

标准品的分级、配制及期间核查

公司：安谱瑾世
主讲：王迪琼



中国领先的实验用品供应链管理服务商
Leading Laboratory Consumable SCM Service Provider from P.R.C.

公司介绍

📍 总部位于上海市松江区

📍 销售中心位于上海闵行

📍 全国多地设有办事处

🌐 销售网络遍布全球

1997年

公司于1997年成立

700+

员工数量

10000+

长期稳定客户

盈利能力快速增长



- 2025年营业收入7亿元+
- 多年保持稳健增长
- 证券代码832021

最完整的产品线和研发实力



- 100万+种产品 (SKU)
- 近万种现货供应
- 多领域领先的研发与生产能力，为行业标杆

几大自有品牌



Anpel

Anpel-Trace

E-GEN

Go-Trace

核心产品：色谱、质谱、光谱分析耗材
服务：全方位的解决方案，实验室一站式采购

瞄准市场热点解决民生痛点

紧跟行业新规满足客户需求

食物中的致命杀手
--米酵菌酸检测方案

婴幼儿食品安全
--氯丙醇酯检测方案

又见“瘦肉精”
--β-激动剂和α2-激动剂
检测方案

气相色谱柱
及相关耗材

实验室
通用仪器

样品前处理

移液管

移液枪

标准品

样品瓶

化学试剂

上机检测

色谱柱

标准品

容量瓶

多管漩涡混合器

分液漏斗

氮吹仪

针式滤器

小型仪器

液相色谱柱
及相关耗材

实验室
通用耗材

化学试剂

2020版药典
中药2341通则

GB 50325
室内环境污染
控制标准

GB 31650
食品中兽药最大
残留限量

上海安谱瑞世标准技术服务有限公司

www.anpel.com.cn

021-54890099

通过关键词快速了解安谱瑞世

- 标准物质/标准样品的源头厂家
- 食品、环境、医药、化工、半导体...
- SKU 4万+ (应有尽有)
- 追求量值准确 (定量核磁)
- 帮助实验室降本增效
- 定制 (纯品, 混标, 基质标样, 滴定溶液, 元素)
- ISO 17034 + ISO 17043 + ISO 9001

已获得国家标准物质的种类

- ☐ 国家一级纯度标准物质
- ☐ 国家二级纯度标准物质
- ☐ 国家二级有机溶液标准物质
- ☐ 国家二级滴定溶液标准物质
- ☐ 国家二级元素溶液标准物质

覆盖领域：化工、环境、临床与药品、食品

安谱瑞世的资质

安谱瑞世于2021年2月1日顺利通过了中国合格评定国家认可委员会 (CNAS) 标准物质/标准样品生产者认可, 符合ISO17034《标准物质/标准样品生产者能力的通用要求》(CNAS CL04《标准物质标准样品生产者能力认可准则》), 注册号: CNAS RW0021。2021年4月18日通过ISO9001-2015质量管理体系认证。



上海安谱瑞世标准技术服务有限公司

www.anpel.com.cn

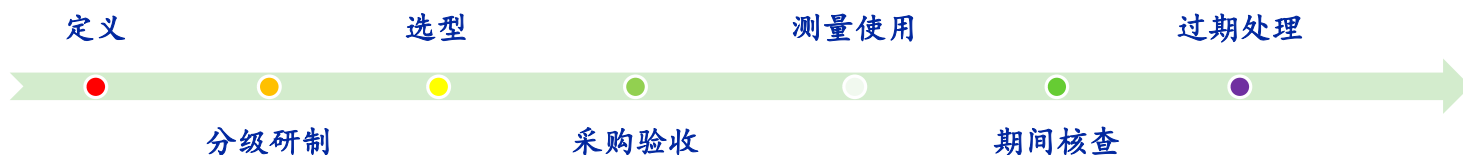
021-54890099



累积投入了3000多万元配置多种仪器设备，可实现标准物质全产业链自研能力，如：400M核磁、高分辨质谱、TGA、DSC、GC-MS、LC-MS、ICP-MS、GC-FID/ECD、HPLC-DAD/CAD/IR/FLD、顶空气相、电位分析仪、水分测定仪、红外、拉曼、紫外可见分光光度计、百万分之一天平、安瓿瓶自动分装机、大型冻干机、三维混合机等化生产设备等

标准品的生命周期

标准品是一种计量器具（测量仪器），肩负着测量数据准确性的使命





定义



CONTENT

目录

- 01 标准品的分级管理要点和选择要求
- 02 标准品称量配制常见问题
- 03 标准品的期间核查

CONTENT

目录

- 01 标准品的分级管理要点和选择要求
- 02 标准品称量配制常见问题
- 03 标准品的期间核查

标准物质定义

具有一种或多种规定特性**足够均匀且稳定的材料**，已被确定其符合测量过程的**预期用途**。

- 注1：标准物质/标准样品是一个通用术语。
- 注2：特性可以是定量的或定性的（例如：物质或物种的特征属性）。
- 注3：用途可包括测量系统的校准、测量程序的评估、给其他材料赋值和质量控制。
- 注4：ISO/IEC指南99：2007【5.13】有类似的定义，但限定“测量”术语仅用于定量的值。然而，ISO/IEC指南99：2007【5.13】的注3中明确包括定性特性，称作“名义特性”。

CNAS CL04 《标准物质/标准样品生产者能力认可（ISO 17034）》



- 检测实验室大量在使用分析标准品甚至试剂，30%以上定值不准确现象。
标准物质不仅仅是消耗品，更是计量产品，应严格遵守《计量法》、《标准物质管理办法》、《国家标准样品管理办法》、《ISO 17034》等规范
- 高端的纯度标准物质大量来源于国外。
纯度标准物质是检测分析的溯源链顶端

根据定值准确度，以定值方案作为分类依据



CRM	双法定值	特性值可溯源至SI	被权威机构认可
赋值RM	双法定值	特性值可溯源至SI	企业自主声明
分析标准品	单法定值	仅器具具有溯源性	企业自主声明

参考资料：JJF 1855-2020 纯度标准物质定值计量技术规范 有机物纯度标准物质

7种定值方法：

质量平衡法 定量核磁法 热分析法 库仑法、滴定法、密度法、分光光谱法（外标校正法）

类型	原理	应用范围	缺陷
质量平衡法	纯度= (M _总 -M _杂) / M _总 *100%	理想情况适用于所有杂质都已知且均能准确的完成定量分析；	1、杂质与主成分响应因子可能不同； 2、杂质不一定能检出（未分离/检出限较低）。
热分析法	根据物质的熔点与纯度的关系，基于范特霍夫方程计算物质纯度。	理想情况是有机物能熔融且在融化过程无任何副反应或者晶型的转变。	1、仅适用于熔点较低且纯度较高的化合物。 2、主物质与杂质的摩尔质量不可能一致。
库伦法	根据化合物消耗的电量进行定量分析	理想情况是测量物的电化学反应能严格按照反应式进行，且无任何副反应。	1、电流效率不可控 2、化学反应效率不可控
滴定法	根据已知浓度的标准滴定液消耗量计算被测物浓度，进而获得纯度。	理想情况是被测物是唯一可被完全滴定的成分，且无任何副反应。	1、杂质种类不可控 2、化学反应效率不可控
密度法	根据密度表格，查到密度与纯度的关系，得到物质纯度。	理想情况是杂质已知且物质密度收到主要杂质的显著影响。	应用范围较小
分子光谱法 (外标校正法)	根据同类物质校准得到有机物纯度，一般与色谱法联用。	基于紫外、可见光、红外、拉曼等分子光谱，通过同类校准物质用比较法确定待测物纯度。	1、杂质与主物质完全分离，信号由主物质产生。 2、需要找到类似的可溯源至SI单位的校准物质。
定量核磁法	根据核磁共振谱图中积分面积与产生信号的原子核数之间的正比关系计算纯度。	理想情况待测物含有H、F、P等可以产生定量核磁信号的原子，且主峰与杂质峰、内/外标峰不重合。	1、内/外标要求较高； 2、仪器、仪器维护和氘代试剂昂贵；

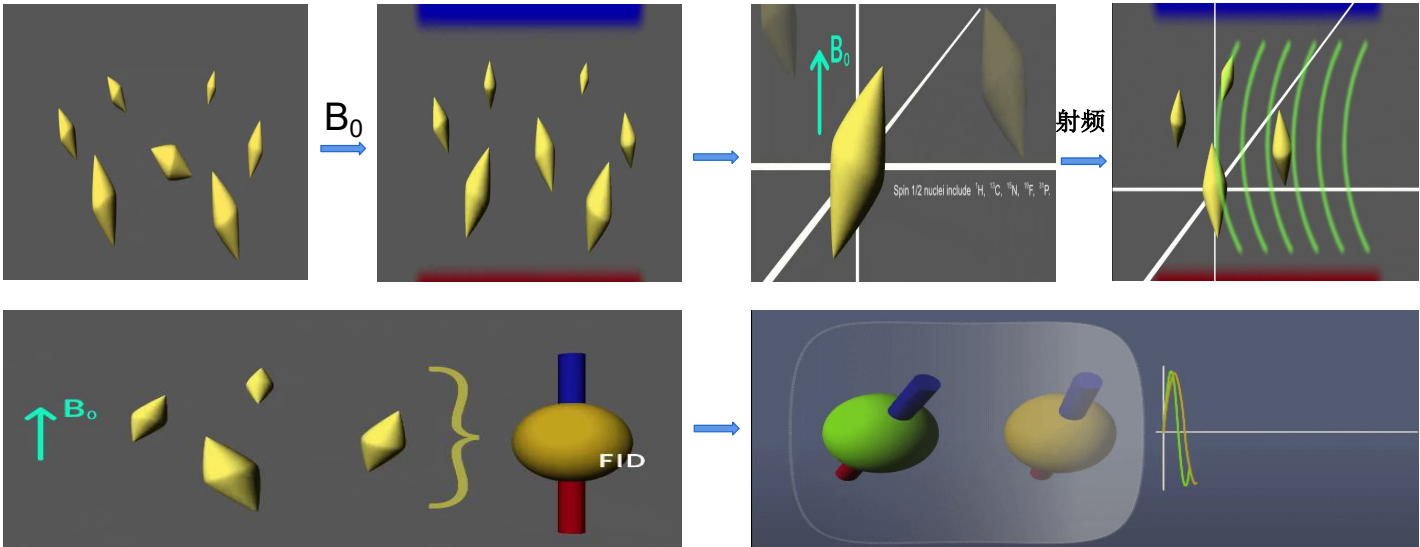


定量核磁基本原理



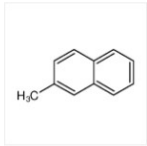
核磁原理：在外磁场作用下，用一定波长10cm~100m的电磁波照射分子，分子中某种原子核吸收一定频率的射频，发生原子核的自旋能级跃迁产生共振信号，即核磁共振（NMR）

定量核磁原理：通过加入准确量的内标，可通过共振信号的比值计算目标含量

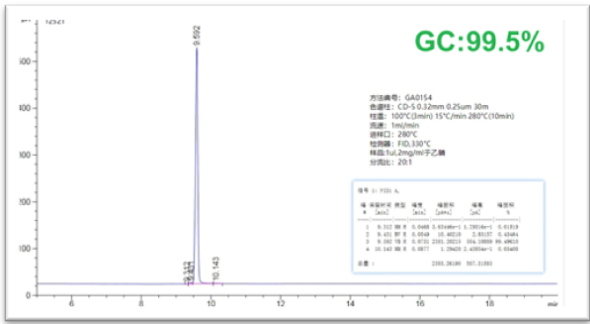


分析标准品

2-甲基萘



CAS号:
91-57-6
分子式:
C₁₁H₁₀

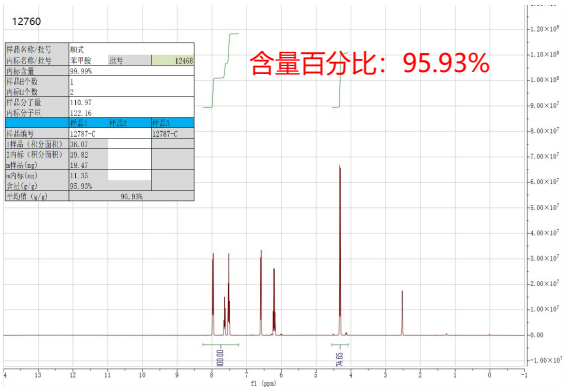
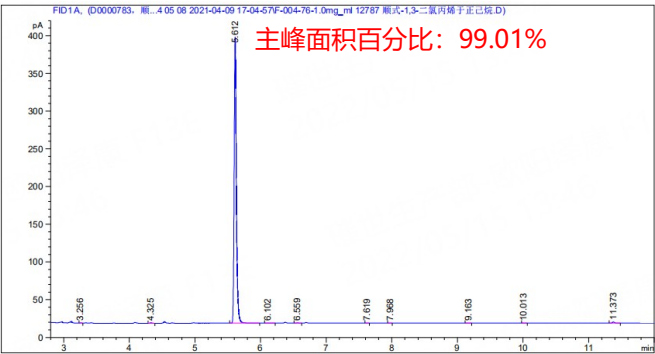


+ 水分: 0.09% (库伦)

$(1 - \text{水分}\%) \times \text{GC Area}\% = (1 - 0.09\%) \times 99.5\% = 99.4\%$

单法定值的缺陷

顺式-1,3-二氯丙烯的双法定值结果



面积归一化法

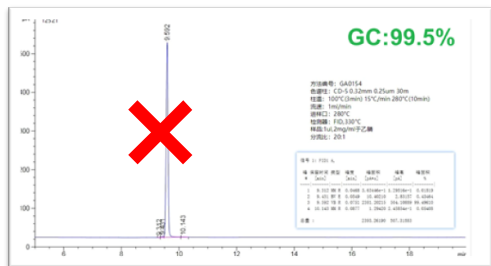
核磁共振法

面积归一化法: 主成分纯度=主物质峰面积/ (主物质+所有出峰杂质的峰面积) *100%

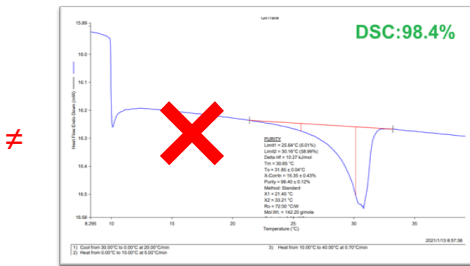
该案例表明: 单法定值存在不准确的风险

标准品的分级管理要点和选择要求

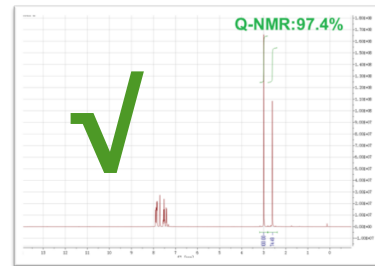
赋值RM



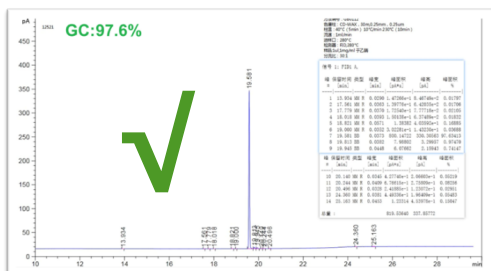
对GC方法进行优化，判断是否有未分离杂质



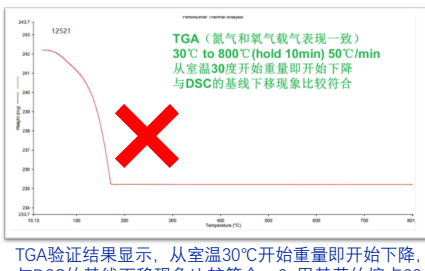
有锯齿状，且基线下降；尝试TGA判断其热降解情况



积分峰非常干净，重现性好，可信度大



色谱柱由CD-5更换为CD-WAX柱，杂质得到比较好的分离，证明之前的GC方法不适用



TGA验证结果显示，从室温30°C开始重量即开始下降，与DSC的基线下移现象比较符合。2-甲基萘的熔点33-34°C，说明该产品对温度比较敏感，不适合DSC纯度测试。

RM级别2-甲基萘最终定值方法为GC (97.6%) 和Q-NMR (97.4%) 两种不同原理定值

该案例进一步证明，单法的准确度无法清晰的证明，需要用不同原理的方法相互佐证才能得到较为准确的结果。如果单独方法定值，只能作为分析标准品并承担不准确的风险。

标准品的分级管理要点和选择要求

CRM

权威机构：
国家市场监督管理总局
颁发国家二级标准物质定级证书

有证标准物质/标准样品 (certified reference material)

采用计量学上有效程序测定的一种或多种规定特性的标准物质/标准样品，并附有证书提供规定特性值及其不确定度和计量溯源性的陈述。

定义来源：ISO 17034

被权威机构证明，符合ISO 17034系列要求或符合ISO guide 35要求的赋值特性值的RM (定值符合计量学有效程序)

NCRM 国家市场监督管理总局批准
GBW(E) 062544

标准物质证书
二甲基砷纯度标准物质
Methyl sulfone

产品编号：CDAA-GBW(E) 062544
批号：E2500013
定值日期：2018.10
有效期至：2020.11

研制(生产)单位：上海安谱实验科技股份有限公司
地址：上海市松江区叶榭镇叶张路59号
电话：021-54890099 邮箱：shanel@anpel.com.cn 版本号：2.0
传真：021-54248311 官网：http://www.anpel.com.cn

一、概述

本标准物质主要用于实验室测量、分析仪器校准/校准、分析方法确认评价等领域。

二、原料来源和制备工艺

本标准物质原料是通过定制相应纯品，根据其物理和化学性质、稳定性和初步分析满足要求后，进行分装。分子式：C₂H₆OS，CAS号：67-71-0。

三、特性值和不确定度

名称	特性值 (%)	扩展不确定度 (%) (k=2)
二甲基砷纯度标准物质	99.9	0.5

标准值的不确定度主要由主体纯度定值结果和均匀性、稳定性等引入的不确定度分量合成。

四、均匀性和稳定性检验

参照国家《一级标准物质》技术规范，随机抽取分装后的样品，采用气相色谱法对纯度进行均匀性和稳定性检验。结果表明该标准物质的均匀性和稳定性良好。

经标准物质稳定性跟踪考察，有效期为自定值日期起25个月，研制单位将继续监测该标准物质的稳定性，有效期内如发生量值变化，将及时通知用户。

五、特性量值的测量方法

本标准物质原料主成分经气相色谱-质谱联用、红外光谱和定量核磁共振分析，采用定值核磁和气相色谱-面积归一化法对标准物质的纯度进行赋值。水分、挥发性杂质和不挥发性杂质采用卡尔费休、库伦法、气相色谱顶空进样法和高温灼烧法进行测定。

六、溯源性描述

本标准物质研制过程中通过满足计量学特性要求的测量方法和计量器具，保证其量值溯源性。

七、包装和使用说明

本标准物质最小取量为10mg，样品开封后，应尽快恢复至密封状态，在规定时间内保存。本标准物质属于有毒有害物质，使用时应注意采用手套、口罩、防护镜等防护措施，避免吸入或与皮肤接触。

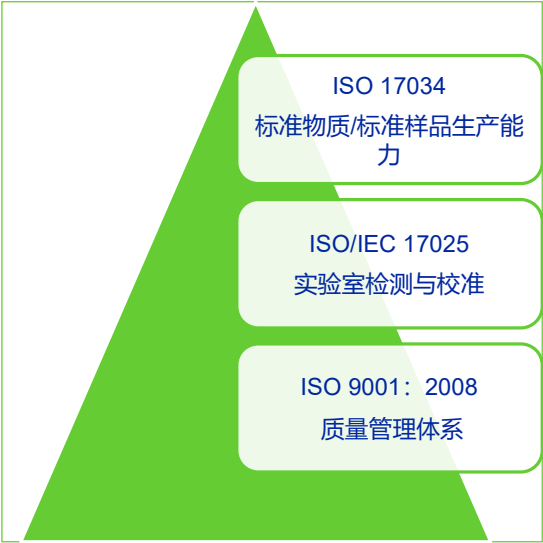
八、运输和储存

本标准物质经短期运输稳定性测试，特性值稳定，快速过程中环境温度可能会有变化，若快速时间未超过两周，此种情况下可放心使用。

由于温度变化可能引起标准物质纯度的微小变化，本标准物质应长期保存在10~30℃环境下。

技术负责人：[Signature]

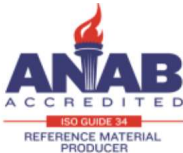
生厂商资质



GBW、GSB



中国认可
标准物质/标准样品
REFERENCE MATERIAL
CNAS RM0021



ISO Guide 34 Accredited
Reference Material Producer
Cert. No. 3031.02

取得ISO 17034或者GBW/GSB，证明该公司拥有生产标准品的能力，但并不意味着该公司的所有产品都是CRM，要看具体产品是否在体系下运行，是否符合要求，选择厂商尽量选择有类似资质的厂家。

“

如何通过证书判断标准物质级别？

”

国内的CRM产品证书识别

国外的CRM产品证书识别

NCRM 国家市场监督管理总局批准
(GBW(E)083862)

标准物质证书
甲醇中吡虫啉溶液标准物质
Imidacloprid

产品编号: CDA-GBW(E)083862
批号: H1150250
定值日期: 2020.05.14
有效期至: 2023.01.13

研制(生产)单位: 上海安谱实验科技股份有限公司
地址: 上海市松江区叶榭镇叶合路99号
电话: 021-54890099 邮箱: shanpel@anpel.com.cn 版本号: Z1
传真: 021-54248311 官网: http://www.anpel.com.cn

一、概述
本标准物质主要用于环境、食品、农业等领域农药残留的检测,及实验室测量、分析仪器验证/校准、分析方法确认与评价。

二、原料来源和制备工艺
本标准物质原料为高纯度的吡虫啉标准物质,以 LC-MS 提纯为溶剂,采用重量-容量法准确配制而成。经充分混合至 2ml 棕色安瓿瓶中,分子式 $C_{10}H_{11}ClN_2O_3$, CAS 号 138201-41-3。

三、特性值和不确定度

名称	特性值 (mg/L)	扩展不确定度 (mg/L) (k=2)
吡虫啉在甲醇溶液	100	2

标准物质的不确定度主要来源于原料纯度、称量、定容及均匀性、稳定性等引入的不确定度分量。

四、均匀性和稳定性检验
参照国家《一级标准物质》技术要求,随机抽取分装后的样品,采用液相色谱法对该液进行均匀性和稳定性检验,结果表明该标准物质的均匀性和稳定性良好。
经标准物质稳定性跟踪考察,在有效期内自定值日期起 32 个月,该标准物质将继续保持标准物质的稳定性,有效期内如发生量值变化,将及时通知用户。

五、特性值的测定方法
本标准物质采用重量-容量法,以配制值作为标准值,同时采用高效液相色谱法-二极管阵列检测器 (HPLC-DAD) 对本标准物质与质量控制的对照样品进行比对,仪器配制值。

六、溯源性描述
本标准物质研制过程中通过使用满足计量学特性要求的测量方法和计量器具,保证其量值溯源性。

七、包装和使用说明
本标准物质采用 2ml 棕色安瓿瓶包装,每瓶不少于 1ml。
本标准物质开封后应立即复盖至室温,并充分摇匀,开封后应立即使用,不可再次密封后作为标准物质使用。

八、运输和储存
本标准物质经短期运输稳定性测试,特性值稳定,快速过程中随食包装中的冰袋可能会失效,若快速时间未超过二周,此种情况下可安心使用。
由于温度变化可能引起标准物质浓度的变化,本标准物质应长期保存在温度 $-20 \pm 3^\circ\text{C}$ 的环境中。

技术负责人:

Supelco www.sigmaaldrich.com
Document 20200808-Ver 2.0

Certificate of Analysis - Certified Reference Material
Linolenic Acid Methyl Ester Isomer Mix

Product no.: CRM47792
Lot no.: LRAD6472
Expiry Date: February 2027
Manufacturing Date: February 2024
Storage: FREEZER (-25°C to -10°C)
Solvent/Matrix: DICHLOROMETHANE
Certificate version: LRAD6472.01 (Note: Certificates may be updated due to the availability of new data. Check our website at: www.sigmaaldrich.com for the most current version.)

Certified Values:

Analyte	Certified Value	Units	Purity %	Raw Material Lot
LINOLENIC ACID METHYL ESTER ISOMER MIX	9960 ± 284	µg/mL	100.0	SLCN2047

CAS # NA

ASSAY Method
METHOD: GC (In House CRM47792.M)
Column: SP-2560, 100 m x 0.25 mm I.D., 0.2 µm film thickness
Carrier Gas: He Flow Rate: 1.8 mL/min
Inlet Temperature: 180 °C Injection Volume: 0.5 µL
Injection Mode: Split, Split Ratio: 50:1
Temperature Program: 150 °C (Hold 1 min) @ 30 °C/min to 200 °C (Hold 21 min)
Detector: MSD, Mode: F5 mode (m/z 40-400), Scan Rate: 4 scans/sec, Solvent delay: 10 min
Temperature: Transfer line: 200 °C, Ion Source: 230 °C, and Quadrupole: 150 °C

Sigma-Aldrich LLC, 2801 Golden Springs Rd., Laramie, WY 82070, USA;
Tel: 1-800-742-3422 Fax: 1-888-851-0212; www.sigmaaldrich.com
Sigma-Aldrich LLC is a subsidiary of Sigma-Aldrich, Darmstadt, Germany.

Certificate Page 1 of 3

GOTRAC

本证书编号通过了 ISO 17025:2017 认证 (证书号: CNAS 16001-2018) (证书有效期至: 2021-03-29)

标准物质证
沙美特罗
Salmeterol

产品编号: CDA-RM-00004972
产品批号: 2202946
产品规格: 10mg
储存条件: 避光, 常温

CAS号: 89385-50-4
分子式: $C_{23}H_{35}NO_6$
分子量: 415.57
性状: 白色至类白色固体

检测项目 **标准值 (g/g)** **不确定度 (g/g)**

HPLC Area%	99.85%	0.5%
水分 (LOREAP)		
QNMR	99.39%	

定值日期: 2021-03-29
有效期至: 2025-03-28

定值方法: 采用重量法和经 HPLC 和 QNMR 两种不同原理方法定值。
本产品的不确定度由 HPLC 和 QNMR 两种不同原理方法定值。
通过国家计量院计量学特性要求的测量方法和计量器具, 所测定的天平称量经过计量校准, 保证溯源性。

赋值及溯源性说明

注意:
1. 本产品仅用于实验室测量、分析仪器验证/校准、分析方法确认与评价等用途。
2. 开封后请立即使用并及时密封保存。应严格按照证书要求的储存条件进行长期保存, 若多次开封使用发现样品量或量值明显变化, 建议采用期间核查对该产品进行评价。

质量负责人:

上海安谱瑞世标准技术服务有限公司 www.anpel.com.cn Tel: +86-021-57800875 info@anpel-trace.com
共 2 页, 第 1 页 版本号: 1/1

GOTRAC

HPLC Area%

QNMR

有效赋值方法
定量核磁+质量平衡法

上海安谱瑞世标准技术服务有限公司 www.anpel.com.cn Tel: +86-021-57800875 info@anpel-trace.com
共 2 页, 第 2 页 版本号: 1/1

WITEGA
Laboratorien
Berlin - Adlershof GmbH

WITEGA Laboratorien Berlin - Adlershof GmbH
Magnusstrasse 11, 12489 Berlin, Germany

Data Sheet

Name: AOZ
Batch: 080215
Formula:

Chemical Name: 3-Amino-oxazolidin-2-one
CAS Reg. Nr.: 80-65-9
Molecular Formula: $C_3H_4N_2O_2$
Molecular Weight: 102.09 g/mole

Melting Point: 68-69°C
Melting Point (Lit.): 66-71°C
 ^1H NMR: 500 MHz, DMSO- d_6 : δ = 3.54 (m, 2H), 4.18 (m, 2H), 4.51 (s, 2H) ppm

HPLC:
Column Type: LiChrospher 100 RP-18, 250 $\times$ 4 mm, 5 μ m
Solvent: MeOH/water = 70 : 30
Detection Wavelength: 210 nm
Detection Time: 2.52 min

Elemental Analysis:

	calc.	found
C:	35.29 %	35.51 %
H:	5.93 %	5.74 %
N:	27.44 %	27.18 %

The substance corresponds to the physical data from the literature. According to HPLC the purity is > 99%.

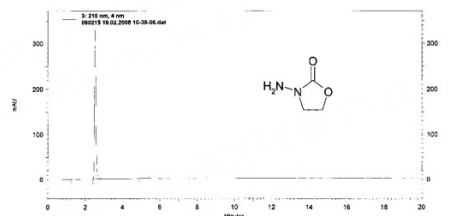
Dr. A. Rolfs
Head of Laboratory

无不确定度
纯度确定方法为面积归一化法，没有水分、灰分、溶剂残留等杂质的确认，没有第二法确认，此方法不符合计量程序，只能作为参考值，用户使用时参照附页的面积百分比59.28%

Witega Laboratorien GmbH

Data File: D:\HPLC_Daten\Listenprodukte\Date\AOZ080215 19.02.2008 10-38-06.dat
Method: D:\HPLC_Daten\Verträge\Method\Wasser-MeOH 30-70_0.8ml.meth
Acquired: 19.02.2008 10:38:33
Printed: 19.02.2008 11:04:16
Sample ID: 080215
Column: LiChroCart LiChrospher 100 RP-18, 250-4mm
Flow rate: 0.8 ml/min
Temperature: 25°C

Mobile Phase: 30% water 70% MeOH



3: 210 nm, 4 nm

Retention Time	Height	Height Percent	Area	Area %
1.313	714	0.054	2662	0.04
2.520	1316380	99.750	7032976	99.28
5.080	2587	0.196	48110	0.68

Geschäftsführer: Carla Dietz
Telefon: +49(0)30-6392-2001
Telefax: +49(0)30-6392-2007
E-Mail: witega@witega.de

Bankverbindung:
Deutsche Bank AG
Konto-Nr. 9 142 140
BLZ 110 700 10

Fachregister:
AG Charlottenburg
HRA 20 123

Finanzamt für
Körperschaften II
Steuern 13376901/5487
USt-Id-Nr. DE 160940879

DGC-zertifiziert nach
DIN EN ISO 9001:2000
Reg.-Nr. 102267 JMO

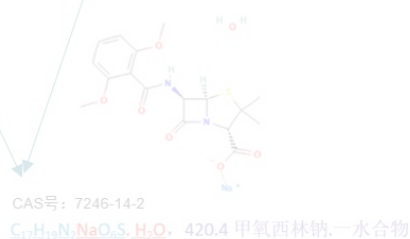
标准品的分级管理要点和选择要求

完全按照国标要求的标准物质名称或CAS号选型？

GB 31656.12-2021 食品安全国家标准 水产品中青霉素类药物多残留的测定 液相色谱-串联质谱法

表 A.1 11 种青霉素类药物的英文名称、分子式和 CAS 号

化合物	英文名称	分子式	CAS 号
阿莫西林	Amoxicillin	$C_{16}H_{19}N_5O_4S$	26787-78-0
氨苄西林	Ampicillin	$C_{16}H_{19}N_5O_4S$	69-53-4
青霉素 G	Penicillin G	$C_{16}H_{18}N_4O_4S$	61-33-6
青霉素 V	Penicillin V	$C_{16}H_{18}N_4O_4S$	87-08-1
苯唑西林	Oxacillin	$C_{19}H_{19}N_3O_4S$	66-79-5
氯唑西林	Cloxacillin	$C_{19}H_{18}ClN_3O_4S$	61-72-3
双氯西林	Dicloxacillin	$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_4S$	3116-76-5
萘夫西林	Nafcillin	$C_{21}H_{22}N_2O_4S$	147-52-4
哌拉西林	Piperacillin	$C_{23}H_{29}N_5O_4S$	61477-96-1
阿洛西林	Azlocillin	$C_{20}H_{24}N_4O_4S$	37091-66-0
甲氧西林	Methicillin	$C_{17}H_{17}N_5NaO_4S$	7246-14-2



标准物质的选择-有效成分多形式选择

同一个主体结构，其盐，水合物，异构体等以不同CAS号表述，单独使用CAS号搜索会错过最佳选择，可根据主体结构进行选择。

国标	主体结构举例	国标推荐	建议
GB 31656.2-2021 食品安全国家标准 水产品中泰乐菌素残留量的测定 高效液相色谱法	泰乐菌素 1401-69-0	酒石酸泰乐菌素 74610-55-2	亦可选择 磷酸泰乐菌素 1405-53-4
GB 31656.3-2021 食品安全国家标准 水产品中诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、噻啉酸、氟甲喹残留量的测定 高效液相色谱法	环丙沙星 85721-33-1	环丙沙星 85721-33-1	环丙沙星盐酸盐 93107-08-5 环丙沙星盐酸盐一水合物 86393-32-0 乳酸环丙沙星 97867-33-9
GB 31656.4-2021 食品安全国家标准 水产品中氯丙噻残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法	氯丙噻 50-53-3	盐酸氯丙噻 69-09-0	盐酸氯丙噻 较 氯丙噻更易获取
GB 31656.12-2021 食品安全国家标准 水产品中青霉素类药物多残留的测定 液相色谱 - 串联质谱法	青霉素G 61-33-6	青霉素G 61-33-6	青霉素G钠盐 69-57-8 青霉素G钾盐 113-98-4
	甲氧西林 61-32-5	甲氧西林钠一水合物 7246-14-2	甲氧西林钠 132-92-3

标准物质的选择-有效成分多形式换算

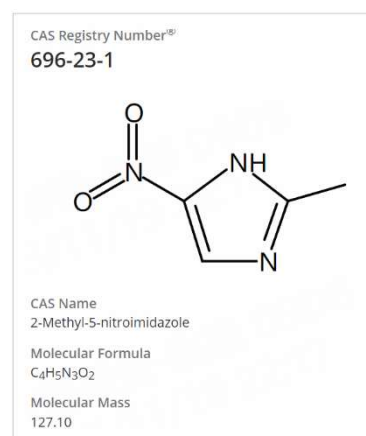
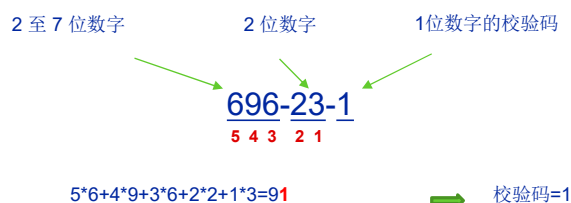
选择盐或水合物作为标准物质，应严格进行主体结构与其盐形式的含量换算

国标	主体结构举例	国标推荐标准物质	国标推荐称样量
GB 31656.2-2021 食品安全国家标准 水产品中泰乐菌素残留量的测定 高效液相色谱法	泰乐菌素 1401-69-0 M: 916.1	酒石酸泰乐菌素 74610-55-2 M: 1066.19	储备液 (100 ug/ml: 取酒石酸泰乐菌素约10mg,定容于100ml) 建议修正为 11.6 mg
GB 31656.4-2021 食品安全国家标准 水产品中氯丙噻残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法	氯丙噻 50-53-3 M: 318.86	盐酸氯丙噻 69-09-0 M: 355.33	储备液 (100 ug/ml: 取盐酸氯丙噻约11mg,定容于100ml) 国标以折算, 可直接套用
GB 31656.11-2021%20食品安全国家标准 水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定	土霉素 79-57-2 M: 460.43	盐酸土霉素 2058-46-0 M: 496.89	储备液 (100 ug/ml: 取盐酸土霉素约10mg,定容于100ml) 建议修正为 10.8 mg

标准物质的选择-CAS概念

CAS: Chemical Abstracts Service《化学文摘社》是美国化学学会的一个部门, 开发了CAS Registry (CAS登记), 试图让每一种独特的物质都有一个独特的 CAS 登记号

CAS 登记号*最多包含 10 位数字, 用连字符分成 3 个部分。
校验码按以下标准算法开发, 用来查看您的 CAS 登记号是否为有效号码。



参考: <https://www.cas.org/zh-hans/support/documentation/chemical-substances/checkdig>

上海安谱瑞世标准技术服务有限公司

www.anpel.com.cn

021-54890099

CONTENT

目录

- 01 标准品的分级管理要点和选择要求
- 02 标准品称量配置常见问题
- 03 标准品的期间核查

标准品称量配置常见问题

-  小规格标准品称量不准确
-  挥发性样品怎么称量
-  标准曲线稀释线性不好
-  易氧化、易吸湿物质配制重复性差
-  混标怎么配制？

标准品称量配置常见问题

● 小规格标准品称量

假设实验需要配制 100mg/L 的地美硝唑-[D3]，所用标准品为 CDAA-580017D3-10mg，如何进行准确配制？



差量法：记录配制前标准品瓶的重量，加溶剂将标准品全部转移出来，记录配制标准品瓶的剩余重量，两者差值即为标准品称样量，根据样品量，添加一定溶剂。

注意：一般标准品的规格，如 10mg 为理论样品量（不同瓶间会有差异，一般装样量会在是 $10.5 \pm 0.5\text{mg}$ ），准确配制时，**不能直接以规格作为称样量！**

● 配制准备

- ✓ 防护装备：护目镜、口罩、手套、实验服；
- ✓ 设备：高精度天平（十万分之一或百万分之一）；
- ✓ 称量用具：样品瓶或容量瓶、巴斯德吸管&进样小瓶；
- ✓ 物料准备：标准品、溶剂；
- ✓ 氮吹相关：氮气钢瓶、乙醇、棉球或小块无纺布；
- ✓ 原始记录：配制记录、样品标签；
- ✓ 环境条件确认；

称量配制前准备工作

差量法配制

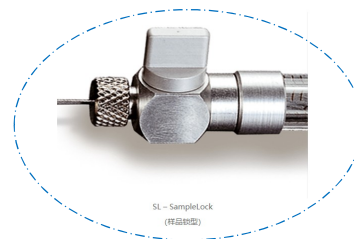
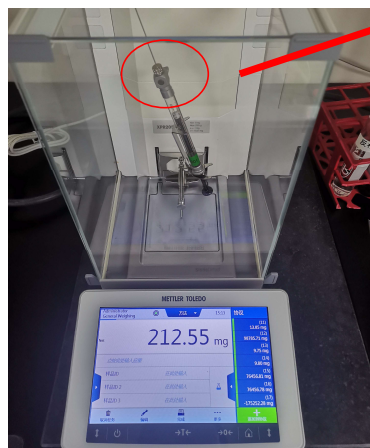
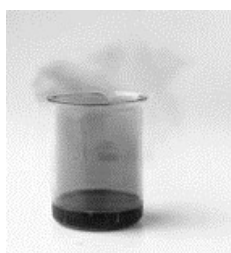
● 配制流程

- ① 将标品瓶上的标签去除，采用乙醇清洁瓶身表面残留物及标签残留胶痕，氮气吹干，回温后去静电；
- ② 分析天平示值清零后，将标品瓶去盖清洁后置于称量托盘上，待读数稳定3-4 s后，记录数值 m_1 ；
- ③ 将溶剂小心加入标品瓶中，确认内壁无附着残留后，采用巴斯德滴管将溶剂取出至合适的容器中，重复 3- 5 次，至标品瓶及巴斯德滴管内无可见标品残留；
- ④ 采用氮气将空标品瓶吹干，回温后去静电，天平示值清零后称量，记录其稳定读数 m_3 ，则此次称量样品质量 $m_2 = m_1 - m_3$ 。

差量法配制操作

挥发性液体怎么称量？

✓ 液体增量法



标准品称量配置常见问题

● 挥发性标准品称量

关键词：快速，减少挥发

- 关键点解析：
- 1) 选用带锁扣的注射器；
 - 2) 容量瓶或样品瓶预置1/3溶剂；
 - 3) 样品瓶配套带密封垫的瓶盖，穿刺进样后立即更换瓶盖；
 - 4) 大量练习，操作熟练且快速；

● 称量前准备

- ① 准备：微量注射器、三个进样小瓶（溶剂1¹，溶剂2²，废液）、标品（打开备用）；
1¹溶剂1：配制前洗针
2²溶剂2：转移标品后洗针，避免标品残留在注射器中，造成称量不准。
- ② 洗针：溶剂1小瓶中装入适量溶剂用于清洗注射器；注射器吸取溶剂到满量程，润洗3次；
- ③ 排空注射器中的溶剂，用无尘纸擦干注射器外壁。

● 称量操作

- ① 分析天平示值清零后，将注射器置于称量托盘上，待读数稳定 3-4 s 后，记录数值 m1 并去皮清零；
- ② 用注射器准确移取待称量标品的质量，放到托盘中，待读数稳定 3-4 s 后，记录标品数值 m2 并清零；
- ③ 将称量好的标品清洗转移至容量瓶（标品容器）中定容，待读数稳定 3-4 s 后，记录标品数值 |m3|

若 $||m3|-m1-m2|\leq X$ ，则认为整个称量持续过程中天平的漂移误差在允许范围内
其中X为漂移误差，根据实验精度确定；

液体增量法配制操作

- 微量注射器维护

- 使用后清洗、维护

注射器使用完毕后，可以用同种溶剂清洗，这样保证注射器的干净。

如果针尖堵塞，可用直径0.1mm的钢丝穿通（每套注射器备有钢丝）；

- 注意事项

注射器是易碎仪器，针尖锐利，使用时多加小心，不用时洗干净存于盒内；

不要随意来回空抽注射器，特别是干的情况下来回拉动，造成注射器管壁磨损，降低气密性。

标准品称量配置常见问题

- 标准曲线稀释线性不佳

影响稀释线性的可能性因素？

稀释重复性不佳

操作不当，稀释不准确

标准曲线浓度点设置不合理，不在线性范围内

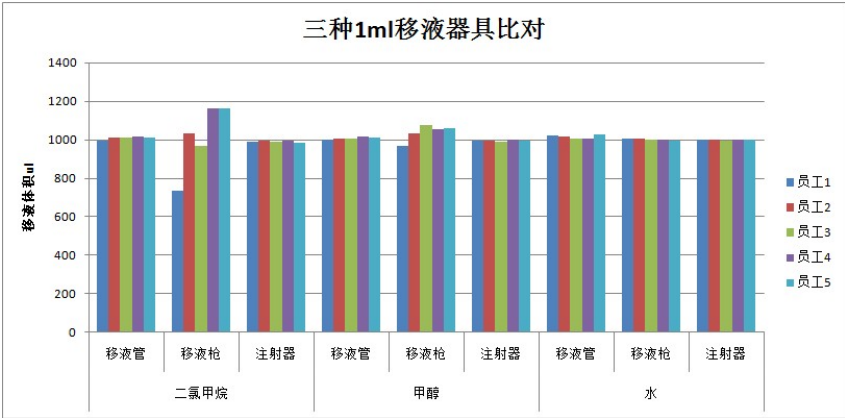
样品瓶密封性不佳，溶剂挥发

系统中可能的吸附作用

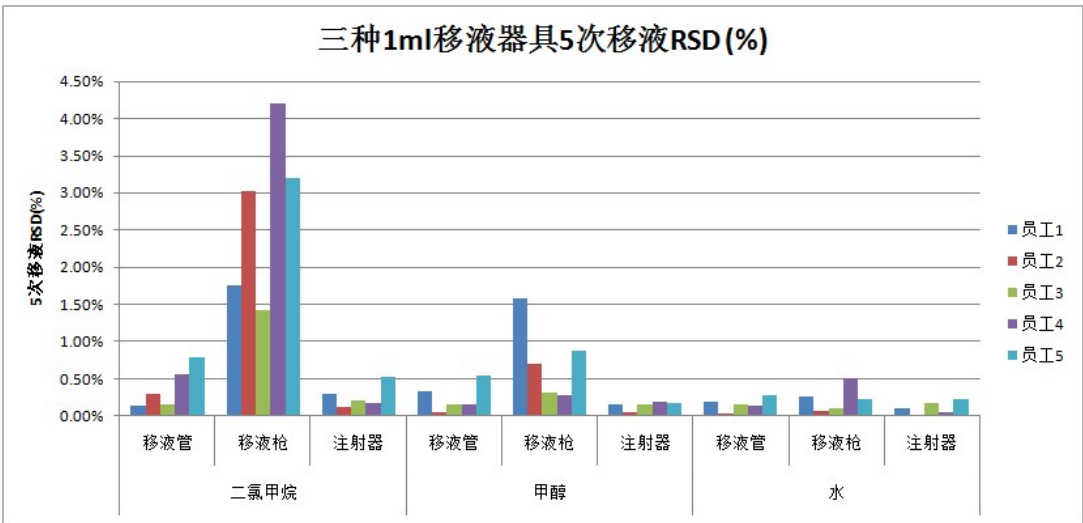
.....

● 标准曲线稀释线性不佳—移液器具选择

将实验室5名实验员使用不同的移液器具进行对比；从准确性和平行性能够看出使用移液管和注射器对于不同密度的试剂都有较好的表现



● 标准曲线稀释线性不佳—移液器具重复性



	优势	劣势
移液枪	操作方便、快捷 水溶液移取准确，精密度高	有机溶剂挂壁 有机溶剂蒸气压（空气活塞） 移取有机溶剂误差大 维护难，需定期校准
进样针√	针头残留少，排液方便 准确，精密度高 全排无挂壁 适用于水和有机溶剂	肉眼观察刻度 进样针需排气泡 维护难，针头易弯
移液管√	经典移液器具 操作灵活、易于使用适用于水和有机溶剂	肉眼观察刻度 溶剂挂壁 操作依赖性强、精度受限

稀释操作要求

● 标准曲线稀释线性不佳—稀释准确性

以1000mg/L的母液稀释至10mg/L为例，操作步骤：

- ① 用溶剂润洗注射器，至少3次（注意多次排空注射器，确保溶剂排空，并用无尘纸擦干针外壁）；
- ② 吸取10ul母液润洗注射器内壁，润洗过程不少于3次（注意每次润洗的过程中须满刻度推拉不得少于3次）；
- ③ 缓慢向上拉注射器推杆吸取所需体积的标准品母液（注意吸取体积在所需体积刻度线之上，然后排出注射器内的气泡，排出多余的母液至所需刻度线，并用无尘纸擦干注射器外壁，不要碰到针尖）；
- ④ 将标准溶液转移至容量瓶中（注意转移过程中针头平行插入容量瓶口，针尖需在刻度线之下，不得碰壁，匀速放液完毕后针尖需靠壁3秒）；
- ⑤ 取适量溶剂淋洗容量瓶口，淋洗完成后进行正常的定容操作即可（注意滴管下端不得接触容量瓶口，淋洗容量瓶瓶口时注意旋转容量瓶，使淋洗更充分）。

母液稀释操作

● 特殊称量要求

- 吸湿性
- 易潮解
- 易氧化
- 光敏
- 热解
-



注意事项/措施

避光配制、棕色瓶储存；
充氮，手套箱中制备；
采用预冷装置；
开瓶后转移至压盖瓶保存；
开瓶一次性用尽；
选用小规格标准品；
.....

● 混标配制

混标配制要点

- 1) 确认混标中各组分的性状（固体、液体、半固体），按照先固体、再半固体、最后液体的次序进行称量；
- 2) 配制前可先进行溶解度测试，避免配制中发现的不溶情况（液体可能也会有不溶解的情况）；
- 3) 需要助溶的组分建议优先配入；
- 4) 一般建议单组混标中组分数量30个以内（便于体积控制）；

标准品称量配置常见问题

混标配制示例

脂肪酸甲酯混标配制方法

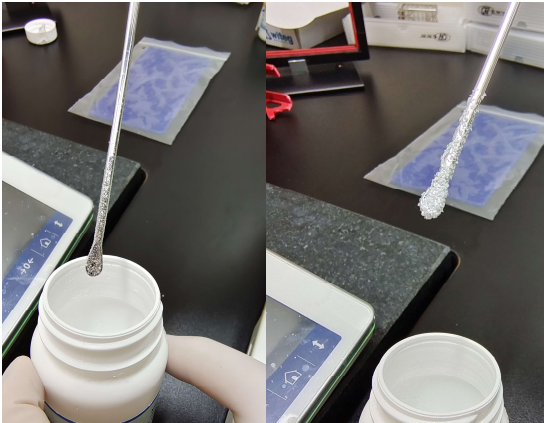
CDAA-252795-MIX-1ml,
37种脂肪酸甲酯混标, 不同浓度于异辛烷
总计10mg/ml

- 1) 固体——增量法, 除静电
- 2) 液体——注射器增量法

序号	中文名称	CAS号	性状
1	二十二烷酸甲酯 (C22: 0)	[929-77-1]	固体
2	二十烷酸甲酯 (C20: 0)	[1120-28-1]	固体
3	二十四烷酸甲酯 (C24: 0)	[2442-49-1]	固体
4	十八烷酸甲酯 (C18: 0)	[112-61-8]	固体
5	二十一烷酸甲酯 (C21: 0)	[6064-90-0]	固体
6	二十三烷酸甲酯 (C23: 0)	[2433-97-8]	固体
7	十六烷酸甲酯 (C16: 0)	[112-39-0]	固体
8	十七烷酸甲酯 (C17: 0)	[1731-92-6]	固体
9	EPA甲酯 (C20: 5)	[2734-47-6]	液体
10	二十碳四烯酸甲酯(顺-5, 8, 11, 14) (C20: 4)	[2566-89-4]	液体
11	13顺, 16顺-二十二碳二烯酸甲酯 (C22: 2)	[61012-47-3]	液体
12	己酸甲酯 (C6: 0)	[106-70-7]	液体
13	十四碳烯酸甲酯(顺-9) (C14: 1)	[56219-06-8]	液体
14	十五碳烯酸甲酯(顺-10) (C15: 1)	[90176-52-6]	液体
15	十六碳烯酸甲酯(顺-9) (C16: 1)	[1120-25-8]	液体
16	十七碳烯酸甲酯(顺-10) (C17: 1)	[75190-82-8]	液体
17	十八碳烯酸甲酯(反-9) (C18: 1T)	[1937-62-8]	液体
18	十八碳烯酸甲酯(顺-9) (C18: 1)	[112-62-9]	液体
19	十八碳二烯酸甲酯(顺-9, 12) (C18: 2)	[112-63-0]	液体
20	十八碳三烯酸甲酯(顺-6, 9, 12)	[16326-32-2]	液体
21	二十碳烯酸甲酯(顺-11) (C20: 1)	[2390-09-2]	液体
22	十八碳三烯酸甲酯(顺-9, 12, 15)	[301-00-8]	液体
23	二十碳二烯酸甲酯(顺-11, 14) (C20: 2)	[61012-46-2]	液体
24	二十碳三烯酸甲酯(顺-8, 11, 14) (C20: 3)	[21061-10-9]	液体
25	二十二碳烯酸甲酯(顺-13)	[1120-34-9]	液体
26	二十碳三烯酸甲酯(顺-11, 14, 17)	[55682-88-7]	液体
27	二十四碳烯酸甲酯(顺-15)	[2733-88-2]	液体
28	DHA甲酯 (C22: 6)	[2566-90-7]	液体
29	十八碳二烯酸甲酯(反-9, 12)	[2566-97-4]	液体
30	丁酸甲酯 (C4: 0)	[623-42-7]	液体
31	十一烷酸甲酯 (C11: 0)	[1731-86-8]	液体
32	十三烷酸甲酯 (C13: 0)	[1731-88-0]	液体
33	十四烷酸甲酯 (C14: 0)	[124-10-7]	液体
34	十二烷酸甲酯 (C12: 0)	[111-82-0]	液体
35	辛酸甲酯 (C8: 0)	[111-11-5]	液体
36	十五烷酸甲酯 (C15: 0)	[7132-64-1]	液体
37	癸酸甲酯 (C10: 0)	[110-42-9]	液体

脂肪酸甲酯混标配制

- 1) 固体——增量法, 除静电
如: 二十四烷酸甲酯(C24:0)
- 2) 液体——注射器增量法



● 其他注意事项

- 1) 天平：定期进行校准，使用前预热；
- 2) 环境条件：建议进行环境条件控制与确认，推荐温度（18~22）℃、湿度（40-70）%；
- 3) 配制前对样品进行回温，避免温度对称量结果的影响；
- 4) 可根据标准品性质选择配制方式及称量用具（可参考标准品证书的相关信息）；
- 5) 控制单个样品的称量时间，一般固体40s、液体60s，称量时间越长，天平漂移偏差越大；
- 6) 其他可能影响称量准确性的因素：气流、环境振动、磁性效应、蒸发、水分吸收；

CONTENT

目录

- 01 标准品的分级管理要点和选择要求
- 02 标准品称量配置常见问题
- 03 标准品的期间核查

1、CNAS-CL01 (ISO/IEC 17025)：检测和校准实验室能力认可准则

6.4 设备 6.4.10 当需要利用期间核查以保持对设备性能的**信心**时，应按程序进行核查。

2、CNAS-CL01-A002：检测和校准实验室能力 认可准则在化学检测领域的应用说明

6.4 设备

6.4.10.3 需要时，标准物质在使用期间应按计划进行期间核查，核查可结合检测工作的实际，考虑标准物质性状的异常变化、储存环境、标准物质的有效期限等影响因素。如果在期间核查中发现标准物质已经发生分解、产生异构体、浓度降低等特性变化，应立即停止使用，并追溯其对之前检测结果的影响，执行CNAS-CL01 7.10条款“不符合工作”。

CNAS-GL035：2018《检测和校准实验室标准物质_标准样品验收和期间核查指南》

Why: 为什么要做？

What: 哪些需要做？

When: 什么时候做？

How: 怎么做？

Why：为什么要做？



厂家保证

标准物质的有效期开瓶前有效



厂家一般不保证

开瓶后由于不可控因素增加，标准物质有可能会产生不稳定的情况，需要时应做标准品稳定性监测，即标准品的期间核查。

Why：为什么要做？

影响标准物质稳定性的因素



标准物质本身的性质



标准物质加工制备过程的影响



标准物质贮存容器的影响



外部条件的影响

When: 什么时候做？

期间核查的频率怎样？

对于需要期间核查的标准品，可根据使用频率及稳定性决定。

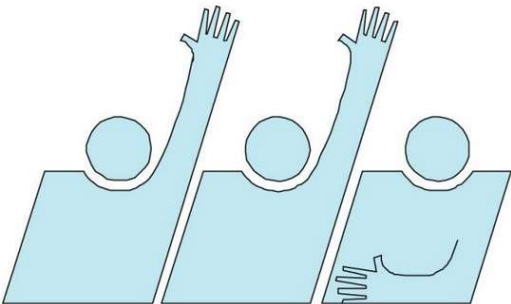
核查类型	描述	时间建议
未开封CRM	在有效期内，按照证书规定储存条件保存	无需期间核查
已开封CRM	有效期内允许多次使用，按照证书规定储存条件保存	正常无需核查，必要时根据稳定特性、使用频率，储存条件进行核查
非有证标准物质	外部购入/实验室自行配制	使用频率高时，定期核查/使用频率低时，下次使用前进行核查

参照：CNAS-GL035：2018《检测和校准实验室标准物质_标准样品验收和期间核查指南》

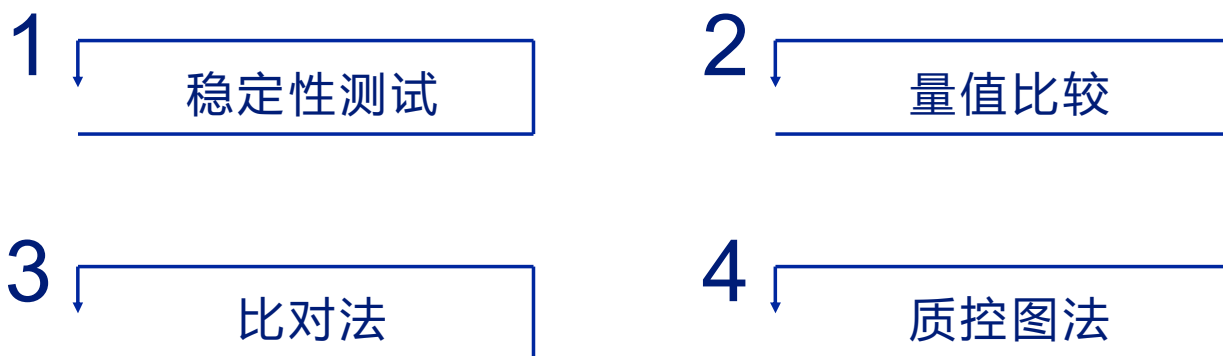
注:不建议专门期间核查，建议穿插在正常测样过程中进行。

How: 怎么做？

通过此次测试的峰面积与初次测试时的峰面积进行比对，如果峰面积发生变化，即认为该标准溶液已失效。这种期间核查方式可以吗？



How: 怎么做?



How: 怎么做?

1. 稳定性测试

- 根据厂家提供的测试方法进行验证，如纯度标准物质，按照厂家条件进行面积归一化的测试，观察杂质峰是否有变化
- 混标多组分间比较：如24种偶氮，15种荧光增白剂，同一条件下观察是否有组分的峰丢失或明显变小，是否有新的杂质峰出现
- 分光光度法：如自配的叶黄素标准溶液，国标提供了母液的分光光度法校准方案
- 滴定：重新滴定是否满足要求，或通过滴定重新赋值

How: 怎么做?

2. 量值比较

- a. 测试近期参加能力验证且结果满意的样品或有特性值的实验室质控样;
- b. 送有资质的检测/校准机构确认;
- c. 与上一级或不确定度相近的同级进行量值比对;

举例1: 100ppm的储备液需要期间核查, 可用纯品新鲜配置同浓度储备液, 测量被核查储备液。

举例2: 1ppm的工作液需要期间核查, 可购买同浓度产品测量被核查工作液(工作液尽量一次使用)。

举例3: 5点标准曲线工作标液希望多次使用时, 可用纯品或储备液新鲜配置中间浓度点作为质控样, 以质控样作为盲样测量。

举例4: 100ppm的储备液需要期间核查, 利用**同步法**期间核查, 制定期间核查计划, 初次配置储备液后分2份储存于不同温度, 以低温为质控样按照计划测量。(见下文)

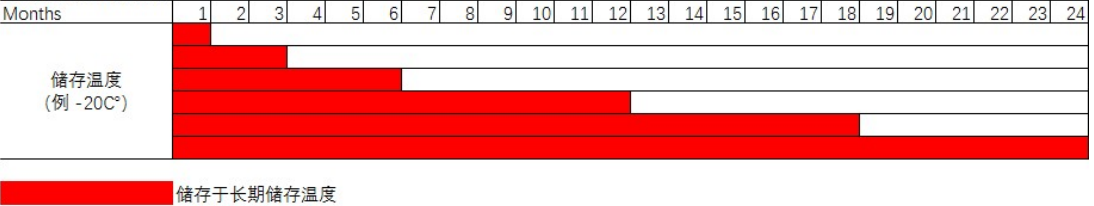
同步稳定性

举例4: 利用同步稳定性检测方法进行期间核查

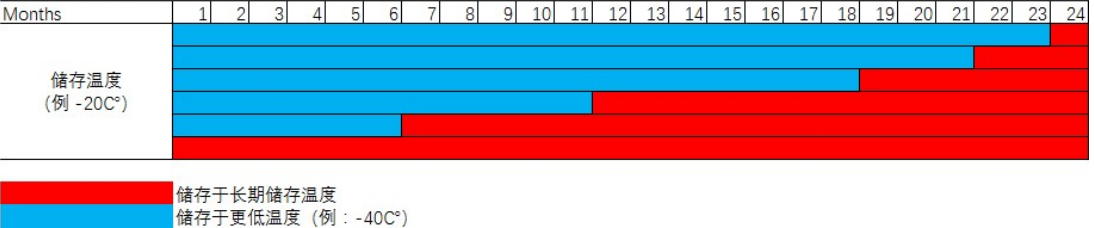
JJF 1343-2022 文件中有明确描述, 对于稳定性评估有两个基本的实验设计方案:

- - - 经典稳定性评估;
- - - 同步稳定性评估。

经典稳定性评估方案：



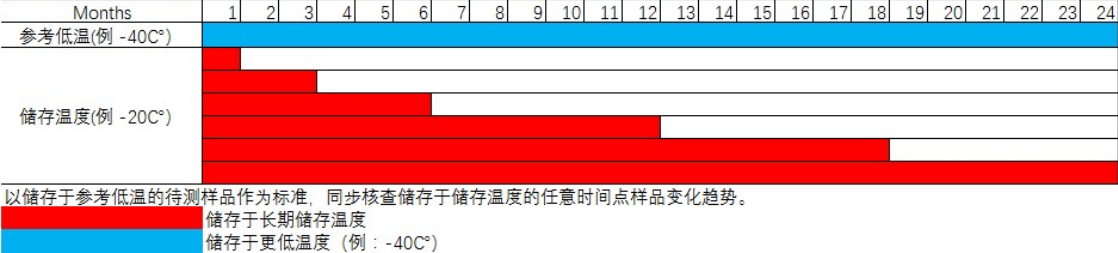
同步稳定性评估方案：



同步稳定性的原理在于更低温度下样品更加稳定，即使发生降解，降解速度也慢于常规储存温度。可根据同步稳定性的原理，重新设计方案作为溶剂型RM期间核查方案。

将自行配制的标准储备液或工作标液等份分装于安瓿瓶中，一半储存于参考低温，一半储存于常规储存温度；待使用时同时拿出两个温度下的样品，以低温样品为标准对常规储存样品进行核查，随着数据积累得出一套使用期报告。

同步稳定性期间核查方案



同步稳定性期间核查方案设备：

超低温冰箱
安瓿封口机
洁净安瓿瓶

储存温度	同步温度
常温	4℃
4℃	-20℃
-20℃	-40℃



How：怎么做？

3. 比对法（较少用，不推荐）
进行实验室间的量值比对；
可采用n个实验室或仪器或方法比对（ $n \geq 2$ ），对测量结果进行分析。

4. 质控图法（常用方法）GL035附录

采用质量控制图进行趋势检查

常用的控制图有平均值-标准偏差控制图和平均值-极差控制图。
在实际工作中，实验室通过质量控制结果或质控图来判断 RM 的稳定性是最常用的方式。质控结果稳定也就证明了 RM 的稳定性，此时就不需要进行额外的期间核查，按照期间核查的要求做好相关记录并予以保存。

如何评价核查效果

RM 期间核查结果的判定可分为：

传递比较法、实验室比对法、质控图法

如何评价核查效果

1、传递比较法

被核查 RM 与 CRM，或与有标准值及不确定度的 RM 比较，或送至更高标准的实验室检测时，可采用此方法。

被核查 RM 和核查标准的测量结果分别为 $x_{\text{被核查}}$ 和 $x_{\text{标准}}$ ，扩展不确定度分别为 $U_{\text{被核查}}$ 和 $U_{\text{标准}}$ （扩展不确定度均为 U_{95} 或包含因子 $k=2$ 时的不确定度），应符合下列关系：

$$|x_{\text{被核查}} - x_{\text{标准}}| \leq \sqrt{U_{\text{被核查}}^2 + U_{\text{标准}}^2} \quad E = \frac{|\text{测量值} - \text{标准值}|}{k \sqrt{u_{\text{标}}^2 + u_{\text{测}}^2}}$$

注意：1. 也会习惯叫做E检验，当 $E \leq 1$ 时，认为符合要求；

2. 要考虑稀释和配制过程的不确定度，如果的质控品为CRM的话，则可直接用证书值

37种脂肪酸甲酯混标的研制

食用油、食品、乳品中的营养和健康是人们关注的重点话题之一，脂肪酸及脂肪组成是衡量其营养价值的重要指标，都采用气相色谱法对食品中脂肪酸进行测试。所用的37种脂肪酸甲酯混合溶液配制过程非常耗时耗力，风险极大，一旦一个物质出错必将前功尽弃，而且国标中也注明，配制的混合溶液在冷藏条件下只能保存1周时间^[1]，冷冻条件下能保存3个月^[2]，降低了测试的准确性，增加成本。

丁酸甲酯、己酸甲酯、辛酸甲酯、癸酸甲酯、十一烷酸甲酯、月桂酸甲酯、十三烷酸甲酯、肉豆蔻酸甲酯、肉豆蔻烯酸甲酯、十五烷酸甲酯、十五碳烯酸甲酯、棕榈酸甲酯、棕榈油酸甲酯、十七烷酸甲酯、十七碳烯酸甲酯、硬脂酸甲酯、反油酸甲酯、油酸甲酯、反亚油酸甲酯、亚油酸甲酯、花生酸甲酯、γ-亚麻酸甲酯、二十碳烯酸甲酯、亚麻酸甲酯、二十一烷酸甲酯、二十碳二烯酸甲酯、山嵛酸甲酯、二十碳三烯酸甲酯、芥酸甲酯、二十碳三烯酸甲酯、花生四烯酸甲酯、二十三烷酸甲酯、二十二碳二烯酸甲酯、二十四烷酸甲酯、二十碳五烯酸甲酯(EPA-M)、二十四碳烯酸甲酯、二十二碳六烯酸甲酯(DHA-M)，

[1] GBT 22223-2008 食品中总脂肪、饱和脂肪（酸）、不饱和脂肪（酸）的测定 水解提取-气相色谱法

[2] GB 5413.27-2010 婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定

开瓶后稳定性（期间核查）

37种脂肪酸甲酯标准物质封装于2ml棕色安瓿瓶中并充满氮气保护，在未开瓶前长期稳定。

开瓶后分装各200ul于带内衬管的2ml棕色自动进样瓶，PTFE/硅胶 隔垫，有孔铝盖压盖，于-20℃储存

开瓶后增加的不稳定因素：

1. 压盖瓶中残留的氧气对多烯酸甲酯的氧化作用
2. 压盖瓶的密封性，导致溶质或溶剂的挥发
3. 异辛烷穿透瓶盖垫后导致异辛烷的挥发。

核查时间：当年8月份开瓶后储存，至次年7月份要使用，使用前做一次期间核查

核查方法：量值比对，新开取一瓶新的标准物质对存放了11个月的压盖标准品测试

核查对象：第37种DHA甲酯最不稳定，以此为代表

	测量值X1	测量值X2	测量值X3	平均测量值X	标准偏差 S
DHA 甲酯 (mg/L)	213.9	215.6	215.1	214.9	0.87

$$u_{\text{测}} = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.87}{\sqrt{3}} = 0.50$$

	标准值（证书）	扩展不确定度（证书）k=2
DHA 甲酯（mg/L）	197.0	4.5

证书合成不确定度： $u_{\text{标}} = \frac{\text{扩展不确定度}}{2} = \frac{4.5}{2} = 2.25$

开瓶后稳定性（期间核查 11个月）

$$E = \frac{|\text{测量值} - \text{标准值}|}{k \sqrt{u_{\text{标}}^2 + u_{\text{测}}^2}} = \frac{|214.9 - 197.0|}{k \sqrt{2.25^2 + 0.5^2}} = 3.87 > 1$$

E=3.87大于1，说明该产品开瓶后已不稳定

开瓶后稳定性（期间核查 11个月）

造成不稳定的因素是什么？

编号	测量值	标准值	E
1#	417.6	403.2	0.7
2#	426.0	404.7	1.8
3#	427.1	406.3	2.1
4#	428.5	403.3	3.0
5#	213.1	200.5	3.5
.			
33#	211.8	198.7	1.9
34#	430.9	404.7	1.7
35#	214.6	200.9	2.9
36#	215.1	201.3	1.9
37#	214.9	197.0	3.9

- 1.压盖瓶中残留的氧气对多烯酸甲酯的氧化作用（×）
- 2.压盖瓶的密封性，导致溶质或溶剂的挥发（×）
- 3.异辛烷穿透瓶盖垫后导致异辛烷的挥发（√）

如何评价核查效果

2、 比对法（不常用）

如果不能采用传递比较法，也可以采用 n 个实验室比对或实验室内部 n 台 仪器或 n 个测量方法比对（n≥2）。比对实验室和比对仪器/测量方法的准确度等 级要相同或近似，此时采用所有结果的算术平均值作为被核查 RM 量值的最佳估 计值 x

若被核查 RM 测量结果为 $x_{\text{被核查}}$ ，测量结果的扩展不确定度为 $U_{\text{被核查}}$ ，应符

合下列关系：

$$|x_{\text{被核查}} - \bar{x}| \leq \sqrt{\frac{n-1}{n}} \cdot U_{\text{被核查}}$$

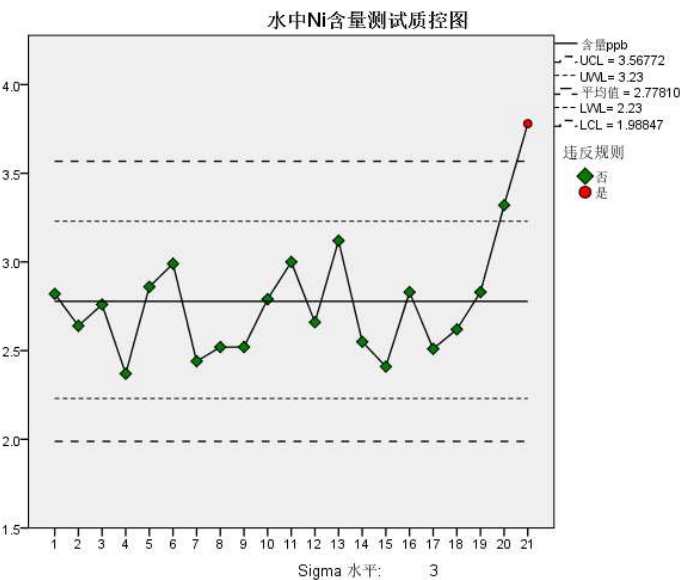
如何评价核查效果

3、质控图法

RM 的期间核查也可采用控制图法。常用控制图有平均值-标准偏差控制图 ($\bar{x}-s$ 图) 和平均值-极差控制图 ($\bar{x}-R$ 图)。标准偏差控制图比极差控制图有更高的检出率。标准偏差控制图一般要求重复测量次数 $n \geq 10$ 。极差控制图一般要求 $n \geq 5$ 。建立控制图的步骤可参见附录 B。

被核查 RM 的测量结果偶尔出现在 A 区 (A 区称为警戒区) 是可以的, 但此时要密切注意控制图今后的趋势, 适当增加核查次数。一旦发现测量结果超出控制限, 且经确认是 RM 的原因, 则该 RM 的期间核查结果为不合格。

采用质量控制图进行趋势检查



看是否超出不合格的范围, 也可以使用Z检验, 需要结合实际用途判定检测后的值是否影响实验使用, 比如我们方法的精密度就在20%, 可以接受10%的偏差

如何应对标准品期间核查

标准品期间核查方案模型

核查对象	是否需要技术核查	期间核查频率	减少核查	推荐	建议	不推荐
纯品	1、开封后有无破坏包装环境 2、供应商是否承诺可以多次使用	1、供应商、标准、文献、自测累计的预计使用期限，在使用期限内至少一次核查 2、无开瓶后稳定性数据，使用频率低，下次使用前核查 3、无开瓶后稳定性数据，使用频率高，先密后疏	购买CRM或小包装	质控图	厂家稳定性方法 购买新批次比对	送检 实验室间比对
储备液			购买成品一次使用		能力验证样	
中间液			购买成品一次使用	质控样		
工作液			购买成品一次使用		不做核查，现配现用一次使用	

逐步累计期间核查数据，形成期间核查报告，明确且延长各级对象的使用期限，逐步降低核查频率，保证样品检测数据的准确性。

使用期监测报告范例

- 1、该使用期监测报告可作为实验室标准品期间核查的参考方法。
- 2、该使用期监测报告可主要用于帮助实验室快速进行标准品的期间核查，如果满足一定条件，可进行一次核查验证后直接引用使用期数据作为实验室的期间核查数据，如有一条不满足，此报告视为无效，直接引用数据有风险。

标准品使用期监测报告

(标准品期间核查数据)
报告编号：AP2016080801

标准品名称	二硫化碳中8种苯系物混合溶液标准物质
规格	各20ppm装于30ml boston 瓶中
储存温度	-20℃
报告使用单位	*****公司
测试结论	196 天内稳定

批准人： _____
审核人： _____

核查对象信息

核查对象:	8 种苯系物 20 mg/L 溶于二硫化碳 (从 ANPEL 1000 mg/L 原液稀释, 货号 CDAA-M-620001-AA-1ml, 使用的二硫化碳为 CNW 品牌痕量级)
包装形式:	30ml 棕色 boston 螺纹瓶 (CNW) 中, PTFE 隔垫实心盖 (CNW)
装样量:	25ml
使用方法:	恢复至室温后拧开瓶盖, 快速取样后拧紧, 可重复使用
储存温度:	-20℃
开瓶/配制日期:	2016.03.03

核查方法描述:

核查方法	1、查看是否在规定储存温度 2、配制后取一半分装于安瓿瓶中, 默认装于安瓿瓶的产品是稳定的, 以安瓿瓶包装的产品作为标准品单点比对待核查标准品。选取第 1 种最易挥发的苯作为测量对象。 【浓度测定】参照下述色谱方法, 用装于安瓿瓶的标准品测定待核查样品中苯的浓度, 重复至少 2 次, 平均值为测量浓度。 【色谱方法】 色谱柱: CNW CD-wax, 30m × 0.32mm × 1.0 μm 载气: 高纯氮 N2 (纯度 ≥ 99.999%) 进样口温度: 280℃ FID 检测器温度: 280℃ 分流比: 2.5:1 流速: 1.5mL/min 进样量: 1 μL 程序升温: 初始温度 60℃, 保持 10min, 以 5℃/min 升温至 110℃, 保持 1min;
------	---

评价方法	$E = \frac{ \text{测量值} - \text{标准值} }{k \sqrt{U_{\text{标}}^2 + U_{\text{测}}^2}}$ 测量值：根据核查方法测得的特性值 标准值：标准物质证书上所示的特性值 $U_{\text{标}}^2$：标准物质证书上所示的合成不确定度（扩展不确定度/2） $U_{\text{测}}^2$：测量结果的标准不确定度(标准误) K:扩展因子，置信区间 95%时 k=2 当 $E \leq 1$ 时，认为符合要求，该标准稳定可继续使用
------	--

测试结果

核查日期	天数	标准值 mg/L	$U_{\text{标}}$ mg/L	测量值 mg/L	$U_{\text{测}}$ mg/L	E 值
2016.03.18	15	20	0.3	19.9	0.01	0.11
2016.03.30	28	20	0.3	19.6	0.08	0.64
2016.04.12	40	20	0.3	19.8	0.05	0.37
2016.08.15	196	20	0.3	19.6	0.01	0.65

报告编号：AP2016080801

第 2 页 / 总 3 页

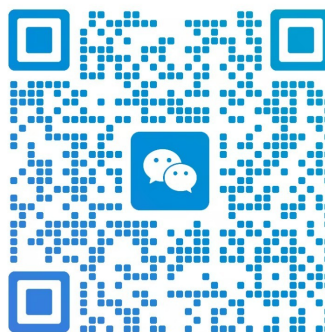
核查结论

E 值在四次测量后均大于 1，说明该产品存放 196 天稳定
建议继续使用，持续监测稳定性。

- 1、CNAS-GL004: 2018 《标准物质/标准样品的使用指南》；
- 2、JJF 1342-2022 《标准物质研制（生产）机构通用要求》；
- 3、JJF 1855-2020 《纯度标准物质定值计量技术规范 有机纯度标准物质》；
- 4、CNAS-GL035: 2018 《检测和校准实验室标准物质/标准样品 验收和期间核查指南》；
- 5、CNAS-GL010: 2018 《标准物质标准样品证书和标签的内容》；
- 6、CNAS-GL057 《标准物质/标准样品选择指南》



培训考题



扫一扫上面的二维码图案，加我为朋友。

THANK YOU!

