

DB1506

鄂 尔 多 斯 市 地 方 标 准

DB1506/T 29—2022

化学分析实验室标准物质和标准溶液 管理规范

Management specification for reference material and standard solution in chemical
analysis laboratory

2022-12-26 发布

2023-03-25 实施

鄂尔多斯市市场监督管理局 发 布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 管理要求..... 2

附录 A（资料性） 标准滴定溶液配制标定记录..... 5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由鄂尔多斯市检验检测中心提出。

本文件由鄂尔多斯市市场监督管理局归口。

本文件起草单位：鄂尔多斯市检验检测中心、鄂尔多斯市疾病预防控制中心、鄂尔多斯市绿标环境科技有限公司、鄂尔多斯市农牧业综合检验检测中心。

本文件主要起草人：梁栋明、李英杰、包塔娜、周晋尧、崔鹏、郭佳、杨洋、王柏辉、薛彦伦、任瑞、吕树梅、王慧敏、靳尚武、王文梅、于婷婷。

化学分析实验室标准物质和标准溶液管理规范

1 范围

本文件提出了化学分析实验室标准物质及标准溶液管理的要求。

本文件适用于鄂尔多斯市行政区域内通过资质认定的化学分析实验室标准物质及标准溶液的管理。其他类实验室可参照本文件进行管理。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 14666-2003 分析化学术语

GB/T 27025-2019 检测和校准实验室能力的通用要求

GB/T 32467-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制 术语及定义

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

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

RB/T 214-2017 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求

3 术语和定义

GB/T 14666-2003、GB/T 32467-2015、JJF 1001-2011界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

化学分析实验室 **chemical analysis laboratory**

从事化学分析活动的组织。

[来源：GB/T 32467-2015，8.3]

3.2

标准物质 **reference material, RM**

具有足够均匀和稳定的特定特性的物质，其特性被证实适用于测量中或标称特性检查中的预期用途。

注：以下简称为RM。

[来源：JJF 1001-2011，8.14]

3.3

有证标准物质 **certified reference material, CRM**

附有由权威机构发布的文件，提供使用有效程序获得的具有不确定度和溯源性的一个或多个特性量值的标准物质。

注：以下简称为CRM。

[来源：JJF 1001-2011，8.15]

3.4

标准溶液 standard solution

由用于制备该溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液。

[来源：GB/T 14666-2003, 2.3.3]

4 管理要求

4.1 一般要求

4.1.1 化学分析实验室（以下简称“实验室”）应设置专人管理标准物质和标准溶液，统筹管理包括标准物质的采购、验收、保存、使用和报废等工作。

4.1.2 实验室应建立储存、使用和安全处置标准物质的相关程序，以防止污染或损坏，确保其完整性。

4.2 有证标准物质（CRM）的管理

4.2.1 选择和购买

4.2.1.1 实验室选择和购买 CRM，应符合 GB/T 27025-2019 中 6.6 章的要求。

4.2.1.2 实验室应依据科学或技术方面的要求，优先选择《中华人民共和国标准物质目录》中所列出的 CRM，如果目录中没有实验室所需要的 CRM，也可选择国内有关行业部门或国外生产组织提供的 CRM，确保量值溯源。

4.2.2 验收

收到 CRM 后，应进行外观和文件性检查并填写验收和确认记录。验收和确认记录应包含但不限于下列内容：

- a) 运输条件是否符合要求；
- b) 包装、外观是否正常；
- c) 品名、规格、数量等是否与购买要求一致；
- d) 有无证书，是否在证书声明的有效期内；
- e) 如发现异常情况，应及时与研制单位或供应商联系。

4.2.3 保存和使用

4.2.3.1 标准物质验收合格后，标准物质管理人员应赋予明确的唯一性标识，并建立档案，包括证书、验收记录、唯一性标识、发放使用记录和期间核查记录等。

4.2.3.2 应按 CRM 证书中规定的使用和保存条件进行使用和保存。

4.2.3.3 如果 CRM 证书中规定了“一次性使用”，不应留存后反复使用。

4.2.3.4 对于可多次使用的 CRM，取样时应防止污染，采用“只出不进”的原则，并对开封后的包装单元给予恰当保存和包装。

4.2.3.5 当需要将 CRM 稀释成规定浓度的储备液或使用液时，应选用适当的保存容器和稀释剂，应按照检测标准方法中规定的稀释剂品种及浓度进行稀释配制。

4.2.3.6 应不低于 CRM 中规定的最小取样量取样。

4.2.3.7 若 CRM 已超过有效期，应及时报废销毁，若做其他用途，应予以注明和标识，确保不致误用。

4.3 标准溶液的管理

4.3.1 分类

标准溶液分类如下：

a) 标准滴定溶液；

注：标准滴定溶液配制标定记录见附录 A。

b) 杂质测定用标准溶液；

注：见 GB/T 602。

c) 溶解稀释类标准溶液。

注：使用 CRM 或其他有参考值的物质，经溶解、稀释后的标准溶液。

4.3.2 赋值和使用

4.3.2.1 标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液的配制和赋值分别按 GB/T 601、GB/T 602，以及方法标准对配制标准溶液的要求进行。

4.3.2.2 配制和储存标准溶液所用的容器应用洗涤剂如酸、重铬酸钾（K₂Cr₂O₇）洗液等洗涤，再用蒸馏水反复冲洗干净。储存容器还要用该标准溶液洗涤数次，避免改变标准溶液的浓度。

4.3.2.3 标定前应配制的待标定溶液充分混匀，用待标液反复洗涤滴定管后装液标定。

4.3.2.4 直接配制杂质测定用标准溶液时，所用的基准试剂应是容量分析工作基准试剂，并应按照配制标准溶液的要求对基准物质进行相应的预处理。

4.3.2.5 标定完毕后，应将标准溶液放入预先用标准溶液洗涤过的试剂瓶中密封保存，并贴上实验室统一标签，内容至少包括标准溶液名称、浓度、溶剂、配制日期、温湿度、有效期、配制人、复核人姓名。

4.3.2.6 对于有特殊要求的，实验室应按其特殊要求提供必要的保管条件。

4.4 标准物质（RM）的期间核查

4.4.1 核查计划

依据GB/T 27025-2019中6.4.10和RB/T 214-2017中4.4.6的要求，实验室应定期对标准物质进行核查，以保证标准物质质量值的可靠性。期间核查内容包括：核查方式、核查频率、核查人员及核查结果的判定等相关内容。

4.4.2 核查方式和频率

4.4.2.1 对未开封的 CRM，标准物质管理人员主要核查其外观状态、有效期限、存储条件 and 环境等要求是否满足该 CRM 的证书要求，确保该 CRM 量值的溯源性。

4.4.2.2 对已开封的 CRM，要确保其在有效期内使用，其使用及储存条件要满足证书上规定的要求。必要时，可以通过送有资质的检测/校准机构确认、进行实验室间的量值比对、以近期参加能力验证且结果满意的样品进行检查、采用质量控制图进行趋势检查等方式对其量值的稳定性进行核查。

4.4.2.3 由于标准物质在不同项目中的作用大小不一，实验室应根据具体情况确定期间核查的方法和频率，遵循简便易行且经济合理的原则。

4.4.3 核查结果的判定

4.4.3.1 标准物质期间核查结果的判定可分为传递比较法、实验室比对法和控制图法。

注：标准物质期间核查结果的判定见CNAS-GL03：2018中5.6条款。

4.4.3.2 若有RM的核查结果判定为不合格，应立即停止使用该标准物质，同时启动纠正措施，核查是否对之前的检测结果产生影响。

4.5 废弃标准物质和标准溶液的处置

实验室应制定废弃标准物质和标准溶液处理程序的相关规定，将废弃标准物质和标准溶液的管理纳入安全管理的职责范围内。对废弃标准物质和标准溶液进行安全评估，有毒有害的标准物质和标准溶液应按相关规定进行无害化处理，确保符合相关环保法规的要求，无法由实验室妥善处理的应分类存放，定期由具有资质的专业机构统一处理。

附 录 A
(资料性)
标准滴定溶液配制标定记录

标准滴定溶液配制标定记录见图A. 1。

标液名称		标液编号		配制浓度 (mol/L)		配制体积 (L)		药品试剂名称及批号	
耗用药品试剂量 $\square_g / \square_{ml}$		电子天平编号		溶液介质		移液管编号		配制日期	配制人
基准物名称及编号		电子天平编号		干燥/灼烧温度 (℃)		干燥/灼烧时间 (h)		干燥/灼烧设备编号	
滴定管编号		滴定管校正值 (ml)		标定的温湿度		执行标准		标定日期	有效期至
标 定									
标定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	
$\square$ 基准物质质量 m(g) $\square$ 量取体积 V(ml)									
滴定体积 V_t (ml)									
空白体积 V_0 (ml)									
温度补正值(ml)									
标定结果 c(mol/L)									
单人四平行标定平均结果(mol/L)		相对极差 (%)	$\leq 0.15\%$ ☐ 符合 $> 0.15\%$ ☐ 不符合			相对极差 (%)	$\leq 0.15\%$ ☐ 符合 $> 0.15\%$ ☐ 不符合		
双人八平行标定平均值(mol/L)			相对极差 (%)		$\leq 0.15\%$ ☐ 符合 $> 0.15\%$ ☐ 不符合	相对极差计算公式	$\frac{\text{最高值} - \text{最低值}}{\text{平均值}} \times 100\%$		
计算公式									
标定人员	主 标:				复 标:				
备注	1、每人四平行标定结果相对极差不得大于相对重复性临界极差 $[CR_{0.95}(4)]=0.15\%$ ，两人共八平行标定结果相对极差不得大于相对重复性临界极差 $[CR_{0.95}(8)]=0.18\%$ 。 2、在运算过程中保留 5 为有效数字，取两人八平行标定结果的平均值为标定结果，报出结果取 4 位有效数字。								

图A. 1 标准滴定溶液配制标定记录