

湖南省农业技术规程

HNZ063-2014

农产品质检机构标准物质管理规范

Management Practices for Reference Material in Agricultural
Products Quality Testing Organization

湖南省农业农村厅发布

发布日期：2014年12月31日

农产品质检机构标准物质管理规范

为规范湖南省各级农产品质检机构标准物质管理制定本规程。

1 适用范围

本规范适用于农产品质检机构用于检测工作的标准物质的管理，包括农（兽）药标准物质（溶液），重金属标准物质（溶液），土壤、生物成分标准物质（溶液）。

2 机构职责与人员分工

2.1 农产品质检机构要根据本规范要求建立适合本实验室标准物质管理的规章制度或者程序文件，防止标准物质在处置、运输、存储和使用过程中污染或损坏，确保标准物质的完整性，根据程序规定和日程对标准物质进行期间核查，以保证标准物质的准确可靠。

2.2 农产品质检机构需设立业务办公室、质量负责人，技术负责人，标准物质管理员、检测人员，明确各岗位对标准物质管理中的职责，履行到位。

2.3 质量负责人，负责审查各项计划及申购报告。

2.4 技术负责人负责标准物质的采购审批。

2.5 标准物质管理员负责标准物质的验收、保管、唯一性标识、发放、期间核查计划的制定等。

2.6 业务办公室负责标准物质采购。

2.7 检测人员负责标准物质的配制、标定，办理使用手续，并做好期间核查工作。

3 标准物质的采购与验收

3.1 标准物质的购买要根据实验室检测技术的需要由检测人员提出购置申请，由业务办公室整理上报质检机构负责人审批。

3.2 标准物质的购买必需选用有证标准物质。

3.3 应该收集有关标准物质生产和经销单位的资料，进行供应商的评价，评价包括：经营许可证、信誉、服务质量的评价，制订出标准物质供应商名录，经批准后予以购买。

3.4 标准物质管理员负责购买到货的标准物质的验收，验收项目包括：数量、标准值、品种、编号、包装、标识、有效证书、有效期，如装于安瓿瓶内的溶液，还可观察有无沉淀、变色、分层等异常现象。

3.5 至少进行下列三种标准物质检测结果评价中的一种：

3.5.1 新购与在用标准物质的比对，若误差在有效范围之内，则新购标准物质可以被批准投入使用。

3.5.2 直接按照证书给出的标准值与不确定度进行评价，该法仅限于单次测定或重复测定次数很少时的评价。

3.5.3 按照 En 公式进行评价, 若对标准样品进行了多次重复检测时, 可以先计算出检测结果的平均值和不确定度, 然后与证书上提供的标准值和不确定度进行比较, 以此来判定是否合格。

3.6 验收过程必须要有书面记录。

4 标准物质的保存

4.1 标准物质管理员负责标准物质的保存和发放。

4.2 应在干燥、清洁的专用房间存放标准物质, 房间环境要求避光、阴凉、通风良好、温度控制在 20-25℃、相对湿度 45-65%左右, 严防污染, 并予以明确标识, 由标准物质管理员负责保管。

4.3 应建立标准物质台帐, 编制一览表, 登记内容包括: 名称、规格、标准值、编号、不确定度、证书号(或标准号)、生产单位、有效期、数量及领用人等(参见附表一)。

4.4 在条件允许下, 实验室可根据 4.2 要求建立标准物质电子档案或者使用仓库管理软件进行标准物质仓储管理。

4.5 标准物质应根据证书或说明书上的存放条件和要求以及其自身特性, 放入冰箱、冰柜或橱柜, 进行分类保存, 标准物质一旦超过有效期必须立即清理, 并予以适当标识, 不得继续使用。

5 标准物质领用和使用

5.1 实验室检测人员根据业务办公室下达的检测任务, 提出标准物质使用申请, 经技术负责人批准后领用和使用标准物质, 领用、使用和归还都要求严格填写书面记录(参见附表二)。

5.2 标准物质使用原则包括:

5.2.1 标准物质的基质组成应与被测样品的基质相同或近似。

5.2.2 标准物质的浓度水平应与被测样品浓度相近。

5.2.3 标准物质的准确度应比被测样品预期的准确度高。

5.2.4 超过有效期或经过验证性质已发生变化的标准物质应不得使用。

5.3 标准物质的用途应仅限于下列内容, 不得挪作他用:

5.3.1 作为已知物质用于评价测定方法。

5.3.2 用于实验室质量控制, 可与样品同时测定。

5.3.3 在特定情况下作为工作标准使用或用于仲裁的依据。

5.4 标准溶液与标准滴定溶液的配制与标定

5.4.1 应按照 GB/T5009.1 和 GB/T601-2002 标准中有关测定方法和条款要求进行配制与标定。

5.4.2 对于购买的有标准值的标准溶液, 使用人员按检测要求进行稀释, 储存在标准溶液储备瓶中密封, 并按试剂或者药品的性质, 储存在冰箱或者冰柜中, 标准溶液储备瓶上要标明名称, 质量浓度, 有效期, 稀释用介质, 配制日期和配制人(参见附表三), 使用时, 应先

将储存液恢复至室温后，再配制标准储备（工作）溶液。

5.5 所得标准储备（工作）溶液有效期参考 GB/T27404-2008 《实验室质量控制规范 食品理化检测》中有关规定。

6 标准物质的期间核查

6.1 标准物质管理员制定本机构标准物质期间核查计划，经技术负责人批准后，由检测人员实施。质量负责人对参考标准和标准物质的期间核查频次，方式，核查报告等进行严格的管理，确保其校准状态的置信度，防止使用不符合技术规范要求的标准物质，以规避检测风险，保证检测质量。

6.2 期间核查内容应该包括对标准物质有效期、保存情况、使用情况、有效含量等方面的检查和测试。

6.3 各级农产品质检机构可以根据实际情况，对标准物质有效含量选择下列方法中的一种或多种进行期间核查：

6.3.1 比对方法，新购置的标准物质与正在使用的标准物质进行比对，以确定是否存在差异，是否在误差范围之内，以此来对标准物质进行控制，也可以与其它实验室进行比对。

6.3.2 送标准物质制作单位鉴定，在必要情况下，实验室可将标准物质送至制作单位鉴定。

6.3.3 测试样品，测试近期参加能力验证结果满意的样品，检测有足够稳定度的不确定度与被核查对象相接近的实验室质量控制样品。

6.3.4 化学分析标准物质可采用质控图、正态分布曲线对其进行期间核查，这一方法核查，收集 20 个以上的检测数据，按质控图理论、正态分布理论绘制曲线，以及判定原则识别标准物质是否有效及使用风险水平。

7 标准物质的处理

7.1 使用标准物质后，应按证书规定的方法与要求保存、处理，不得随意处置，以免造成该标准物质的变质、量值变化、污染和损坏，确保其完整性。

7.2 经期间核查或者使用过程中发现异常的标准物质，包括超过有效期、有效期内受到了污染、变质或泄漏，都应将其认定为失效。

7.3 失效的标准物质必须隔离存放，加贴醒目标识予以区别。一次性的标准物质应尽快进入废弃处理程序，可重复使用的标准物质应采取措施尽快恢复其原本状态，若不能恢复，也应废弃处理。

7.4 废弃处理程序因标准物质的种类性质而异。对于一次性使用的消耗性标准物质，可以直接按照化学试剂的废弃处理方法进行，有毒有害的标准物质应采取适当措施妥善处理。

8 标准物质档案管理

标准物质管理过程中所涉及的申请、批复、书面记录、表格档案必须严格如实填写，每年由业务办公室归档保存，确保溯源。

9 技术术语

SI 国际单位制

En 公式 $En = (\chi_i - \chi_{ref}) / \sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}$ ，其中 χ_i 为测量值， χ_{ref} 为标准物质证书标值， U 为不确定度， $|En| < 1$ 时，结果满意。

10 引用和参考资料

- GB/T 27025-2008 检测和校准实验室能力的通用要求
- CNAS/CL01: 2006 检测和校准实验室能力认可准则
- GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测
- GB/T 5009.1-2003 食品卫生检验方法 理化部分 总则
- GB/T 601-2002 标准溶液配制与标定
- 《国家药品标准物质管理办法》
- 《国家药品标准物质技术规范》

编写单位：长沙市农产品质量监测中心

编写人员：吴景、易泽夫、刘宇、杨博文、贾来

附表一

湖南省农产品质检机构标准物质管理一览表

| 编号 | 名称 | 规格 | 标准值 | 不确定度 | 证书号 | 生产单位 | 有效期限 | 数量 | 验收人 | 领用人 | 期间核查 | | | | |
|----|----|----|-----|------|-----|------|------|----|-----|-----|------|-----|-----|-------|------|
| | | | | | | | | | | | 日期 | 实施人 | 有效期 | 保存与使用 | 有效含量 |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | |

附表二

湖南省农产品质检机构标准物质储备液（工作液）配制记录单

| | | | | | |
|--------|--|--------|-----|--------------|--|
| 标准物质名称 | | 配制体积 | | 配制浓度 | |
| 证书编号 | | 生产商 | | 标准值及 不确定度 | |
| 使用溶剂 | | 配制地点 | | 温、湿度 | |
| 电子天平 | | 其他剂量器具 | | | |
| 配制日期 | 年 月 日 | | 有效期 | 年 月 日 | |
| 配制类型 | 配制过程 | | | | |
| 储备液配制 | 称(吸)取 _____g(mL)标准物质, 放入 _____mL 小烧杯中加入_____适 量溶解, 再用 _____定容至_____ mL, 摇匀, 配制浓度为 _____的 储备液。 | | | | |
| 工作液配制 | ①浓度_____ : 取_____mL 浓度为_____ 的溶液 至 _____ mL 容量瓶, 用 _____溶剂定容, 摇匀; ②浓度_____ : 取_____mL 浓度为_____ 的溶液 至 _____ mL 容量瓶, 用 _____溶剂定容, 摇匀; ③浓度_____ : 取_____mL 浓度为_____ 的溶液 至 _____ mL 容量瓶, 用 _____溶剂定容, 摇匀; ④浓度_____ : 取_____mL 浓度为_____ 的溶液 至 _____ mL 容量瓶, 用 _____溶剂定容, 摇匀; ⑤浓度_____ : 取_____mL 浓度为_____ 的溶液 至 _____ mL 容量瓶, 用 _____溶剂定容, 摇匀。 | | | | |
| 备注 | | | | | |

配置人:

审核人:

附表三

湖南省农产品质检机构标准物质储备液（工作液）标签

| | | | |
|-----|--|------|--|
| 名称 | | 质量浓度 | |
| | | 介 质 | |
| 有效期 | | 配制日期 | |
| 配制人 | | | |