

检测实验室中标准物质的质量控制及管理

李建慧¹, 路文静², 王秀锦¹, 廖振宇^{1,3*}

(1. 谱尼测试科技(天津)有限公司, 天津 300392; 2. 天津锐创环保工程有限公司, 天津 300039;
3. 天津市食品安全检测技术研究院, 天津 300308)

摘要: 标准物质是保证准确量值和量值溯源的重要工具, 标准物质的有效控制和管理是确保实验室检测数据准确的关键步骤, 关系着实验室质量控制水平。对标准物质进行有效的管理控制, 充分发挥标准物质的功能, 是当前检测实验室急需解决的关键问题。本文主要探究了从标准物质的购买、验收及验证、储存管理、配制、标识、使用、期间核查、失效后处理等全过程的系统控制, 保证标准物质的质量, 确保标准物质在质量控制、校准测量仪器、评价测量分析方法、赋予物质特性量值、考核评价检测人员的技术能力、产品检测过程等方面起到重要作用, 从而达到提高检测实验室检测数据的准确性和检测技术能力水平的目的。

关键词: 标准物质; 质量控制; 管理; 检测实验室

Quality control and management of reference material in testing laboratory

LI Jian-Hui¹, LU Wen-Jing², WANG Xiu-Jin¹, LIAO Zhen-Yu^{1,3*}

(1. *Pony Test Technology (Tianjin) Co., Ltd., Tianjin 300392, China*; 2. *Tianjin Ruichuang Environmental Protection Engineering Co., Ltd., Tianjin 300039, China*; 3. *Tianjin Institute of Food Safety Testing Technology, Tianjin 300308, China*)

ABSTRACT: Reference material is an important tool to ensure the accurate value and traceability of measurement value, and the effective control and management of the reference material is the key step to ensure the accuracy of the laboratory test data, which affects the quality control level of the laboratory. Effective management and control of the reference material to give full play to the functions of the reference material are the key problems to be solved urgently in the current testing laboratories. This paper mainly explored the systematic control of the whole process from the purchase, acceptance and verification, storage management, preparation, marking, use, period check and post-treatment of the certified the reference material, so as to ensure the quality of the certified reference material, to ensure that certified reference material played an important role in quality control, calibration of measuring instruments, evaluation of measurement and analysis methods, assignment of material characteristic values, assessment of technical competence of testing personnel, product testing process, etc., so as to improve the accuracy of testing data and the level of testing technology.

KEY WORDS: reference material; quality control; management; testing laboratory

基金项目: 天津市人才发展特殊支持计划高层次创新创业团队项目[津人才(2017)11 号]、天津市市场和质量管理委员会科技计划项目(2017-W14)

Fund: Supported by Tianjin Talent Development Special Support Program High-Level Innovation and Entrepreneurship Team Project [Jin Talent (2017) No.11], and Tianjin Market and Quality Supervision and Administration Commission Science and Technology Program Project (2017-W14)

***通讯作者:** 廖振宇, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。E-mail: liaozy08@163.com

***Corresponding author:** LIAO Zhen-Yu, Ph.D, Senior Engineer, Pony Test Technology (Tianjin) Co., Ltd., Building 5, No 15 Haitai Huake Frist Road, Huayuan Industrial Park, Binhai High Tech Zone, Tianjin 300392, China. E-mail: liaozy08@163.com

1 引言

标准物质(reference material)是具有足够均匀和稳定的特定特性的物质,其特性适用于测量或标称特性检查中的预期用途^[1]。标准物质是保证量值溯源和量值准确的重要工具,标准物质的量值是应用权威方法测量分析或由多个高水平实验室共同分析确定,具有较高的量值准确度。它广泛应用在校准测量仪器、赋予物质特性量值、评价测量分析方法,考核检测人员的技术能力,产品检测过程的质量控制等方面,在检测实验室的质量管理、质量保证、技术仲裁等方面起着重要作用。对标准物质进行有效的管理控制,充分发挥标准物质的功能,是当前检测实验室急需解决的关键问题。本文主要探究了从标准物质的购买、验收及验证、储存管理、配制、标识、使用、期间核查、失效后处理等全过程的系统控制,保证标准物质的质量,确保标准物质在质量控制、校准测量仪器、评价测量分析方法、赋予物质特性量值、考核评价检测人员的技术能力、产品检测过程等方面起到重要作用,从而达到提高检测实验室检测数据的准确性和检测技术能力水平的目的。

2 标准物质的特性

(1)标准物质具有特性量值的准确性、稳定性、均匀性^[2]; (2)标准物质具有量值传递性; (3)标准物质是实物形式的计量标准; (4)标准物质具有良好的复现性。

3 标准物质的分级和分类

根据标准物质的特性值准确度通常把标准物质分为一级标准物质和二级标准物质。标准物质依据量值溯源性又可分为有证标准物质和无证标准物质 2 类^[3]。国内根据标准物质所预期的应用领域或学科进行分类可分为 13 大类如:环境化学分析标准物质,钢铁成分分析标准物质,化工产品成分分析标准物质,物理特性与化学特性测量标准物质,食品成分分析标准物质等^[4]。

4 标准物质用途

(1)标准物质可用于校准测量仪器^[5]。具有量值传递特性,实现测量溯源性。标准物质可以作为良好的计量标准,将测量结果溯源到国际单位制(SI),保证测量结果的准确性、稳定性、一致性、可比性,从而达到量值统一。

(2)标准物质作为已知特性量值的物质,可用于评价分析方法的准确度和精密性,并通过验证和改进分析方法的准确度,评价分析方法在特定场合的适应性,以促进测量技术的发展。

(3)将标准物质作为质控标样,用于检测样品相应成分的参照物,制作标准曲线,以确保检测分析过程处于质

量控制之中,从而说明待检样品的检测结果真实、准确、可靠。仪器分析通常是应用工作曲线来建立物理量与被测成分浓度之间的线性关系。采用标准物质做工作曲线,能使检测结果处在同一基础上,可以有效地提高工作效率。

(4)标准物质还可用于检测分析的质量保证工作^[6,7]。可以用标准物质来考核评价检测人员的工作质量,确保检测数据真实、准确、可靠。

5 标准物质的控制与管理

检测实验室应建立和保持标准物质控制程序来确保标准物质从采购、验收及验证、储存和使用到安全处置的全过程进行控制,以防止污染和破损,保证其完整性,确保将标准物质在质量控制、校准测量仪器、评价测量分析方法、赋予材料特性量值、考核分析人员的技术能力、产品检测过程等方面的作用在程序文件中体现^[8]。

5.1 标准物质的采购

采购的标准物质应尽可能溯源至国际单位制(SI)单位或有证标准物质^[9]。实验室应对标准物质的供货商进行评价,选择有充分质量保证的供货商,建立合格供货商名录,保存其相应资质证明、联系方式等最新信息记录。采购时,检测实验室应根据需求提出采购申请,制定采购计划,并对需购买的标准物质的名称、等级、规格、数量、基体及所包含的特性量值、生产单位等进行必要的说明,经批准后方可由采购部门购买。

5.2 标准物质的验收和验证

购买的标准物质到货后由专业技术人员进行核对验收,必要时进行验证^[10]。验收内容包括对标准物质的名称、等级、规格、数量、成分、生产日期、有效期、包装完好性、密封度、保存和使用条件、证书与实物的一致性、证书中标明的基体组成、特性量值、定值时间、不确定度、安全防护等进行符合性检查。当采购的标准物质不能满足要求时,应及时进行退换货处理,无问题时,方可登记入库,按照准物质证书或说明书要求的存放条件进行存放。对使用频率高的或易出现问题的标准物质进行技术验证。标准物质的验收和验证的记录应归档留存,以备检查应用。

5.3 标准物质的保管

标准物质由专门管理人员编号登记后,加贴标签,按照证书中规定的要求,分类存放管理,存放场所或空间应整洁有标识,并进行日常检查和维护,保留监控记录,确保其正常运行。标准物质的领用必须到标准物质管理人员处登记后领用^[11]。标准物质管理人员应建立标准物质台账,保存标准物质的证书、说明书及其他随购买标准物质附带的文件资料。根据标准物质的物理化学及安全性质进行分

类分区保存, 避免交叉污染, 过期、变质及有问题的标准物质, 要加贴显著标识并及时进行妥善处理, 要保存处理记录, 以免误用或防止有毒、有害的标准物质对人体造成危害, 对环境造成污染^[12]。

5.4 标准物质的配制、标识及使用

正确使用标准物质可以保证量值的准确和可靠, 应注意以下几个方面: ①标准溶液应实行专人配制、专人管理并进行记录, 临用新标除外; ②配制前, 检查好所领标准物质是否标签完好、包装完整、封口严密、无污染, 在规定的使用期内, 符合其标示的规格要求; ③所有使用的玻璃量器, 如容量瓶、滴定管、移液管均选用一等(A 级)品, 并经过校准, 有校准合格证; ④标准物质的配制室须有空调设施, 温湿度保持恒定, 一般控制在温度(20±5) °C, 相对湿度 50%~75%; ⑤标准溶液的配制应按照证书要求配制, 如用水做溶剂须符合 GB/T 6682 中分析实验室用水的规定; ⑥配制完成后需填写标准物质配制记录, 并贴上标签, 按要求存放, 标签应包括名称、浓度、介质、配制日期、配制人、标定日期、失效日期、危险性等内容; ⑦标准物质使用人员应填写领用记录和使用记录。

5.5 标准物质的期间核查

标准物质是检测实验室实现量值传递及溯源的重要实物标准。标准物质在使用有效期内应进行期间核查。核查可根据检测工作实际需要, 从核查标准物质是否在有效期内, 性状是否正常、储存环境是否符合规定等方面着手, 并通过实验确认标准物质的量值变化是否符合要求^[13-16]。必要时实验室应制定标准物质期间核查程序, 核查程序应规定标准物质的核查种类、核查方法、核查频次、核查项目、核查人员、核查时间、核查结果的判定标准等。

5.5.1 有证标准物质的期间核查

已有国家标准物质编号的有证标准物质, 只要在有效期内, 使用者按照该标准物质证书上规定的储存条件和环境要求核查该标准物质保存是否正确即可。期间核查频次: (1)未开封, 且一次性使用的有证标准物质, 在开封前按照 5.2 的要求进行一次核查(验收)。(2)已开封且未使用完, 可重复使用的有证标准物质, 应按证书要求, 根据其稳定性、使用频率、储存环境条件的变化、测量结果可信度等情况, 在有效期内, 对其特性值进行不少于 1 次的期间核查。如存在检测结果出现离群值, 存储条件发生变化等不符合情况, 或使用人对其量值产生怀疑时, 应增加期间核查次数。

5.5.2 非有证标准物质的期间核查

对未经国家行政管理部门审批备案的标准物质(即非有证标准物质), 以及使用有证标准物质配制的标准溶液, 应定期使用有证标准物质对其特性量值进行期间核查^[17]。无法获得适当的有证标准物质时, 可以考虑采用下列方法

进行核查: (1)通过实验室间比对确认量值; (2)送有资质的机构进行核检; (3)测试近期参加过分析质量控制结果满意的样品, 利用质控样品; (4)利用能力验证活动合格结果实现对使用标准物质的核检; (5)采取不同制造商的标准物质进行比对验证; (6)用以前检查过的标准物质进行不同时期的比对验证。(7)采用质量控制图进行趋势检查。

首次使用的非有证标准物质, 实验室可按上述方法, 通过先密后疏的期间核查频次(如 0、5、10、20 d 等), 确定其预期有效期。以后使用此种非有证标准物质, 在预期有效期内, 按照稳定特性等安排不少于 1 次的期间核查, 如存在不符合情况或使用人对其量值产生怀疑时, 应增加期间核查次数。

5.5.3 期间核查结果及失效处理

当核查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不符合要求时, 应立即停止使用, 及时报告保管人, 追溯该标准物质对之前检测结果的影响, 确保分析结果的准确性。如有疑问, 应立即通知客户, 必须重新检测。对于失效的标准物质按照化学品的相关要求进行处理。

6 小 结

标准物质的有效控制和管理是确保实验室检测数据准确的关键步骤, 关系着实验室质量控制水平。本文从标准物质的采购、验收及验证、储存管理、配制、标识、使用、期间核查、失效后处理等各个环节进行了全过程系统分析, 实验室应规范操作, 严格监控, 保证标准物质的质量, 进而使标准物质能够更好地用于量值传递和质量控制, 提高检测实验室检测数据的准确性、可靠性和检测技术能力水平。

参 考 文 献

- [1] JJF 1005-2016 标准物质通用术语和定义[S]. JJF 1005-2016 General terms and definitions used in connection with reference materials [S].
- [2] 汪洪静. 标准物质在化学分析中的应用与管理[J]. 中国石油和化工标准与质量, 2017, 37(22): 51-52.
Wang HJ. Application and management of certified reference materials in chemical analysis [J]. Chin Petrol Chem Stand Qual, 2017, 37(22): 51-52.
- [3] 刘素丽, 王宏伟, 赵梅, 等. 食品中基体标准物质研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(1): 1-13.
Liu SL, Wang HW, Zhao M, et al. Research progress of matrix reference materials for food [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(1): 1-13.
- [4] 枫粤蔚. 标准物质的分级、分类及用途[EB/OL]. [2018-06-29] <https://wenku.baidu.com/view/37d5f39158f5f61fb7366690.html>.
Feng EW. Classification, classification and use of certified reference materials [DB/OL]. [2018-06-29] <https://wenku.baidu.com/view/37d5f39158f5f61fb7366690.html>.

- [5] 何亮. 浅析如何使用和管理化学分析实验室的标准物质[J]. 中国化工贸易, 2019, 11(17): 39.
He L. How to use and manage the standard materials in the chemical analysis laboratory [J]. Chin Chem Trade, 2019, 11(17): 39.
- [6] 徐莉. 实验室标准物质的使用和管理[J]. 化工设计通讯, 2016, 42(6): 169-170.
Xu L. Use and management of laboratory reference material [J]. Chem Eng Des Commun, 2016, 42(6): 169-170.
- [7] 刘守山, 王志鹏, 郭知明. 浅谈化学分析实验室标准物质的管理[J]. 科技与创新, 2020, (2): 108, 111.
Liu SS, Wang ZP, Guo ZM. Management of certified reference materials in chemical analysis laboratory [J]. Sci Technol Innov, 2020, (2): 108, 111.
- [8] 董娟. 检测实验室标准物质的使用和规范管理的研究与思考[J]. 百科论坛电子杂志, 2019, (24): 549-550.
Dong J. Research and thinking on the use and standard management of reference materials in testing laboratories [J]. Encycl Form, 2019, (24): 549-550.
- [9] 郭爱华, 王玮, 姜志. 理化实验室标准物质的管理[J]. 理化检验-化学分册, 2015, 51(2): 239-241.
Guo AH, Wang W, Jiang Z. Management of certified reference materials in physical and chemical laboratory [J]. Phy Test Chem Anal Part B: Chem Anal, 2015, 51(2): 239-241.
- [10] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范食品理化检测[S].
GB/T 27404-2008 Standard for quality control of laboratory food physical and chemical examination [S].
- [11] 林晓秋. 浅谈实验室标准物质管理[J]. 现代测量与实验室管理, 2017, 25(2): 28, 71.
Lin XQ. Talking about the standard substance management in the laboratory [J]. Adv Meas Lab Manage, 2017, 25(2): 28, 71.
- [12] 陈亚飞, 刘明理, 谢晶鑫, 等. 药品标准物质的管理与研制生产质量控制[J]. 中国药事, 2018, 32(11): 1505-1510.
Chen YF, Liu ML, Xie JX, et al. On management of pharmaceutical reference standards and quality control for research and production [J]. Chin Pharm Aff, 2018, 32(11): 1505-1510.
- [13] 张华, 周中木. 食品药品检测实验室标准物质期间核查方法探讨[J]. 计量与测试技术, 2017, 44(9): 31-32.
Zhang H, Zhou ZM. Discussion on period verification method of reference materials in food and drug testing laboratory [J]. Metrol Meas Tech, 2017, 44(9): 31-32.
- [14] 万凌燕, 黄春, 罗燕. 浅析食品检测实验室仪器设备期间核查及实例[J]. 计量与测试技术, 2015, (7): 34-35.
Wan LY, Huang C, Luo Y. Equipment of food testing laboratory during the verification and example [J]. Metrol Meas Tech, 2015, (7): 34-35.
- [15] 曲萍. 浅谈实验室标准物质管理[J]. 计量与测试技术, 2019, 46(12): 96-97, 102.
Qu P. Talking about the standard substance management in the laboratory [J]. Metrol Meas Tech, 2019, 46(12): 96-97, 102.
- [16] 马秀恒. 理化检验标准物质的使用和管理[J]. 中国卫生产业, 2018, (35): 164-165.
Ma XH. Use and management of certified reference materials for physical and chemical examination [J]. Chin Health Ind, 2018, (35): 164-165.
- [17] 周进. 标准物质/标准样品的管理和质量控制措施探究[J]. 中国标准, 2019, (6): 166-167.
Zhou J. Study on management and quality control measures of reference materials & reference samples [J]. Chin Stand, 2019, (6): 166-167.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



李建慧, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量和安全管理。
E-mail: lijianhui1111@163.com



廖振宇, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。
E-mail: liaozzy08@163.com