



3D 打印粉末振实密度的测定能力验证报告

CNCA-24-06

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司编制

国家市场监督管理总局审核批准

二〇二四年十一月

声 明

1. 本报告无签发人签字无效。
2. 本报告涂改无效。
3. 本报告仅对参加者提供的信息及结果的评价结论负责。
4. 如对报告内容有异议，应在报告发出之日起一个月内提出。
5. 除全文复制外，未经本公司书面同意，不得部分复制报告。

组织机构：国家市场监督管理总局

实施机构：北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

负责人：唐凌天

项目协调者/助理：朱生慧

项目组成员：唐凌天、王明海、侯伟

统计专家：王明海、唐凌天

联络人：崔慧琴

联系地址：北京市海淀区学院南路 76 号

E-mail: PT@analysis.org.cn

Web site: www.nil.org.cn

电话：010-62185713、010-62182652、010-62181165

传真：010-62181163

编制：朱生慧

签发：唐凌天

日期：2024-11-25

目 录

1、前言.....	1
2、项目概述.....	2
2.1 项目简介.....	2
2.2 设计方案.....	2
2.2.1 检测方法和试验条件要求.....	2
2.2.2 样品的设计、制备及分发.....	2
2.2.3 样品均匀性检验和稳定性.....	4
2.2.4 统计设计与评价原则.....	5
2.2.5 保密要求.....	5
2.2.6 日程安排.....	5
3、样品制备、均匀性及稳定性评价结果.....	7
3.1 样品制备.....	7
3.2 均匀性检验.....	7
3.3 稳定性检验.....	9
4、检测结果统计和能力评价.....	11
4.1 参加检验检测机构概况.....	11
4.2 实验室测定所采用的方法汇总.....	12
4.3 测试结果的正态性检验.....	12
4.4 统计结果.....	13
4.5 能力评价结果汇总.....	14
5、结果分析和技术建议.....	15
5.1 统计结果分析.....	15
5.2 国内外仪器的比较分析.....	15
5.3 技术分析和建议.....	15
6、总结.....	17
7、能力验证计划组织者和协调者.....	18
8、依据文件及标准规范.....	19
附录 A 能力验证统计结果及图示.....	20
附录 B 作业文件.....	24
附录 C 能力验证通知.....	26
附录 D 统计分析有关统计量的意义及其计算方法.....	28

1、前言

根据《市场监管总局办公厅关于开展 2024 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2024〕18 号，下文简称《通知》），为规范检验检测市场、提升检验检测机构技术能力，根据《检验检测机构资质认定管理办法》、《检验检测机构能力验证管理办法》等有关规定，市场监管总局决定在社会重点关注的部分检验检测领域组织开展 2024 年国家级检验检测机构能力验证工作（以下简称国家级能力验证）。

“3D 打印粉末振实密度的测定”（CNCA-24-06）是国家市场监督管理总局 2024 年组织开展的国家级能力验证项目之一，由北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司负责项目的实施（以下简称实施机构）。具备 3D 打印粉末振实密度的测定检测能力的国家级资质认定检验检测机构应当参加本次能力验证。

开展本次能力验证的主要目的是了解国家级资质认定检验检测机构在 3D 打印粉末振实密度的测定方面的整体水平，识别并帮助结果不合格的机构查找原因并及时纠正，促进相关机构进一步提高技术能力和实验室管理水平，为国家市场监督管理总局等部门对检验检测机构的监管提供数据支持。

本报告是对“3D 打印粉末振实密度的测定”能力验证项目的总结，由实施机构编制，国家市场监督管理总局负责审核并批准发布。实施机构依据 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》和国家市场监督管理总局的相关工作要求实施本次能力验证项目。

2、项目概述

2.1 项目简介

3D 打印属于增材制造，它以数字模型文件为基础，运用粉末状粘合材料，以逐层打印的方式来构造物体。随着科技的不断发展，3D 打印在汽车、医疗、航空航天、教育、消费品等多个领域得到广泛应用。材料是 3D 打印的核心，而材料粉末的振实密度直接影响打印件的质量和性能。振实密度越大，说明粉末的流动性能越好，成型性能越好。振实密度是粉末在容器中经过机械振动达到较理想排列状态的粉末集体密度，是粉末多种物理性和工艺性能的综合体现，如粉末粒度及其分布、颗粒形状及其表面粗糙度、比表面积等的综合体现。因此准确测定 3D 打印粉末的振实密度具有十分重要的意义。

鉴于本项目开展的意义和价值，实施机构设计了本次 3D 打印粉末振实密度的测定能力验证计划。项目组选择均匀性、稳定性符合要求的不锈钢原材料，采用气雾化法加工成粉末状样品。

通过该能力验证项目的实施，可以了解各实验室对相关 3D 打印粉末振实密度标准的理解以及检测的准确性，服务于认证认可管理部门对该领域检测机构的有效监管，帮助检测机构发现日常检测存在的问题，推动行业技术能力的不断提升。

2.2 设计方案

2.2.1 检测方法和试验条件要求

本次能力验证的测试参数为振实密度，计划向参加实验室发放 2 批次 3D 打印粉末样品，其中一个样品作为干扰样。推荐采用 GB/T 21354-2008 《粉末产品 振实密度测定通用方法（限机械方式）》或 GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》进行检测。参加机构须具备满足测试粉末振实密度试样要求的振实装置，以及振实密度测试的辅助设备如天平、玻璃量筒等。

2.2.2 样品的设计、制备及分发

（1）样品的设计

逐层堆积是 3D 打印独特的制造零件模式，所以粉末层厚度也会对打印零件性能产生严重影响。粉层厚度是由粉末逐层堆积来体现，因此与粉末粒径密切相关。

粉末粒径越小，能量利用率越高，熔化和烧结过程更易进行。小粒径粉末之间孔隙较小，堆积更加密实，烧结融化均匀，打印的零件致密度和强度更高。但是粉末的粒度过小，会导致铺粉不均出现团聚，后期烧结工艺中也易出现“球化”现象。粗细粉末按照一定填充比例均匀混合，使粉末之间空隙减小，打印出性能更优的制件。

3D 打印由于其工艺的特殊性和打印制件的复杂性，打印粉末粒径要求在 $15\ \mu\text{m}$ - $105\ \mu\text{m}$ 之间。为了保证样品的均匀性和稳定性，选样原则：原材料既不易氧化又不含有易挥发的物质。本次能力验证选取 2 个牌号的不锈钢，制备粒径为 $15\ \mu\text{m}$ - $53\ \mu\text{m}$ 的粉末样品。

(2) 样品的制备

针对金属 3D 打印对粉末制备的特殊要求，制备金属 3D 打印粉末的主要方法有真空感应熔炼雾化法(VIGA)、电极感应熔炼雾化法(EIGA)、等离子旋转电极法 (PREP)，本次能力验证选择真空感应熔炼雾化法(VIGA)制备样品。

采用氩气作为雾化介质。首先，金属加热至熔融状态，金属液落下的同时，高速气流对液态金属进行冲击，扰乱液态金属的稳定流动，在气流的作用下，逐渐形成金属带。接着雾化气体继续作用于金属带上，使金属带再次断裂破碎，形成小的金属液滴。最后，在表面张力作用下，金属液滴开始球化，并逐渐凝固成金属粉末。真空感应熔炼气体雾化法示意图如图 1 所示。

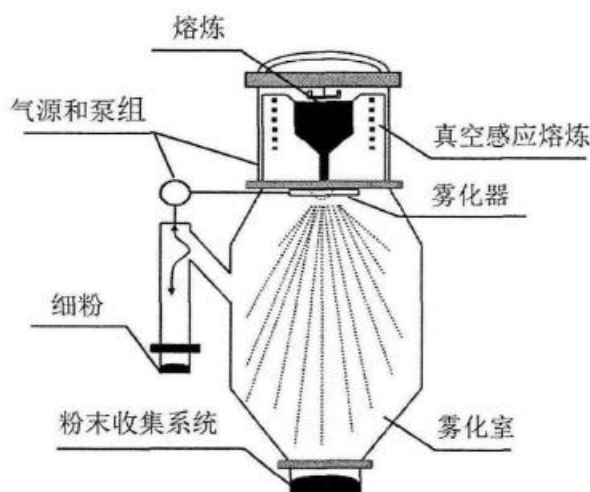


图 1 真空感应熔炼气体雾化法示意图

经配料、装料、冶炼、雾化和筛分等工艺加工制备成两个批次粉末试样（样品制备流程见图 2），样品规格为： $15\ \mu\text{m}$ ~ $53\ \mu\text{m}$ ，充分混匀后用塑料袋抽真空

分装，400 克/袋，每批次不少于 80 袋，样品用样品专用盒包装，避免运输过程中的磕碰。每袋样品粘贴唯一性标识，如图 3 所示。样品贮存在密封且防静电的容器中以及通风、干燥、清洁的环境内。运输时注意防潮防腐。为了防止实验室串通，向每个参加机构发放两个样品，其中一个为干扰样（不作评价）。通过快递向参加机构统一发出，参加机构收到样品后应及时验收，登录能力验证平台确认样品接收完好。

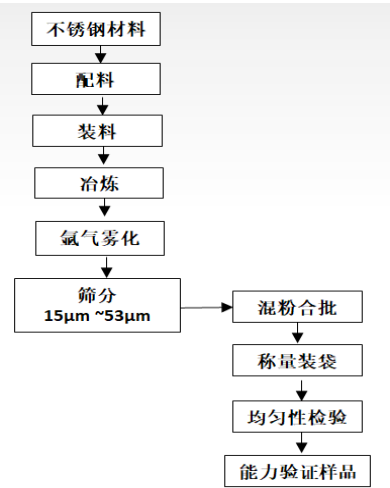


图 2 样品制备流程图



图 3 样品及包装

2.2.3 样品均匀性检验和稳定性

（1）均匀性检验

从分装好的样品中随机选取 10 袋样品进行均匀性检验，依照标准 GB/T 5162-2021《金属粉末 振实密度的测定》进行试验，玻璃量筒容积为 25cm^3 ，在重复性条件下随机测试 3 次，采用单因子方差分析法对检验中的结果进行统计处理。选取显著性水平为 5%，统计量与临界值 $F_{0.05}(9,20)$ 比较， F 值小于临界值表明样品均匀性良好。实验室结果返回后计算 0.3σ ，若样品均匀性检验的 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，则样品的均匀性满足本次能力验证要求，否则能力验证评定时考虑 S_s 的影响。

（2）稳定性

收回结果后，随机选取 6 袋样品，依照标准 GB/T 5162-2021《金属粉末 振实密度的测定》进行试验。在重复性条件下随机进行测试，每袋样品测试 3 次，按照 CNAS-GL003: 2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》的规定，采用 t 检验进行稳定性评价。

2.2.4 统计设计与评价原则

本次能力验证计划中实验室结果服从单峰且近似对称分布,采用稳健(Robust)技术算法 A 进行数据统计分析,以稳健平均值作为指定值 X ,以稳健标准差作为能力评定标准差 σ ,同时给出指定值的标准不确定度。 S_s 为样品间标准差,原则如下:

2.2.4.1 当 $S_s \leq 0.3\sigma$, 对本次能力验证计划的参加者结果,按下式计算 z 值:

$$z = (x - X) / \sigma$$

式中: x -参加者结果;

X -指定值;

σ -能力评定标准差。

2.2.4.2 当 $S_s > 0.3\sigma$, 计算 $\sigma' = \sqrt{S_s^2 + \sigma^2}$, 以 σ' 作为能力评定标准差。

对本次能力验证计划的参加者结果,按下式计算 z' 值:

$$z' = (x - X) / \sigma'$$

式中: x -参加者结果;

X -指定值;

σ' -能力评定标准差。

z 或 z' 值的判定原则如下:

$|z \text{ 或 } z'| < 3.0$ 为合格结果;

$|z \text{ 或 } z'| \geq 3.0$ 为不合格结果。

本次能力验证计划涉及的其它统计量,如:结果总数、最大值、最小值和极差等,其意义及相关计算方法参见附录D。

2.2.5 保密要求

出于保密的需要,本次能力验证对每个参加机构随机赋予一个机构代码。在本报告中,凡说明参加机构的检测结果和能力评价时,均以代码表示。

各参加机构须独立完成试验,严禁串通试验结果,一经发现任何违规行为,项目组将上报国家市场监督管理总局。

本次能力验证的结果由国家市场监督管理总局向社会公布。

2.2.6 日程安排

本次能力验证项目的工作周期自 2024 年 04 月至 2024 年 12 月。

04 月 10 日至 04 月 30 日	编制并提交能力验证设计方案；
05 月 01 日至 05 月 15 日	能力验证设计方案论证，提交正式版设计方案；
05 月 01 日至 05 月 31 日	通知符合资质的检验检测机构完成报名，向国家市场监督管理总局呈报参加机构清单；
05 月 01 日至 07 月 15 日	原材料调研、样品制备及均匀性检验，向国家市场监督管理总局呈报均匀性检验数据；
07 月 15 日至 07 月 31 日	向参加机构统一分发能力验证样品；
08 月 01 日至 08 月 20 日	线上填报数据、回收并核查试验原始记录；
08 月 21 日至 09 月 10 日	数据统计分析；
09 月 11 日至 09 月 20 日	向国家市场监督管理总局呈报统计分析汇总结果，呈报合格结果、不合格结果、应参加未参加的机构清单，拟制能力验证总结报告；
09 月 21 日至 10 月 15 日	编制能力验证总结报告，呈报专家组审阅，根据专家反馈意见进行修改及完善。
10 月 16 日至 11 月 20 日	组织邀请专家组进行项目验收。
11 月 21 日至 12 月 15 日	发布结果报告。

3、样品制备、均匀性及稳定性评价结果

3.1 样品制备

选取不锈钢样品，由外部供应商加工成粉末状样品，用塑料袋抽真空分装，每袋 400 克，不少于 80 袋。样品的制备和检测由外部供应商完成，中实国金对其完成的工作负责。

3.2 均匀性检验

将包装好的样品进行编号，通过随机数码表随机生成 10 个编号样品进行均匀性检验。依照标准 GB/T 5162-2021《金属粉末 振实密度的测定》进行试验。最小称样量为 50 克，在重复条件下测定 3 次，重复测试采用随机次序原则。采用单因子方差分析法对检验中的结果进行统计处理，选取显著性水平为 5%。统计量与临界值 $F_{0.05}(9,20)$ 比较，测试结果和统计结果见表 3.1~表 3.3。

表 3.1 样品均匀性检验项目测试结果 （单位：g/cm³）

样品 编号	振实密度		
	测定 1	测定 2	测定 3
309004132024010072	4.90	4.85	4.97
309004132024010102	4.89	4.95	4.92
309004132024010057	4.95	4.87	4.92
309004132024010118	4.95	4.97	4.89
309004132024010038	4.89	4.87	4.89
309004132024010098	4.87	4.90	4.97
309004132024010088	4.90	4.92	4.92
309004132024010127	4.95	4.96	4.96
309004132024010112	4.95	4.97	4.89
309004132024010046	4.92	4.85	4.87
总平均值	4.92		

表 3.2 干扰样品均匀性检验项目测试结果 （单位：g/cm³）

样品 编号	振实密度		
	测定 1	测定 2	测定 3
309004132024020013	4.75	4.73	4.71
309004132024020015	4.72	4.76	4.70
309004132024020029	4.73	4.75	4.72
309004132024020032	4.75	4.78	4.69
309004132024020062	4.69	4.71	4.72
309004132024020075	4.67	4.69	4.70
309004132024020090	4.69	4.69	4.73
309004132024020094	4.68	4.67	4.73
309004132024020115	4.73	4.70	4.70
309004132024020122	4.71	4.75	4.73
总平均值	4.72		

表 3.3 样品均匀性检验统计结果

样品名称	测定项目	方差来源	自由度	平方和	均方	统计量 <i>F</i>	<i>S</i> _s
3D 打印粉末	振实密度	样品间	9	1.50E-02	1.67E-03	1.20	0.0096
		样品内	20	2.77E-02	1.39E-03		
	振实密度 (干扰样)	样品间	9	9.12E-03	1.01E-03	1.58	0.011
		样品内	20	1.28E-02	6.40E-04		

样品间标准差 *S*_s 根据下式计算：

$$S_s=\sqrt{(MS_1-MS_2)/3}$$

式中：*MS*₁—样品间均方；
*MS*₂—样品内均方。

由表 3.1~表 3.3 可见，3D 打印粉末样品的参数统计量小于临界值（*F*_{0.05 (9, 20)} =2.39），样品的均匀性良好。

数据回收、统计分析后，对本次能力验证样品利用 $S_s \leq 0.3\sigma$ ，验证其充分均匀性。

表 3.4 能力验证样品相关信息 (单位, g/cm^3)

项目	稳健平均值	S_s	稳健标准差 s^*	$0.3s^*$
振实密度	4.99	0.0096	0.12	0.036
振实密度 (干扰样)	4.57	0.011	0.22	0.066

由表 3.4 可知，本次能力验证样品 $S_s < 0.3s^*$ ，说明样品满足本次能力验证的均匀性要求。

3.3 稳定性检验

回收结果后，随机选取 6 袋样品进行稳定性检验。依照标准 GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》进行试验。在重复性条件下随机次序进行测试，每袋样品测试 3 次，按照 CNAS-GL003: 2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》的规定，采用 t 检验法和 $|x_1 - x_2| \leq 0.3\sigma$ 准则法进行稳定性评价。测试结果和统计结果见表 3.5。

表 3.5 样品稳定性检验项目测试结果 (单位: g/cm^3)

样品 编号	振实密度		
	测定 1	测定 2	测定 3
309004132024010056	4.88	4.85	4.90
309004132024010026	5.00	4.95	4.95
309004132024010109	4.85	4.88	4.97
309004132024010067	4.85	4.90	4.95
309004132024010014	4.90	4.90	4.85
309004132024010111	4.90	4.90	4.90
稳检平均值 x_2	4.91		
s_2	0.033		
n_2	6		
均检平均值 x_1	4.92		

s_1	0.025
n_1	10
t	0.689
临界值 $t_{(14)}$	2.145
$ x_1 - x_2 \leq 0.3\sigma$ 准则法	
$ x_1 - x_2 $	0.01
稳健标准差 s^*	0.12
$0.3s^*$	0.036

从表3.5可以看出,样品稳定性试验的结果 t 值 $<$ 临界值 $t_{(14)}=2.145$, $|x_1 - x_2| < 0.3\sigma$, 样品的稳定性满足本次能力验证要求。

4、检测结果统计和能力评价

4.1 参加检验检测机构概况

按照国家市场监督管理总局通知要求，具备相关项目（参数）检测能力的国家级资质认定检验检测机构必须参加，其他检验检测机构自愿参加。项目组通过国家市场监督管理总局网站查询资质认定获证机构，逐一进行电话沟通并发送邮件通知，核实机构的资质认定证书及试验设备条件，最终 29 家国家级资质认定检验检测机构参加本次能力验证，另有 3 家检验检测机构自愿参加，共有 32 家检验检测机构参加。

参加本次能力验证的检验检测机构，分别来自于国家级、行业级的检验检测中心、各地海关技术中心、科研院所、第三方检验检测机构等，详见表 4.1。实验室各地区分布情况详见表 4.2 和图 4。

表 4.1 检验检测机构分类统计

检验检测机构分类	检验检测机构数量（个）
国家级、行业级的检验检测中心	18
第三方检测机构	7
研究院所中心	6
海关技术中心	1

表 4.2 检验检测机构省份/直辖市分布

区域	检验检测机构数量（个）	区域	检验检测机构数量（个）
江苏省	6	广东省	4
北京市	4	湖南省	3
上海市	3	天津市	2
河南省	2	陕西省	2
安徽省	1	重庆市	1
湖北省	1	四川省	1
黑龙江省	1	江西省	1
合计		32	

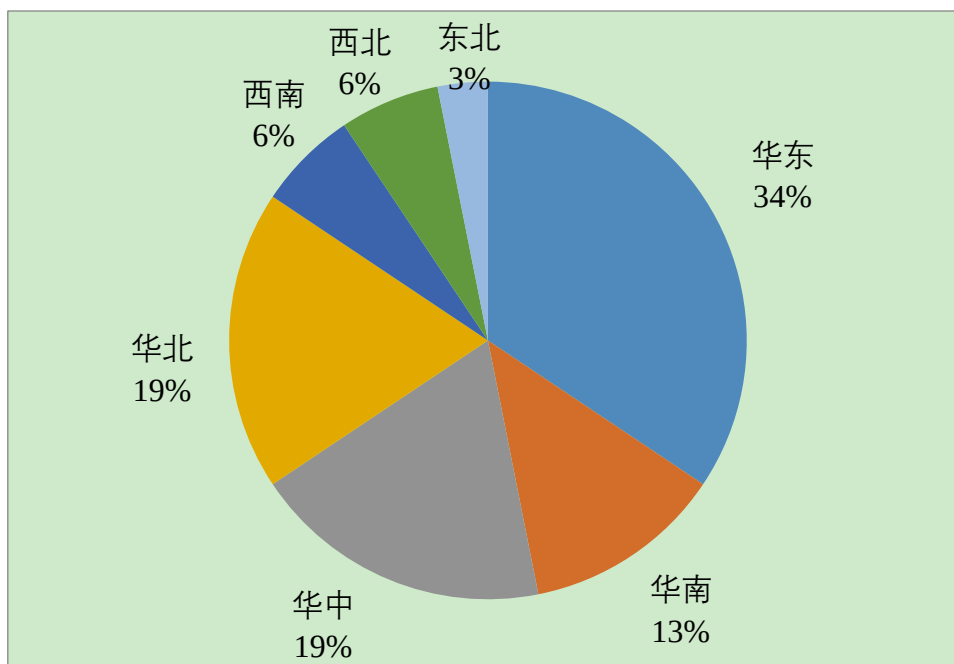


图 4 检验检测机构区域分布情况

4.2 实验室测定所采用的方法汇总

本次能力验证计划测试 3D 打印粉末振实密度，要求实验室使用 GB/T 21354-2008 《粉末产品 振实密度测定通用方法》（限机械方式，IDT, ISO 3953:1993）或 GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》（IDT, ISO 3953:2011），两个方法等同采用 ISO 3953 标准，2011 版和 1993 版（机械方式）的 ISO 3953 除结构调整和编辑性改动外，试验过程和技术无变化，GB/T 21354-2008 和 GB/T 5162-2021 方法等效。

4.3 测试结果的正态性检验

本次能力验证有 32 家参加机构，所提供的振实密度数据的频数直方图见图 5。从频数直方图可以看出，振实密度测试结果呈单峰近似对称分布，符合统计设计。

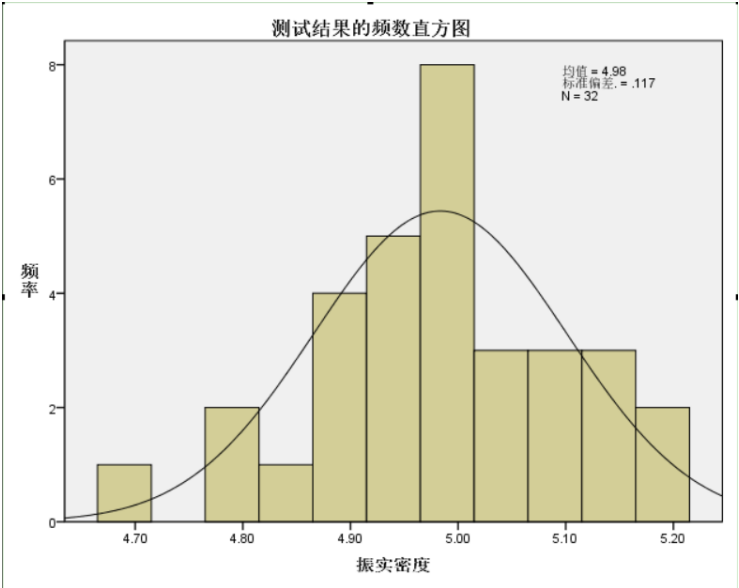


图 5 测试结果的频数直方图

4.4 统计结果

本次能力验证计划采用稳健（Robust）技术算法 A 统计，以稳健平均值作为指定值，并给出稳健平均值的标准不确定度，稳健标准差作为能力评定标准差，计算各机构的 z 比分数并对测试结果进行了评定。各实验室测定结果及统计处理详见附录 A1 和 A2，项目的统计量及相关信息见表 4.4。干扰样的统计信息见附录 A3，干扰样品统计结果不做评价。

表 4.4 项目的统计量及相关信息

样品名称	3D 打印粉末
项目	振实密度
稳健平均值(g/cm³)	4.99
稳健标准差(g/cm³)	0.12
稳健 CV(%)	2.4
标准不确定度(g/cm³)	0.026
最小值(g/cm³)	4.69
最大值(g/cm³)	5.21
极差(g/cm³)	0.52
结果数	32

4.5 能力评价结果汇总

本次能力验证共有 32 家机构参加，32 个测试结果的 $|z| < 3.0$ 全部为合格结果，其机构代码见表 4.5。

表 4.5 结果评价汇总

结果	实验室代码	共计	比例
$ z < 3.0$ 合格结果	01、02、03、04、05、06、07、08、09、10、11、12、13、 14、15、16、17、18、19、20、21、22、23、24、25、26、 27、28、29、30、31、32	32	100%

注：代码为 15、31、32 的机构属于自愿参加。

5、结果分析和技术建议

5.1 统计结果分析

本次能力验证从统计结果来看，32 个实验室结果全部为合格结果，表明实验室对于检测方法掌握能力较好。

5.2 国内外仪器的比较分析

本次能力验证实验室采用的振动装置有国内生产，也有国外生产的。振实密度的测定有 26 个实验室采用国内仪器，6 个实验室采用国外仪器，将国内外仪器的测定结果经 Grubbs 检验，计算平均值和标准偏差，采用 t 检验比较国内外仪器的测试结果的一致性，统计结果见表 5.1。

表 5.1 国内外仪器测试结果比较

仪器	平均值 (g/cm ³)	标准偏差 (g/cm ³)	结果数 (个)	t	$t_{0.05}(30)$
国内	4.99	0.12	26	0.528	2.042
国外	4.96	0.15	6		

表 5.1 中检验结果表明，国内外仪器测试结果之间无显著性差异。

5.3 技术分析和建议

通过本次能力验证，测试 3D 打印粉末振实密度时，振动方式、振动幅度、振动频率和量筒读数等这些因素直接影响粉末的压实程度。通过准确测量粉末的振实密度，对于了解材料的物理性质、优化生产工艺以及质量控制等方面具有重要意义，因此建议实验室在以下几个方面引起注意，提高检测能力。

(1) 振动方式

手工振动通常依赖于操作人员的经验和技巧，这种方式下，振动的频率、幅度和次数不易控制，可能会导致振动不均匀，从而影响振实密度的准确性。此外，手工振动可能无法达到机械振动所能达到的振动强度和均匀性，因此在测量振实密度时，手工振动方式可能会引入一定的误差。

机械振动则通过专门的振实密度仪实现，这种振动方式可以通过设定振动频率、次数和幅度来精确控制，确保振动均匀且强度足够，从而得到较为准确的振实密度测量结果。机械振动能够有效地压缩颗粒之间的空隙，使粉体达到紧密填充状态，这对于需要精确控制粉体密度的应用至关重要。

因此本次能力验证计划限定采用机械振动方式，以确保振实密度测量时振动方式的一致性。

（2）振动幅度

在测定振实密度时，振幅是一个关键参数，它直接影响粉末的压实程度和最终测得的密度值。振幅的选择需要根据被测粉末的特性、所需的测量精度以及仪器的技术参数来确定。本次能力验证样品为金属粉末，要求实验室使用 GB/T 21354-2008 《粉末产品 振实密度测定通用方法》（限机械方式）或 GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》，这两个标准规定的振幅为 3mm。

振幅的大小决定了粉末被压缩的程度。较大的振幅会导致粉末被更加紧密地压实，从而得到较高的振实密度值。相反，较小的振幅会使粉末的压实程度较低，得到的振实密度值也相对较低。在实际操作中，应根据具体的测试要求和粉末特性来选择合适的振幅。

（3）振动频率

振动频率是影响金属粉末振实密度测试的一个重要因素。在金属粉末振实密度测试中，振动频率的选择直接关系到测试结果的准确性。一般来说，适当的振动频率能够使金属粉末更加紧密地填充在容器中，从而得到更准确的振实密度值。

（4）振动次数

振动次数的设定是为了确保粉体或颗粒在达到设定振动次数后，能够充分振实，避免粉末飞扬，从而达到准确测量振实密度的目的。本次能力验证要求实验室测试时振动次数不得少于 3000 次。

（5）量筒的读数

a) 振实后粉末表面是水平的，可直接读数。

b) 振实后粉末的表面不是水平的，则读出最高值和最低值，计算它们的平均值得到振实体积。

6、总结

本次能力验证活动具有以下特点：

6.1 项目针对性强

在增材制造工艺中，粉体的特性对于获得性能优异的成品至关重要，而振实密度是评估粉体特性的重要指标之一。因此，振实密度的测量对于确保 3D 打印粉末的质量和打印过程的稳定性至关重要。振实密度的测量还可以间接反映粉体的其他特性，如流动性、压缩度等。流动性好的粉体在打印过程中能够均匀分布，减少打印过程中的堵塞和断丝等问题，从而提高打印效率和成品质量。而压缩度则反映了粉体在压缩过程中的紧密程度，对于评估粉体的压实性能和打印件的致密度具有重要意义。检测 3D 打印粉末的振实密度不仅是为了评估粉末的基本物理性质，更是为了保证打印过程的顺利进行和最终产品的质量符合要求。

通过能力验证项目的实施，可以了解各实验室对相关 3D 打印粉末振实密度标准的理解以及检测的准确性，服务于认证认可管理部门对该领域检测机构的有效监管，帮助检测机构发现日常检测存在的问题，推动行业技术能力的不断提升。

6.2 组织工作支持

国家市场监督管理总局高度重视此项能力验证工作。在立项前组织专家召开方案论证会，在实施过程中定期把关样品制备、均匀性检验、稳定性检验、发样、统计等关键节点进度，在方案设计、过程管理等方面提出诸多专业建议，并提供一系列规范化的文件、表单和工作要求，督促项目规范运作。

6.3 实施方案设计合理

本次能力验证样品精心设计选择，贴近检测机构日常检测；样品以条形码作为标识，有效地防止了结果刻意趋同；样品均匀性及稳定性满足项目要求。

6.4 统计方法科学合理

项目组依据 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》(ISO/IEC17043) 和 CNAS-GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》及 GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》(ISO 13528)的相关要求，对各参加机构提交的测试记录进行核查，在试验数据服从单峰且对称分布的基础上，进行稳健统计分析，并根据稳健统计结果验证样品间标准差 S_s 与 0.3σ 相比是否可以忽略，最终对每个参加机构的测试结果用 z 比分数进行评价。

7、能力验证计划组织者和协调者

7.1 能力验证计划组织者

国家市场监督管理总局

7.2 能力验证计划实施机构

实施机构：北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

地址：北京市海淀区学院南路 76 号

项目负责人：唐凌天

项目协调者：朱生慧

联系电话：010-62185713

邮箱：zsh@analysis.org.cn

7.3 专家顾问

王海舟 北京中实国金国际实验室能力验证研究中心

佟艳春 CSTM 试验技术能力评价部

7.4 能力验证计划项目组成员

朱生慧 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司（项目协调者）

侯 伟 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

王明海 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

唐凌天 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

8、依据文件及标准规范

- 1、《市场监管总局办公厅关于开展 2024 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2024〕18 号）
- 2、GB/T 27043-2012 《合格评定 能力验证的通用要求》（ISO/IEC 17043: 2010）
- 3、GB/T 28043-2019 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》
- 4、CNAS-RL02: 2023 《能力验证规则》
- 5、CNAS-GL002: 2018 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》
- 6、CNAS-GL003: 2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》
- 7、GB/T 21354-2008 《粉末产品 振实密度测定通用方法》（限机械方式）
- 8、GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》

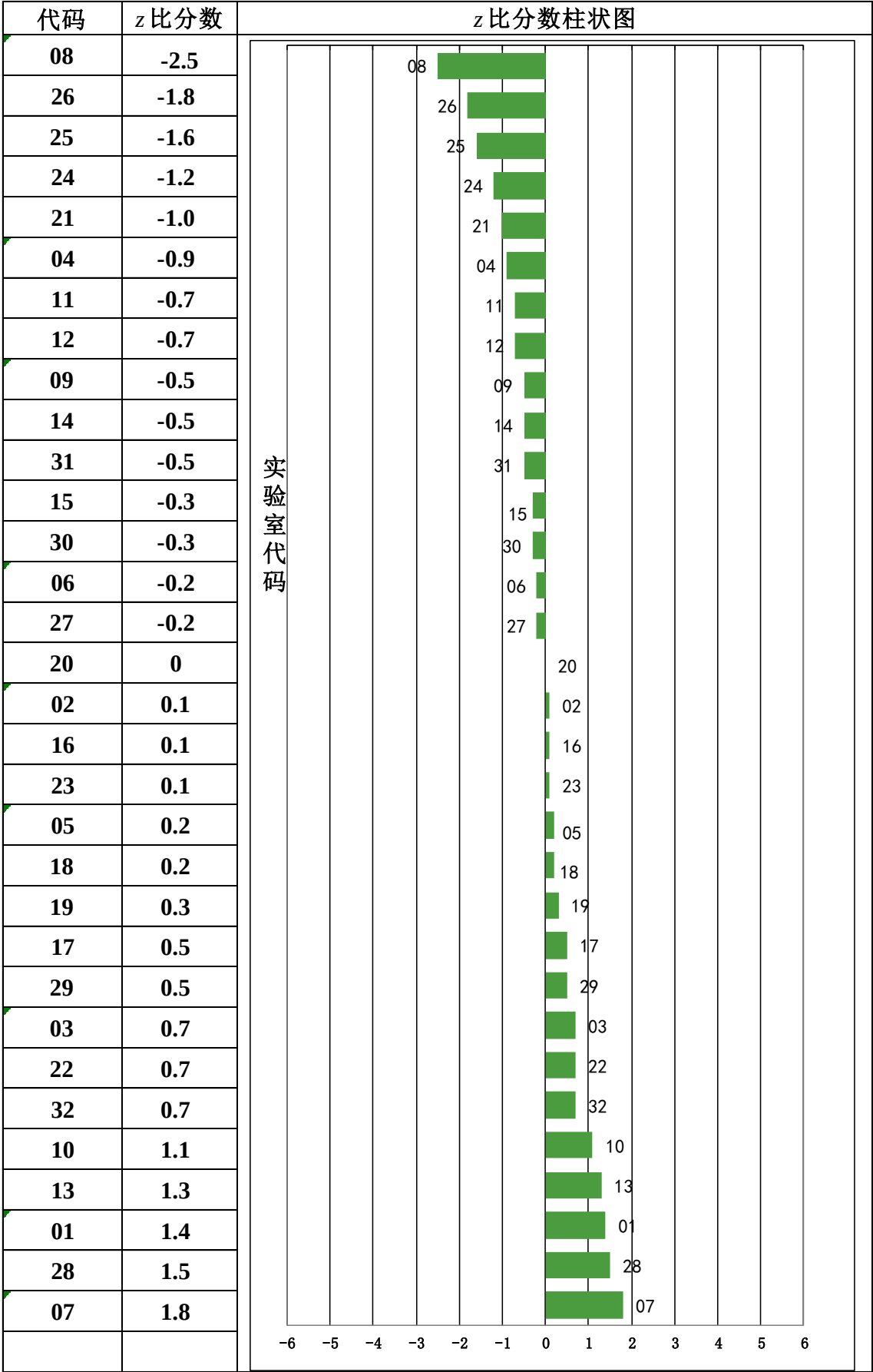
附录 A 能力验证统计结果及图示

A1 3D 打印粉末振实密度的测试结果和统计结果汇总

实验室代码	3D 打印粉末 振实密度,g/cm ³	z 比分数
01	5.16	1.4
02	5.00	0.1
03	5.08	0.7
04	4.88	-0.9
05	5.01	0.2
06	4.97	-0.2
07	5.21	1.8
08	4.69	-2.5
09	4.93	-0.5
10	5.12	1.1
11	4.91	-0.7
12	4.91	-0.7
13	5.14	1.3
14	4.93	-0.5
15	4.95	-0.3
16	5.00	0.1
17	5.05	0.5
18	5.01	0.2
19	5.03	0.3
20	4.99	0
21	4.87	-1.0

22	5.07	0.7
23	5.00	0.1
24	4.85	-1.2
25	4.80	-1.6
26	4.77	-1.8
27	4.97	-0.2
28	5.17	1.5
29	5.05	0.5
30	4.95	-0.3
31	4.93	-0.5
32	5.07	0.7
结果数	32	
稳健平均值	4.99	
稳健标准差	0.12	
稳健 CV (%)	2.4	
标准不确定度	0.026	
最小值	4.69	
最大值	5.21	
极差	0.52	

A2 振实密度的z比分数柱状图



A3 干扰样的统计信息

实验室代码	3D 打印粉末
	振实密度,g/cm ³
01	4.63
02	4.83
03	4.63
04	4.54
05	4.48
06	4.81
07	4.81
08	3.97
09	4.60
10	4.58
11	4.72
12	4.72
13	4.15
14	4.21
15	4.59
16	4.58
17	4.64
18	4.31
19	4.75
20	4.56
21	4.191
22	4.65
23	4.81
24	4.67
25	4.66
26	4.26
27	4.52
28	4.68
29	4.44
30	4.75
31	4.30
32	4.74
结果数	32
稳健平均值	4.57
稳健标准差	0.22
稳健 CV (%)	4.8
标准不确定度	0.048
最小值	3.97
最大值	4.83
极差	0.86

附录 B 作业文件

B1 能力验证计划指导书

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
北京中实国金国际实验室能力验证研究中心

NIL/D B16-03:2022



能力验证计划指导书

CNCA-24-06 3D 打印粉末振实密度的测定

本次能力验证计划中，贵实验室的代码为 CNCA-24-06-XXX。

为保证能力验证计划的顺利进行，特要求参加单位认真遵循下列条款：

1. 被测物品说明

- 1.1 本次能力验证发出 2 个金属粉末样品（其中 1 个为干扰样），编号为 309004132024010086 和 309004132024020000 测定振实密度，其范围为 $3.0\text{g}/\text{cm}^3 \sim 8.0\text{g}/\text{cm}^3$ 。
- 1.2 样品为粉末状，用塑料袋真空包装，每袋 400g，于 2024 年 07 月 23 日 通过快递发出。
- 1.3 各实验室在收到样品时，应首先对样品是否完好进行确认，并登录 <http://shop.cupt.org.cn/>，右侧【数据填报】栏目，确认接收样品是否完好；若发现样品出现问题，请及时与中实国金联系。
- 1.4 样品打开后需在干燥密闭条件下保存。

2. 检测

- 2.1 推荐实验室参照 GB/T 21354-2008（**限机械方式**）或 GB/T 5162-2021 进行试验。
- 2.2 **试验条件**：采用容积为 25cm^3 的玻璃量筒，称样量为 50g。
- 2.3 样品不需烘干，在重复性条件下测试 3 次。振动次数不低于 3000 次。

3. 结果反馈

- 3.1 每个样品报出 3 次测试结果及其平均值。有效数字请按下述原则报出： $X.XX\text{g}/\text{cm}^3$ 。
- 3.2 实验室最迟应在 2024 年 08 月 06 日 之前登录 http://shop.cupt.org.cn，网上填报结果数据，未按期网上提交结果的实验室，其结果将不列入统计。正式提交结果之前，请把《能力验证结果报告表》、试验原始记录作为附件上传。附件不大于 20M，格式为 PDF、JPG 或压缩包。纸质的结果报告表等不需要邮寄回中实国金。
- 3.3 若实验室能评定出测量结果不确定度，请在报告中给出扩展不确定度(U)($k=2$)。
- 3.4 在本次能力验证计划实施过程中，各实验室应独立完成实验并提交报告。
- 3.5 各实验室可在 http://shop.cupt.org.cn 【下载专区】下载《**能力验证试验结果网上填报指南**》。
4. 能力验证样品的制备、均匀性及稳定性检验工作由分包方完成，中实国金对分包工作负责。

联络方式：

北京市海淀区学院南路 76 号北院南门（邮编 100081）
联系人：崔慧琴
技术咨询：朱生慧
E-mail: zsh@analysis.org.cn

传 真：(010) 62181163
电 话：(010) 62181165
电 话：(010) 62185713
网 址：<http://www.nil.org.cn>

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

2024 年 07 月 23 日

2022 年 11 月 25 日批准

2023 年 01 月 01 日实施

B2 能力验证试验结果报告表

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
北京中实国金国际实验室能力验证研究中心

NIL/D B16-05:2022



能力验证结果报告表



CNCA-24-06 3D打印粉末振实密度的测定

实验室名称: 《参加 PT 项目 CNCA-24-06 的实验室名称》

实验室代码: CNCA-24-06-XXX

报告日期: _____

试验标准:

☐ GB/T 21354-2008 粉末产品 振实密度测定通用方法 (限机械方式)

☐ GB/T 5162-2021 金属粉末 振实密度的测定

测试项目	样品编号	试 验 结 果				备注
		1	2	3	平均值	
振实密度, g/cm ³	309004132024010086					
	309004132024020000					

检测过程中出现的问题或异常现象说明: _____

(不够请附页)

试验环境: _____

振实装置型号及名称: _____

振实装置生产厂家: _____

天平精度: _____ 玻璃量筒校准点: _____

振动振幅: _____ 振动频率: _____

振动时间: _____

试验员 (正楷签字): _____

负责人 (签字): _____

单位公章

2022 年 11 月 25 日批准

2023 年 01 月 01 日实施

附录 C 能力验证通知



中国认可
国际互认
能力验证
PROFICIENCY TESTING
CNAS PT0002



北京中实国金国际实验室能力验证研究中心 (北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司)

关于邀请参加 2024 年国家级检验检测机构能力验证计划 “3D 打印粉末振实密度的测定”的通知

各有关检验检测机构：

根据《市场监管总局办公厅关于开展 2024 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2024〕18 号，下文简称《通知》），为规范检验检测市场、提升检验检测机构技术能力，根据《检验检测机构资质认定管理办法》、《检验检测机构能力验证管理办法》等有关规定，市场监管总局决定在社会重点关注的部分检验检测领域组织开展 2024 年国家级检验检测机构能力验证工作。

受市场监管总局委托，北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司承担“CNCA-24-06 3D 打印粉末振实密度的测定”能力验证计划的组织实施工作，诚邀各机构参加。现将有关事项通知如下：

一、参加对象

1. 已获得国家认监委颁发的国家级检验检测机构资质认定证书，且粉末振实密度测试项目（参数和方法标准）取得资质认定的检验检测机构必须参加。

2. 省级市场监管部门颁发资质认定证书的检验检测机构和其他具备相关检测能力的检验检测机构可以自愿参加。

二、样品、参数及测试方法

1. 能力验证样品为金属粉末，测试参数为振实密度。

2. 测试方法：GB/T 21354-2008 《粉末产品 振实密度测定通用方法》、GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》。

三、报名方式

根据《通知》安排，请有关检验检测机构务必于 2024 年 05 月 31 日前，登录中实国金官网（<http://www.nil.org.cn>）进行能力验证网上报名。能力验

证计划编号：CNCA-24-06，报名链接：

http://shop.cupt.org.cn/index.php?act=goods&op=index&goods_id=108250

要求：按照国家认监委要求，国家级检验检测机构在报名提交订单进行“实验室信息”确认时，名称按“国家中心名称/法人单位名称”的顺序填写，以确保结果通知单、证书、公示信息中包含机构全称。为核查参加资质，请将资质认定证书及该项目所在证书附表页的扫描件发送至 zsh@analysis.org.cn。

四、参加费用

1. 已获得国家认监委颁发的检验检测机构资质认定证书，且粉末振实密度测试项目（参数和方法标准）已取得资质认定的检验检测机构可免费参加（须提供证明材料：资质认定证书的扫描件及振实密度测试项目（参数和方法标准）所在资质认定证书附表页的扫描件，报名后一并发送至联系邮箱）。

2. 除《通知》规定必须参加的机构外，自愿参加本项目的机构需缴纳该项能力验证成本费 2000 元，请于 2024 年 05 月 31 日之前将费用汇至以下帐号，并将汇款凭证上传至报名网站。

收款单位：[北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司](#)

开户银行：[工商银行北京新街口支行](#)

帐号：[0200002909003212716](#)

五、结果处理

对未按《通知》要求参加能力验证，以及能力验证结果不合格的国家级检验检测机构，市场监管总局将依据《检验检测机构资质认定管理办法》等相关规定督促其进行整改和验证。

联系方式：

地 址：北京市海淀区学院南路 76 号

邮 编：100081

联系人：崔慧琴（报名及缴费）

电 话：010-62181165/8330/8871

联系人：朱生慧（项目咨询）

电 话：010-62185713

邮 箱：zsh@analysis.org.cn

网 址：<http://www.nil.org.cn>

北京中实国金国际实验室能力验证研究中心
北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
2024 年 04 月 07 日

附录 D 统计分析有关统计量的意义及其计算方法

对本次能力验证计划实验室的检测结果，按下式计算 z 比分值：

$$z=(x-X)/\sigma$$

式中： x -参加者结果；

X -指定值；

σ -能力评定标准差。

本次能力验证计划统计分析采用稳健（Robust）技术算法 A 统计，以稳健平均值作为指定值，并给出稳健平均值的标准不确定度。

1. 稳健平均值及其不确定度的计算

本次能力验证各子项目的测定结果，根据 GB/T 28043-2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》，对稳健平均值进行了统计计算，同时给出了能力验证结果的标准不确定度，供各实验室参考。

1) 稳健平均值 x^* 和稳健标准差 s^* 初始值的计算

有 p 个数，按从小到大顺序排列： $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$

用 x^* 和 s^* 代表稳健平均值和稳健标准差，计算 x^* 和 s^* 的初始值：

$$x^*=x_i \text{ 的中位值}(i=1, 2, \dots, p)$$

$$s^*=1.483|x_i - x^*| \text{ 的中位值 } (i=1, 2, \dots, p)$$

2) 对 x^* 和 s^* 的修正

计算 $\delta=1.5 s^*$

对于每个 $x_i (i=1, 2, \dots, p)$ 计算如下：

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{介于两者之间} \end{cases}$$

由下式计算 x^* 和 s^* 的新值：

$$x^* = \sum x_i^* / p$$

$$s^* = 1.134 \sqrt{\sum (x_i^* - x^*)^2 / (p-1)}$$

稳健平均值 x^* 和 s^* 也可通过迭代计算得出, 如, 用校正后的数据对 x^* 和 s^* 进行多次修正, 直到迭代后稳健标准差 s^* 和稳健平均值 x^* 的第三位有效数字没有变化为止。

3) 稳健平均值不确定度的计算

➤ 标准不确定度的计算

稳健平均值 x^* 是对中位值的修正, 如测试结果完全符合正态分布, 则 x^* 为测试结果的中位值; 其标准不确定度为:

$$u_x = 1.25 \times s^* / \sqrt{p}$$

式中:

s^* — 稳健标准差。

p — 实验室数

1.25 — 对 $p > 10$ 的正态分布, 中位值标准差与算术平均值标准差的比

➤ 扩展不确定度

当选择置信水平为95%时, 包含因子 $k=2$, 则: 扩展不确定度 $U=2u_x$

2. 能力验证计划涉及的其他统计量

依据CNAS GL002: 2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》, 本项能力验证涉及的其他统计量, 如: 结果总数, 最大值, 最小值和极差, 其含义如下:

- **结果总数**—— 在统计分析中某项测定结果的总数。
- **最大值**—— 一组结果中的最大值。
- **最小值**—— 一组结果中的最小值。
- **极差**—— 最大值减最小值。