拓展、人员培训三方面的建议。

【关键词】食品 药品 现场 计量
【中图分类号】TB9
【文献标识码】A　　DOI：10. 15988 /j. cnki. 1004 — 6941. 2021. 2. 026
【国家标准学科分类代码】410. 55

The Modern Food and the Drugs Manufacture Enterprise MeasurementIndustry Field Research

WU Chenfan

Abstract In this paper, the " Metrological Development Plan (2013 — 2020) " as the background, the demand for food, drugs manufacture enterprise on site measurement to do research, from technical measurement to industrial measurement, from management to service, conduct statistics and classification on the development trend of the industry and the instruments and equipment involved in quality control, environmental protection, safety and other aspects by means of field investigation, sort out the metrological market demand and capacity of the industry, combined with the existing capacity of the company, this paper puts forward suggestions on project construction, market expansion and personnel training for food and drug manufacturing enterprises the metrological market.

Key words food, drugs, the scene, metering

1 计量行业发展概况

2013 年国务院颁布《计量发展规划（2013 — 2020 年）》（以下简称“规划”），对于当前和未来计量工作取得创新性发展具有极其重要的指导意义。在《规划》中明确提出了产业计量的概念：“在高技术产业、战略性新兴产业、现代服务业等经济社会重点领域，研究具有产业特点的量值传递技术和产业关键领域关键参数的测量、测试技术，研究服务产品全寿命周期的计量技术，构建国家产业计量服务体系”。产业计量对于全国的计量技术机构来说是全新的概念，也是实现创新与突破的重大举措。

产业计量将计量的主要服务领域由传统的工业计量，集中到了国民经济和区域发展的主战场。发展产业计量使计量技术机构从单纯提供标准器的量值溯源，创新发展成为高科技战略产业或联盟上下游企业等提供关键参数计量、公共检测、技术研发的综合性公共服务机构。这就要求计量技术机构在具备关键参数计量检测能力的基础上，具备重点领域发展自主创新能力和核心技术。

2 食品、药品制造企业计量市场供需情况

2.1 调研概况

调研对象： 食品领域龙头企业、药品领域龙头企业。

调研方式： 现场调研。

调研内容：(1) 食品、药品制造企业仪器设备的种类（ 计量分类）；

(2) 食品、药品行业的发展趋势，质量控制中涉及的品质、环保、安全等方面的仪器设备，注重行业龙头企业及外资企业的发展方向，有利于了解仪器设备发展趋势；

(3) 列举调研企业为部分重点企业，增加调研对象，增强对食品、药品行业细分领域的调研，掌握各细分行业特殊设备；

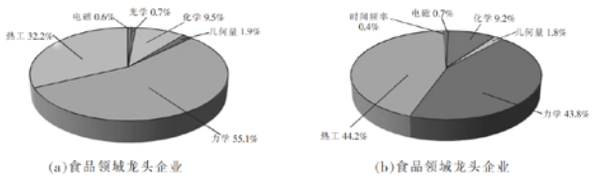
(4) 食品、药品企业交叉领域，集中统筹项目建设，有利于服务客户过程中，校准、检测能力的全面覆盖。

作者简介： 吴晨帆，工程师，主要研究方向： 化学及生物计量。

2.2 食品制造行业计量市场需求

食品制造行业计量市场的需求主要概括为以下三大方面：安全生产、品质控制、环保排放。本次调研主要针对“品质控制”方面的计量市场需求。

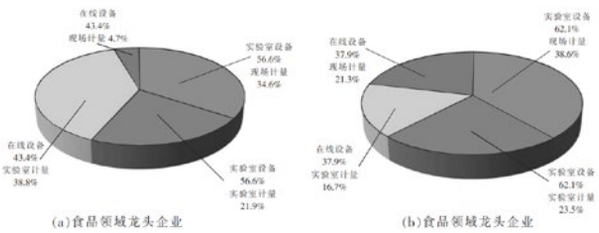
从图 1 中可直观的发现，力学专业、热工专业占了 85% 以上的仪器设备数量，化学专业在 10% 左右。调研企业仪器设备主要涉及计量专业为：力学、热工、化学。



(a)食品领域龙头企业　(b)食品领域龙头企业

图 1　调研企业仪器设备数量以及涉及的计量专业分布图

从图 2 中可以发现，实验室设备（质检实验室）占 60% 左右，在线设备（生产车间）占 40% 左右。在线设备中，实验室计量占比量较高，对于生产型企业，在线设备的运行时效较高，企业更倾向于现场计量。



(a)食品领域龙头企业　(b)食品领域龙头企业

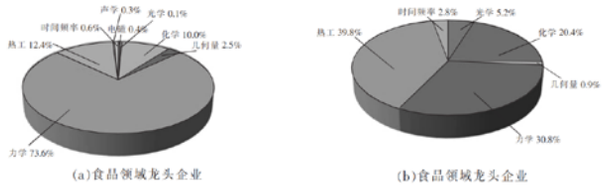
图 2　调研企业仪器设备类型及计量方式分布图

2.3 药品制造行业计量市场需求

药品制造行业计量市场的需求同样概括为以下三大方面：安全生产、品质控制、环保排放。因参与调研企业内部原因，本次调研主要针对“品质控制”方面的计量市场需求。

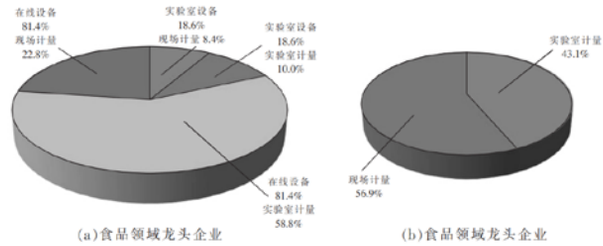
从图 3 中可直观的发现，力学专业、热工专业占了 80% 以上的仪器设备数量，化学专业在 10% ～ 20% 左右。调研企业仪器设备主要涉及计量专业为：力学、热工、化学。

从图 4 中可以发现，华东医药实验室设备（质检实验室）占 20% 左右，在线设备（生产车间）占 80% 左右。在线设备中，实验室计量占比量较高，对于生产型企业，在线设备的运行时效较高，企业更倾向于现场计量。



(a)食品领域龙头企业　(b)食品领域龙头企业

图 3　调研企业仪器设备数量以及涉及的计量专业分布图



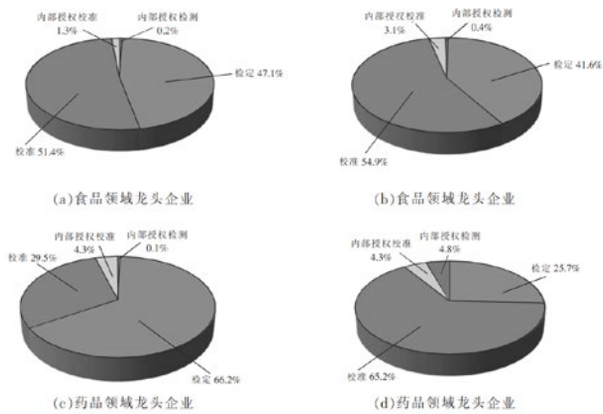
(a)食品领域龙头企业　(b)食品领域龙头企业

图 4　调研企业仪器设备类型及计量方式分布图

2.4 现场计量产能概况

现场检测实验室以化学计量为基础，增加热工计量及力学计量，本次调研主要针对化学计量，涵盖部分热工计量及力学计量。

从图 5 中可以发现，受强制检定影响，企业对检定仍有较大需求，以上统计基于证书能力，检定及部分校准能力均为计量院资质，公司现有能力，仅统计现场检测实验室。



(a)食品领域龙头企业　(b)食品领域龙头企业

(c)药品领域龙头企业　(d)药品领域龙头企业

图 5　公司现有能力对调研企业的分布图

现场检测实验室在化学计量、热工计量、力学计量方面共有能力 115 项，其中，化学计量 73 项；热工计量 12 项；力学计量 30 项。以本次调研对象为例，现场检测实验室暂缺少能力共计 22 项，其中，化学计量 17 项；其他 5 项。

目前现场计量在针对食品、药品制造企业的计量需求中，仅能满足“品质控制”中部分计量需求，对于“安全生产”及“环保排放”基本无产能输出，包括项目能力及人员配置。

2.5 现场计量供需情况

本次调研食品、药品制造企业缺少“安全生产”、“环保排放”两个方面的数据统计，通过对以往现场计量工作的梳理，食品、药品制造企业在“安全生产”方面的需求主要在易燃易爆、有毒有害气体监测（化学试剂储存、生产车间废气处理排放）、生产车间高温高压监测（高压灭菌、热灌装）；“环保排放”方面的需求主要在生产废水及废气的处理及监测（水质在线监测、大气污染）。

以现场检测实验室现有能力及能力主导方向来预测，首先完成对食品、药品制造企业“品质控制”方面现场计量的能力及供给的完善工作，拓展“安全生产”及“环保排放”的现场化学计量业务，结合其他实验室，完善现场计量的其他计量专业项目。

3 食品、药品制造企业计量市场建议分析

食品、药品制造企业对计量校准的认识基本还是原先法定计量检定机构的认识，以专业计量为基础，导致对计量校准市场供给缺乏系统性和深入性要求。第三方计量机构的进入对目前校准市场的供给结构需要产生一定影响。

3.1 项目建设建议分析

首先，完成对食品、药品制造企业的仪器计量的能力覆盖，这是计量市场的基础，使企业无需联系多家计量机构，也可提高企业的信任度。以三年为项目建设规划，第一年以“品质控制”为核心，完成项目建设，第二年以“安全生产”、“环保排放”为核心，完成基础覆盖项目建设，第三年以“安全生产”、“环保排放”为核心，完成项目建设。

其次，对企业的计量需求进行深入分析，以企业的实际需求为基础，深入行业内在，深入企业核心制造数据指标，通过产品计量参数提炼，提供市场化的定制服务，例如以自编方法等方式完成方法编辑、资质申报。

3.2 市场拓展建议分析

目前，国内知名计量检测机构主要通过自建分支实验室和办事处，拓展在国内市场，外资计量检测机构借助品牌影响力和资金实力，在中国自建分支机构和兼并或收购当地计量检测机构，拓展在华市场。

首先，与民营检测机构建立战略联盟合作机制。因为民营计量检测机构市场化运营，经营体制灵活，具有本地化优势、决策高效，根据市场需求及时调整和扩大自身的检测范围，扩张能力较强，在当地的营销网络扩张更为快捷，为客户提供便捷的本地化服务，但是其资质和服务的权威性相对较弱。相反，以浙江省计量科学研究院为背景的企业，在资质、技术和数据权威性方面远远优于小型民营企业，而外地市场拓展、业务开展方面相对这些本土民营企业而言处于相对弱势。鉴于此，完全可以通过优势互补合作方式拓展外地市场，结合自身的资质、技术和数据权威性等优势，利用外地民营计量检测机构的场地、设备和业务拓展能力建立分实验室，拓展省地市场。

其次，当前我国计量检测市场价格混乱，无统一定价的标准。而计量检测服务的价格又是客户企业较敏感的因素，直接影响客户对计量检测机构提供服务的购买行为和市场需求的导向。针对此敏感因素，应结合客户企业的需求和自身要求实行灵活的价格策略。首先，明确计量检测服务的成本构成、成本补偿部分及利润水平；其次，分析客户企业的实际需求，分析其是注重价格还是注重服务质量；最后，参考市场竞争对手提供同类型服务项目的价格水平。结合这些因素制定出一个灵活的，且客户可接受的价格。

最后，结合计量市场上下游产业，形成产业链式计量市场，提供仪器设备使用、管理，并在研发、设计、生产、检测端全流程提升质量水平。积极探索与计量检测领域的科研机构或大中院校合作，利用其设备、场地和技术，再凭借企业自身的技术和业务人员、资质和市场开拓能力去抢占外地市场。

3.3 人员培训建议分析

为了构建完善、可持续发展的学习平台，打造团队学习之轮，使企业成长为学习型组织，提升企业核心竞争力，需要加强公司员工的基础培训，增强严格履行岗位职责的能力。以“自我培

训与传授培训相结合、岗位技能培训与专业知识培训相结合”的方式加强公司专业技术人员的培训，提高技术理论水平和专业技能，增强科技研发、技术创新、技术改造能力。

（1）部门内部培训

部门内部培训是指各部门根据实际工作需要，利用内部培训师资对员工开展的有关业务知识和岗位技能的交流与经验分享。

（2）部门交叉培训

部门交叉培训是指利用公司内部培训师资，在相关业务部门之间开展的与工作内容相关的知识、技能的交流培训。

（3）专业类外部培训

专业类外部培训是指利用外部培训师资开展的与业务、技术相关的知识和技能培训，包括企业管理、项目管理、新项目开发介绍与业务知识等。

医学计量现状及其发展趋势

庄培根[a]，苏秋玲[b]，欧阳祺炜[a]，潘佳伟[a]，代绪波[c]，严潭[b]
中国人民解放军联勤保障部队第九一〇医院 a. 医学工程科；b. 医疗保障中心；c. 医院门诊部，福建 泉州 362000

[摘 要] 医学计量是医疗设备质量控制的重要手段，本研究基于医疗器械计量实际工作，分析目前医学计量现状存在问题，提出管理对策，并探讨远程计量校准现状及优势，阐述对医学计量的发展影响，为方便上下级单位及时交互联系，应加快远程计量校准技术应用，提高医学计量工作效率，优化工作流程提供参考。
[关键词] 医学计量；质量控制；计量检测；溯源；远程计量

Current Status and Development Trend of Medical Metrology

ZHUANG Peigen[a], SU Qiuling[b], OUYANG Qiwei[a], PAN Jiawei[a], DAI Xubo[c], YAN Tan[b]
a. Department of Medical Engineering; b. Medical Security Center; c. Outpatient Department of the Hospital, The 910th Hospital of Joint Logistics Support Force of PLA, Quanzhou Fujian 362000, China

Abstract: Medical metrology is an important means of quality control of medical equipment. Based on the actual work of medical device metrology, this study analyzes the problems existing in the current situation of medical metrology, puts forward management countermeasures, discusses the status and advantages of remote metrology calibration, and expounds the influence on the development of medical metrology. In order to facilitate timely and interactive connection between subordinate units, we should speed up the application of remote measurement and calibration technology, improve the efficiency of medical metrology, and provide reference for optimizing workflow.
Key words: medical metrology; quality control; metrology and testing; traceability; remote metrology
[中图分类号] TH77　　[文献标识码] A
doi：10.3969/j.issn.1674-1633.2021.02.039　　[文章编号] 1674-1633(2021)02-0160-03

引言

随着医疗器械技术的进步，医疗器械质量安全至关重要，开展医疗器械计量对于医疗安全有效具有重要的意义。目前，医学计量在医疗行业覆盖率越来越高，作用和意义日益凸显，多方面对医学计量服务提出了更准确、更便捷的需求。传统医学计量在一定固定时间内进行计量检测工作及计量器具溯源都是由单位将所需校准的计量器具定期送到上级计量技术部门，从而得出在对应环境下的检测结果。但是在计量器具返回原单位途中会受诸多因素影响，其技术特性可能产生一定的改变，仪器回到原单位后，由于环境条件的改变，其技术特性也相应产生微小的波动，而这种波动在现行的传统计量校准方式上不容易被发现，其波动程度也难以估量[1-3]。可以说，传统计量检测和溯源方式完成量值传递和计量检测结果准确可靠的每个环节均需耗费不少的人力、物力、财力，校准时间比较长。对于医疗器械来说，医疗器械的各参数监测是医疗诊断技术的重要保证，如何改变传统计量检测工作弊端，从而达到提高计量检测效率、降低成本的目的，是医疗计量的研究课题[4-6]。

收稿日期：2020-05-28
基金项目：联勤保障部队“十三五”后勤科研建设项目（CWH17JL01）。
通信作者：严潭，高级工程师，主要研究方向为医疗器械管理、维修、维护及计量质控。
通信作者邮箱：yt2980263@163.com

1 医学计量现状

医学计量行业发展蓬勃，军队医院经过多年发展形成较为完善的医学计量三级站体系，能够完成重点医疗器械的质量控制，而地方不具备开展医学计量的医院则依托于第三方检测机构完成[7-9]，但都存在一些问题，主要表现在：① 医疗器械计量工作集中在短时间检测，造成检测机构短期内检测压力增大，临床医疗科室资源空缺，医疗器械漏检、逾期检测等问题出现。② 医学计量日常工作未建立信息化管理平台，而且多数医院检测人员紧缺，造成工作强度大，重复性工作多，计量数据原始记录不齐全，存在计量工作不完善的问题。③ 第三方检测机构检定人员不太熟悉医疗器械使用操作，仅依据检测相关规程规范，未能真实反映医疗器械的质量控制状态。④ 第三方检测费用高，加大了医院成本，多数医院为了节省开支，仅完成强制检定医疗器械的检测，对其他高危医疗器械质量控制存在忽视[10-11]。

针对以上问题，大多数医院已认识并提出改进的管理措施及方法，比如我院改善医疗器械的检测方式，采用每日计量检测常规工作，解决医疗器械计量工作和临床使用空缺的矛盾，并引进专门的计量管理系统，进行医疗器械信息化管理，通过信息化手段对采集的计量数据存储，并通过快速查询计量状态，统计计量质控状态等，既保证计量数据的完整性，也提高了工作效率，减少了工作量，医

院也实现了医疗器械计量信息化管理，提高了医院医疗设备计量与质量控制的保障水平，并针对各自医院医疗器械计量与质量控制工作的性质和特点，设计了相关的医疗设备计量与质量控制的信息管理系统，实现了对医院医疗器械计量与质量控制的信息管理，有力推动了医院医疗设备计量与质量控制工作的实施[12-25]。但这些仅解决本单位医疗器械计量管理上的一些问题，实现电子存档，统计查询等工作，依然没改变临床科室在设备使用过程质量保障矛盾，无法实时得到现场校准的数据，也无法改变医学计量器具溯源的方式。基于互联网的远程计量方式，进入我们研究的范围，它的应用有望为医学计量带来改变。

2 远程计量发展现状

远程计量检测是指通过互联网等媒介，远距离对被校对象完成计量检测的方式，而被检对象只需按照标准的规定做好接口连接程序，并完成后台软件系统控制平台的集成，从而实现通过网络与上级计量技术机构控制平台连接来完成校准任务。相比传统的计量检测工具，远程校准方式有便捷性、实时性、高效性、准确性的优势。这些优势在国内外远程计量领域应用非常广泛。

国外开展远程计量项目较为成熟的，如英国国家物理实验室在 2001—2004 年计量中提出基于因特网计量三个专题项目，就是英国 NPL 的电压电阻测量系统能够转移到计量的各个领域的研究；在能源计量器具上，美国 NIST 开展了气体流量计的远程校准服务，电量多功能校准仪的校准，大尺寸离子辐射源等多项研究，另外美国还提出精准医疗计划，精准医疗的预测、预防是基于在用医疗器械计量检测合格，并能确保量值传递合理和数据准确可靠下进行的分析研究；德国联邦技术物理研究院（PTB）进行了高压天然气流量基准的远程校准项目研究；日本由于资源限制，具有很多跨国生产车间，对其跨国生产车间计量检测设备的校准需求迫使其大力发展远程校准技术，如日本国家计量院与横河电机（苏州）有限公司合作对记录仪、流量计时间频率进行的远程校准技术实际应用[26]。从这些研究中得到远程计量的优势非常明显，它可以让处于异地的计量仪器在调整时间和经费上大大减少，也让异地两处的上下级实验室交互联系方便，在实时处理校准数据上大放异彩，对于溯源方式上测量不确定度的最小基准的传递一步到位。

国内的各计量测试研究院也提出一些远程计量检测的研究，如任建国等[26]开展了电能计量在线监测与远程校准的研究，在远程计量在计量检测工作中的应用文中研发了基于 GPS 同步时钟的电能计量时钟基频测试与校准装置，提出了电压 / 电流互感器（TV/TA）的现场实时校准方法；王明胜等[27]在电能计量远程自动抄表上，采用中央计算机对目前布局的智能电表进行远程监控，实现对用户远程供电、停电、抄表、计费等工作。在天然气计量上也有学者开展了基于声速比较的超声流量计在线监测的研究，如浙江省计量科学研究院设计了气体流量计的系统架构，研制数据采集终端，开发了校准软件平台，并建立了实验系统，最终得到实验研制的数据采集终端与校准软件平台通信良好[28]。另外在温度传感远程校准技术上提出了针对铂铜热电阻的检定，实时采集，判断温度源波的值，并设计相应的系统和实验[29]。温度校准研究方面，郭苧等[30]基于 GSM 和无线传感网络技术设计了实验室温湿度采集报警系统设计，以微处理器为核心收集和储存各校准实验室内传感器节点数据信息，通过模块实现数据远程传输；何志文等[31]设计了无线远程控制爆温测试系统，针对环境的特殊性，通过 Zigbee 模块对系统的无线触发，并对实验数据拟合，现场核验。通过国内这些研究表明远程计量检测技术应用已有多个领域的成熟案例，制定相应的远程医学计量标准，从环境数据采集、校准流程、计量原始数据读取处理及信息化软件应用，利用网络传输技术条件，就可以实现远程医学计量检测。

3 远程医学计量研究现状

目前，远程医学计量在国内研究不多，主要还是集中在影像设备与厂家联合的质量控制，实现的更多是远程监测，如在对大型的 X 射线摄片设备输出剂量的远程监测和校准方法研究，申斌等[32]根据半导体对 X 射线区域的线性响应而设计开发了剂量仪，将远程监测与物联网技术引入 X 射线装置，并实现了系统的稳定运行。在远程计量检测相关研究中，有通过制定测量标准制定相应的检测方法流程开展医用核素标准测量装置测量方法研究[33]；赵晖[34]基于 LabVIEW 的除颤监护检测仪的开发，该系统用于检测除颤器的释放能量，同步除颤延时等参数，虽然该检测仪设计结构简单，因高噪音较大，易影响能量输出准确性，进一步完善可实现；我课题组成员研究了基于 LabVIEW 的模拟心电信号发生器的研制，利用 LabVIEW 研制一个模拟心电信号发生器，能产生与数据文件对应的心电波形，波形幅值、采样率等参数可调，为后期研究心电信号远程计量检测奠定了基础[35]。以上研究表明，远程医学计量检测在目前的条件上应用具有极大的可行性，但是其网络更多是基于过程的远程传递计量标准，需要建立稳定安全的网络通信技术，也需要建立专门的医学计量标准，成熟的远程数据传输条件和可靠的远程计量检测系统来确保量值传递可靠和检定数据准确，才能真正实现远程医学计量检测。

4 结语

综上所述，我们应明确在目前医学计量管理上的问题，应通过信息化管理手段完善计量管理工作，关注远程计量检测技术和各医学仪器远程计量标准的结合，利用远程医学计量的优点解决目前医学计量器具溯源难、上下级距离远、成本时间费用大等问题，提高检测与溯源的效率。

我院作为部队医院，对于体系部队及在野外驻训的时

候，对医疗器械在线远程计量检测，既可以及时了解设备质量状况，还可以在维修后对设备性能进行检测，以免医疗设备在使用时因隐患故障或性能参数达不到要求而无法达到精准救治导致作战能力下降。医院目前在开展远程医学计量检测系统的研制，以期在后期通过远程计量检测的确立和信息化手段管理的完善，提高计量检测的效率，优化工作流程，降低工作强度。

[参考文献]

[1] 孙森.医学计量在医院医疗设备管理中的应用价值探究[J].数字化用户,2019,25(22):172.

[2] 张坚,张婧.医学计量提升医疗器械质量控制[J].张江科技评论,2020,19(2):24-25.

[3] 聂柳斌,吴志钢.医学计量在医院医疗设备管理中的应用价值[J].医疗装备,2019,32(13):69-70.

[4] 梁洁.与远程校准技术在线研究及应用[J].计测技术,2017,37(z1):294-296.

[5] 李伟雄.远程在线校准技术探讨[J].中国计量,2017,(3):112-113.

[6] 黄幸婵.远程计量在计量校准工作中的应用分析[J].军民两用技术与产品,2016,(22):196.

[7] 徐旷宇,柏文琦,陈岳飞.医学计量在精准医疗中的作用[J].计量技术,2019,(9):21-24.

[8] 陈桂林,范德庆,陈淑兰,等.医院医学计量现状及发展分析[J].医疗装备,2019,32(9):56-57.

[9] 谢晋.医学计量工作的特点与难点研究[J].商品与质量,2019,(32):94.

[10] 张英芳.信息化管理在医学计量工作中的应用[J].临床医药文献电子杂志,2020,7(23):182.

[11] 王娟.关于新形势下医学计量管理工作应注意和把握的几个问题探析[J].福建质量管理,2019,(4):285,280.

[12] 周娜,黄飞,崔锐.医学计量设备的信息化转型管理[J].仪器与设备,2018,6(3):74-78.

[13] 张恒龙.“互联网 +”的医学装备计量管理服务平台建设研究[J].信息周刊,2020,(6):P.1-1.

[14] 魏强强.信息化管理在医学计量工作中的应用[J].山东工业技术,2017,(21):142.

[15] 张悦,鞠佳洋.浅析医学计量设备的信息化转型管理[J].临床医药文献电子杂志,2020,7(35):205.

[16] 周超,尹军.我院医疗设备计量质控信息系统实践[J].中国医疗设备,2016,31(11):150-152.

[17] 杨朔.试析医疗设备计量质控信息管理系统的建设[J].中国卫生标准管理,2020,(12):1-4.

[18] 姚国庆,米永巍,段书,等.建立军队医疗机构医学计量管理体系的实践与思考[J].医疗卫生装备,2015,36(6):142-144.

[19] 姚旦华.医疗设备质量管理信息化的应用研究[J].中国医学装备,2014,(6):40-42.

[20] 谢晓红,马苏亚,杜祖升,等.县区级超声质量控制管理体系建设的探索[J].中华医学超声杂志(电子版),2020,17(7):672-678.

[21] 朱建冰.医院计量器具管理信息系统的研究与意义[J].企业技术开发(学术版),2015,34(10):45-46.

[22] 赵鹏,田永昌.医院医疗设备管理信息系统开发与应用[J].医疗卫生装备,2016,37(7):59-61.

[23] 晁勇,李玉鑫,蒋建,等.医院医疗设备计量与质量控制信息管理系统的设计与实现[J].中国医疗设备,2014,(6):1-4.

[24] 王陈海,李威,李慧,等.医疗设备计量质控信息管理软件的设计与实现[J].医疗卫生装备,2015,36(3):57-60.

[25] 夏志强.基于文献计量学的医院经济管理评价指标体系研究[J].中国医院,2020,(8).

[26] 任建国,闫好奎.远程计量在计量校准工作中的应用[J].科技信息,2013,(8):481.

[27] 王明胜.浅谈远程自动抄表计量技术[J].科学时代(上半月),2010,(11):140-141.

[28] 陈桂林,程佳,黄震威,等.气体流量计远程校准系统研究[J].传感器与微系统,2015,34(5):33-37.

[29] 吕国义,何萌,林恬.温度传感器远程校准技术初探[J].中国计量,2010,(5):82-84.

[30] 郭苧,郭晓冉,毛向东,等.基于GSM和WSNs的实验室温湿度采集报警系统设计[J].传感器与微系统,2017,36(8):92-94.

[31] 何志文,杨帆,曹学友,等.无线远程控制爆温测试系统设计[J].传感器世界,2014,20(1):20-23.

[32] 申斌,顾敏明,李月樵,等.X射线拍片机输出剂量的远程监测和校准方法研究[J].物联网技术,2017,7(4):16-18.

[33] 方超.医用核素标准测量装置测量方法研究[D].成都:成都理工大学,2013.

[34] 赵晖.基于LabVIEW的除颤监护检测仪的开发[J].中国医疗设备,2012,27(4):28-31.

[35] 刘志梁,洪范宗,苏秋玲.基于LabVIEW的模拟心电信号发生器的研制[J].医疗卫生装备,2011,32(9):7-9.

责任编辑　皮志超

校准能力验证提供者的质量管理体系建设

张溯，徐永
（航空工业北京长城计量测试技术研究所，北京 100095）

【摘　要】阐述了校准能力验证提供者质量管理体系建设的意义和重要性，分析了对技术控制要素和管理控制要素两方面进行质量控制的方法和要点，提出从质量监督精细化和样品管理信息化两个角度对质量管理体系进行改进和提升，以达到加强校准能力验证提供者质量管理体系建设的效果。

【关键词】能力验证 校准能力验证提供者 质量管理体系建设 技术控制要素 管理控制要素
【中图分类号】TB9
【文献标识码】A
【文章编号】1674 — 5795（2021）01 — 0057 — 05

On the Construction of Quality Management System for Calibration Proficiency Testing Providers

ZHANG Su，XU Yong
（Changcheng Institute of Metrology & Measurement Beijing 100095，China）

Abstract This paper expounds the significance of the construction of the quality management system for calibration proficiency testing providers. It also introduces and analyzes the methods and key points of quality control from the aspects of technical and management control. It puts forward the direction for the improvement and enhancement of the quality management system from the two perspectives of quality supervision delicacy and sample management informatization, which can strengthen the construction of the quality management system for calibration proficiency testing providers.

Key words proficiency testing; calibration proficiency testing provider; construction of quality management system; technical control;management control

0 引言

能力验证（Proficiency Testing，简写为 PT）是指利用实验室间比对，按照预先制定的准则评价参加者的能力，其作为一种重要的实验室质量控制手段被广泛运用。能力验证提供者（Proficiency Testing Providers，简写为 PTP）是指对能力验证计划建立和运作中的所有任务承担责任的组织[1]。

截至 2020 年 9 月 30 日，通过 CNAS 认可的校准实验室共有 1378 家，而未经 CNAS 认可的校准实验室数量则更为庞大。实验室要想获得或保持 CNAS 认可的资质，则需要通过参加校准 PTP 组织的能力验证活动来获得外部质量保证。截至 2020 年 11 月，国内仅 7 家机构获得了由 CNAS 颁发的校准 PTP 认可资质。面对庞大的校准市场需求，要想使数量有限的校准 PTP 发挥其应有的作用，完成其所承担的社会职责，就必须有成熟的质量管理体系作为支撑。

质量管理体系是指在质量方面指挥和控制组织的管理体系，是建立质量方针和质量目标，以及实现这些目标的一组相互关联或相互作用的过程的集合。一个完善的质量管理体系需具有系统性、过程控制的连续性、经济性、可操作性和适应性等特点[2]。建立质量管理体系可以把控各环节的工作质量，实现对实验室的风险管理，比如对关键过程进行风险识别，通过系统和专业的管理方式严格执行针对实验室质量工作的各项举措，同时进行风险监控。除此之外，建立质量管理体系还有利于实验室工作的制度化和规范化，通过质量管理文件的制定，明确工作标准，细化工作流程，确定岗位职责，使实验室工作的开展更加有序、高效。

当前，我国的校准能力验证机构建设与发达国家尚有差距，若只着眼于技术能力和理论研究的提升，则质量管理方面存在的风险和隐患就可能被忽视。只有加强校准 PTP 的质量管理体系建设，实现对能力验证活动的全流程风险管控，才能为能力验证活动的科学高效开展提供制度保障，对机构品牌建设起到积极目建设，有利于服务客户过程中，校准、检测能力的全面覆盖。

的宣传作用[3]。质量控制和质量监督是进行质量管理的重要手段，本文将从质量控制的角度论述如何加强校准 PTP 质量管理体系的建设，以及从质量监督和样品管理两个角度论述如何对校准 PTP 质量管理体系进行改进和提升。

1 质量控制

实现质量控制需从技术控制要素和管理控制要素两方面入手。由于校准 PTP 与校准实验室的管理体系区别较大，与检测 PTP 等也有一定区别，且校准 PT 样品具有特殊性，因此在技术控制要素中选取了策划、人员、样品、报告等 4 个重点要素，在管理控制要素中选取了不符合工作、内部审核、管理评审等 3 个重点要素分别进行阐述，并重点阐述了这些要素在具体执行过程中的要点，以及与其他体系的区别。

1.1 技术控制要素

1.1.1 策划

传统校准工作的流程相对简单，不需要针对单次校准活动进行策划，因此校准实验室的质量管理体系一般不涉及到策划要素。而校准 PT 计划的实施方式较为复杂，校准 PTP 需在所有参加者间进行样品传递，且要求参加者在规定的时间内对样品进行实际测量并出具结果报告，随后将样品收回，才能对参加者能力进行评价[4－5]。流程的复杂性使得 PT 计划的策划成为校准 PTP 质量管理体系建设中需要重点控制的环节。

在策划的初始阶段，校准 PTP 应对可开展的校准 PT 项目的市场需求进行调研，对可能参比的实验室数量进行预估，制定能力验证的中长期规划，再以中长期规划为参考，制定本年度内的 PT 计划规划[6]。这样就可以实现对 PT 计划开展频次的把控，提前规划质量管理相关问题和流程。为保证质量管理工作可以在单独轮次的 PT 计划中有效执行，更好的识别工作过程与质量管理体系的偏移情况，策划时，PTP 应编制与自身实际情况相适应的 PT 计划设计方案，并组织专家评审方案的可行性[7]。方案应详细阐述本次计划的目的及组织实施设计，日程安排需符合实际情况，应对参加者情况进行预估，并且详细规定参加者应满足的条件。方案中的技术内容应保证准确性，并充分考虑对 PT 计划质量的影响，如校准样品特性、校准方法说明、指定值、数据处理和统计分析以及评价准则等。

1.1.2 人员

在人员方面，PTP 质量管理体系与检测／校准实验室的不同之处在于对技术人员的分类更为详细，尤其是从事能力验证工作的关键技术人员。

在 PTP 质量管理体系中，关键技术人员主要包括 PT 计划策划人员、统计人员、样品制备人员、结果评价人员等。对于不同岗位的关键技术人员，其岗位的任职资格需进行单独规定。因此，在对关键技术人员进行授权时，也应严格区分其岗位，同一名能力验证人员虽可以承担多岗位的职责，但并不代表任意一名人员可以承担所有类型的技术工作。在对样品制备人员的任职资格进行规定时，校准 PTP 通常重点考察“能够对样品进行稳定性考核”这一任职要求，这一点与检测 PTP 不同。

为加强质量管理体系的人才建设，PTP 应建立能力验证人员技术档案，对人员的技术职称、资格证书、科研成果等进行统计，并对技术档案进行实时更新；PTP 应组织技术人员参加相关机构（如 CNAS）的专业培训，并不定期组织质量管理体系文件及相关技术标准规范的培训学习，从根本上实现能力验证人才素养的提升，和对人员控制要素的全方位把控。

1.1.3 样品

与其他 PT 计划不同，校准 PT 计划使用的样品通常为测量仪器，对样品这一要素的控制就具有一定的特殊性。下面将从样品的稳定性考核、传递过程以及非流转状态等角度阐述如何加强校准 PTP 的样品控制。

实现对样品的质量控制，稳定性考核必不可少。在样品开始传递前、传递期间返回提供者、样品传递结束后这三个时间节点，均必须对样品进行稳定性考核，确保参加者获得样品的一致性。样品的稳定性考核需要选取典型的校准点，并且与指定值的获取应在同一台套的计量标准上进行，这样才能使样品在稳定性考核期间的溯源性得到控制。

在传递方式上，检测 PT 计划需要 PTP 将样品逐个分发给所有参加者，而校准 PT 计划的样品需要在参加者之间进行传递。样品的传递时间较长，可能需要经过若干次运输，为保证样品的安全性，PTP 应在样品发出前告知参加者，并且参加者应在收到后的第一时间对样品的外观等进行检查，确认在运输途中没有损坏，保证对样品在传递途中的有效控制。

在非流转状态时，也应当注意对于样品存放环境的控制。样品需存放在专门的样品库中，并配备专门的库房管理人员，库房环境条件应符合 PT 样品对于温度和湿度的需求，并对样品库的环境数据进行监督、记录和保存。如此一来，样品要素在流转和非流转状态的质量控制均得到了有力保证。

1.1.4 报告

PT 结果报告作为能力验证活动最后的结果输出，报告包含了所有参加者的数据结果以及能力评价，报告的质量是 PTP 质量管理的重中之重。PT 结果报告通常需进行公开发布，其编制过程相较于实验室出具校准证书的过程更为严谨、细致。编制好的 PT 结果报告需经过专家组的评审论证，以及对修改结果的跟踪确认后，才能由授权签字人对报告进行签发，由此可以保证结果报告的准确性和客观性。

在结果评价方面，校准 PT 计划通常使用参考值来作为指定值，因此应在报告中体现出参考值的确定方式，对于参考值的计量溯源性和测量不确定度需要进行明确描述，可接受结果的范围需要用图形方式来体现。为保证报告结果的质量，报告中对参加者能力的评价应尽可能详细、具体，包括对于本次 PT 计划的解释和建议。

对于已经发布的结果报告，应对参加者或其他相关者的反馈进行跟踪和改进，提升对报告的质量控制能力。同时对报告进行全面的分析和研究，也能发现在过程质量控制方面存在的其他不足，不断完善和优化质量管理体系。

1.2 管理控制要素

1.2.1 不符合工作

对 PTP 质量管理体系进行风险管理，不符合工作的识别和控制尤其重要。不符合工作可能发生在能力验证工作的各个环节，为防止造成重大影响，对不符合工作的排查应实现对人员、仪器设备、样品、方法、
环境等方面的全要素覆盖。

对于校准 PTP 不符合工作的控制，可借鉴校准实验室质量管理体系，但必须建立独立的不符合工作控制程序。若同一个机构同时运行校准 PTP 质量管理体系和校准实验室质量管理体系，且校准实验室质量管理体系存在不符合工作，校准 PTP 质量管理体系也应当对类似问题组织排查，观察能力验证工作是否存在风险。

处理不符合工作首先应进行原因分析，必要时进行现场调查，然后制定纠正措施，责任部门按照计划对不符合工作进行整改[8]。整改后，由验证人对整改情况进行有效性评价和后续跟踪，经验证纠正措施有效，则整改完成，若无效，则应再次开展原因分析和纠正措施的制定[9]。由此可以实现不符合工作的管理闭环，通过对不符合工作的改进和风险管理，使得 PTP 质量管理体系运行的符合性得到了保证。

1.2.2 内部审核

内部审核是质量管理体系运行过程中最为重要的内部质量控制手段，是 PTP 质量管理的重要组成部分。内部审核的检查范围应包括与能力验证质量活动有关的全部管理和技术要素[10－11]，以此评价质量管理体系的适宜性、符合性和有效性。

为保证内部审核活动在质量管理体系中持续发挥作用，应当每 12 个月开展一次内部审核，挑选经过培训且经验丰富的人员作为内审员，并对内审员进行合理的培训，包括外部取证培训和机构内部专业培训等方式[12]。

在对校准 PTP 开展内审时，内审员应格外关注 PTP 体系控制要素中与其他体系（如校准实验室质量管理体系）中不同的控制要素，有针对性的对 PTP 质量管理体系进行检查，对能力验证工作中可能发生的不符合情况进行特别关注。

内审结束后，应对审核产生的不符合项及时进行整改，具体操作可参考前文 1.2.1 不符合工作中的整改流程。只有对内审产生的不符合

项及时进行整改，并举一反三，才能发挥内部审核在质量管理体系中的重要作用，为 PTP 质量管理体系建设提供有效支撑。

1.2.3 管理评审

管理评审是质量管理体系为进行循环改进而开展的重要活动，它可以总结管理体系及其过程的实施情况和绩效，找出预期目标的差距，找出自身的改进方向和机会[13]。

开展管理评审的周期一般不超过 12 个月，如果出现特殊情况，比如组织机构发生重大变化或发生严重质量事故等，也可根据需求开展评审[14－15]。管理评审会议由最高管理者主持，参会人员应对本年度体系运行情况及能力验证活动情况等进行分析和讨论，并形成评审决议[16]。评审决议可能包括改进质量管理体系、提高技术能力、调整资源等重大问题所做出的决策以及改进措施等，并由质量负责人监督改进决议和措施的执行及有效性验证。

管理评审可以有效识别质量管理体系中存在的问题，使 PTP 管理层对质量管理体系的建设情况和发展方向有综合性判断。管理评审对质量管理体系自我完善，以及对质量管理能力的提升有着其他控制要素不可替代的作用。

2 改进和提升

加强校准 PTP 质量管理体系建设，重点应放在体系的持续改进和提升，只有如此，才能使机构的校准能力验证工作持续完善，识别潜在的风险，及时解决当前质量管理体系存在的不足。对于质量管理体系建设的改进和提升，可以从实现质量监督精细化和推进样品管理信息化两方面入手。

2.1 实现质量监督精细化

质量管理的核心是风险管理，而质量监督是实现风险管理的重要手段。质量监督可以对存在风险的关键过程进行识别，提高人员的风险管理意识，从而增强质量管理能力。

与校准实验室基于专业划分来开展工作不同，校准 PTP 的工作开展是基于 CNAS 授权的 PT 项目，PT 项目划分比专业划分更为细致。PTP 质量监督员负责监督所有从事能力验证的技术人员，负责实施 PT 项目的过程监督，而校准 PT 计划的实施周期较长，因此对质量监督需要更加精细，才能保证风险管理达到预期效果，加强质量管理体系建设。

实现质量监督工作精细化，应先实现监督内容的精细化。对于能力验证工作过程，可以分为前期准备、组织实施和出具结果三个阶段。在制定质量监督工作计划时，除了明确质量监督员负责监督的 PT 项目外，还应明确在不同阶段需要重点监督的控制要素以及监督要求。比如在准备阶段，应重点监督环境条件、仪器设备以及试验前样品的处置过程；实施过程中，应注意识别在人员操作上存在的风险，记录的规范性和完整性；出具结果阶段，应重点考察数据处理、评价的准确性等［17］。只有将监督内容精细化到具体阶段和具体要素，才能保证监督工作乃至风险管理的全方位覆盖。

除此之外，还应实现质量信息和监督结果报送的精细化。质量监督员在进行信息报送和质量监督报告报送时，应保证信息的全面细致、报送及时，如实反映过程情况以及存在的问题。对于具体要素的监督情况，应予以详细描述，必要时用数据、照片等对监督报告加以支撑。只有对质量信息和监督结果进行精细化报送，才能真实反映工作实施情况，判断是否存在质量问题，从而进行风险评估，以便加以防范和改进，提升 PTP 质量管理能力，加强质量管理体系建设

2.2 推进样品管理信息化

对于校准 PTP 来说，传统的样品管理方式一般使用人工进行清点，将样品出入库情况以手写记录的方式进行登记。此种管理方法效率较低，且人工登记容易出错，也无法实时监控样品状态。因此，推进样品管理的信息化是提升质量管理能力的必然趋势[18]。

要想实现样品管理的信息化，首先应构建线上的电子样品库。将实体库房中存放的样品，一一录入到电子库中，包括样品名称、规格、型号、编号等详细信息，那么在库样品的数量甚至样品的存放位置都可以通过电子库实时掌握。其次，在电子库中赋予样品的流转状态。若该样品需要

进行流转，由库房人员在样品包装上粘贴用于确定样品状态的流转条形码，人员可以用专用扫码器扫描条形码，来改变样品的流转状态。比如，样品在进行出库时，通过扫码，样品在电子库中的状态由“在库”变为“流转中”。这样就可以实时监控每一个样品的流转状态以及所处的位置，当样品处于某一状态的时间过久时，可以及时通过电子库发现，有助于问题的快速溯源，方便对质量管理的每一个细节进行监督和查验。样品流转状态和顺序示意图如图 1 所示。

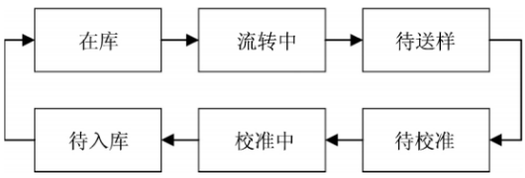


图 1　样品流转状态示意图

通过建立电子样品库等方式，可以实现样品的信息化管理，不但可以使样品管理更加高效、便捷，还可以使管理人员随时随地掌握样品的流转周期，统计样品的流转效率，监督样品流转程序，进一步判断 PTP 质量管理体系在样品方面的资源需求，改进样品管理措施，保证样品流转环节的工作质量，从而加强 PTP 在样品控制要素上的风险管控，进一步提升 PTP 质量管理体系建设。

3 结语

能力验证作为一种重要的外部质量保证，对于国内的实验室建设来说意义重大，随着校准实验室数量的逐渐增多，校准能力验证提供者的质量管理体系建设显得尤为重要。从技术要素和管理要素两个方面对机构进行质量控制，再从质量监督精细化和样品管理信息化两个维度对质量管理体系进行改进和提升，能够全面增强机构的质量管理能力，实现对体系的风险管控和持续完善，从而加强校准能力验证提供者质量管理体系建设。

加强校准能力验证提供者管理体系建设，不仅能够扩大机构品牌影响、增强机构综合实力，还能使机构更好的承担其社会责任，维护校准市场秩序，为校准实验室提供强有力的质量保证，进而提升实验室在国际间的综合竞争力，为我国实验室开展能力验证工作保驾护航，为我国能力验证事业的创新发展提供不竭动力，为我国认可体系在国际上的地位打下坚实基础。

参考文献

1］中国合格评定国家认可委员会．CNAS-CL03 能力验证提供者认可准则［S］. 2010.

［2］林海涛．大连化学物理研究所质量管理体系建设研究［D］. 大连：大连理工大学，2006.

［3］武倩文，黄晨辉．校准检测管理系统［J］．计测技术，2017，37(S1) : 297 — 300.

［4］李德辉，张英媛．能力验证的作用及校准实验室能力的改进［J］. 中国计量，2010，2: 52 — 53.

［5］王新兴，刘健，董兰芬，等．浅谈校准实验室的校准质量控制［J］．计测技术，2016，36(S1) : 262 — 264.

［6］郭峻．能力验证对实验室能力建设的重要性［J］. 现代测量与实验室管理，2012，5: 41 — 42.

［7］戴妙妙，马红青，王婷婷，等．浅析实验室能力建设中的能力验证提供者认可［J］. 标准科学，2017，1: 53 — 55.

［8］马丽颖，肖镜，于欣，等．检测机构应建立不符合项整改监督机制［J］. 中国质量监管，2020，(08) : 54 — 56.

［9］李伟明．浅谈实验室内部审核的重要性和有效方法［J］. 中国检验检测，2020，6: 83 — 84.

［10］张云萍，张建国．实验室持续改进管理体系控制要点浅析［J］．计测技术，2008，28(06) : 52 — 54.

［11］王海婷，蒋伟，朱洪坤，等．浅谈能力验证计划提供者的建设［J］. 检验检疫学刊，2010，3: 36，47 — 50.

［12］潘志林，张骄阳，甘美．质量管理体系内部审核有效性提升措施［J］. 质量与认证，2020，11: 72 — 73.

［13］毕煌鑫，王少慧，任冶，等．基于流程和事项管理的管理评审实施方法［J］. 科技视界，2020，32: 125 — 126.

［14］陶亚娟．浅谈质量管理体系内审和管理评审的实施［J］. 中国检验检测，2020，4: 71 — 73.

［15］徐炜东，张荣阁，王毅．计量管理在质量管理体系中的作用分析［J］．计测技术，2017，37(S1) : 303 — 305.

［16］颉建新，王璇，刘然．首钢国际提升管理评审有效性的研究与实践［J］. 中国冶金，2018，28(8) : 81 — 86.

［17］邓敬颂，刘志城，戴修纯，等．如何开展实验室质量监督工作［J］. 农业开发与装备，2020，12: 97 — 98.

［18］张进．如何加强计量信息化管理［J］. 计测技术，2017，37(S1) : 315 — 316.

作者简介

张溯(1993 –)，女，助理工程师，硕士，主要从事体系管理和能力验证相关工作，包括 PTP 质量管理体系运行，PT 计划的组织实施等，熟悉能力验证相关资质申请工作，参与编写 PTP 质量管理体系文件，并组织开展计量校准行业情况调研等。

促进校准发展
确保量值精准

中国计量协会校准委员会
China Metrology Association–Calibration Committee