

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ***—202×

食品分析基体标准物质研制 通用技术要求

General Technical Requirements for Food Analysis Matrix Reference
Materials Development

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布

食品分析基体标准物质研制 通用技术要求

JJF *** – 202×

General Technical Requirements for Food

Analysis Matrix Reference Materials

Development

本规范经国家市场监督管理总局于 202×年××月××日批准，并自 202×年××月××日起施行。

归口单位：全国标准物质计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：*****

本规范委托全国标准物质计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

*** (*****)

参加起草人：

*** (*****)

国家标准物质计量技术委员会 征求意见稿

目录

引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语及定义	1
4 食品基体标准物质分类体系	2
6 研制策划	3
6.1 需求评估.....	3
6.2 预期性能要求.....	3
6.3 研制可行性评估.....	3
7 制备	4
7.1 总则.....	4
7.2 候选物原料采集.....	4
7.3 候选物制备.....	4
8 适用性与互换性评估	7
8.1 适用性评估.....	7
8.2 互换性评估.....	7
9 均匀性评估	7
9.1 测量方法.....	7
9.2 瓶间均匀性评估.....	8
9.3 瓶内均匀性评估.....	8
9.4 均匀性数据的统计处理与结果评价.....	8
10 稳定性评估	8
10.1 测量方法.....	8
10.2 长期稳定性评估.....	8
10.3 短期稳定性评估.....	9
10.4 稳定性评估实验设计.....	9
10.5 与稳定性管理有关的使用说明.....	9
11 定值	9
11.1 计量溯源性.....	9
11.2 定值方式选择.....	10
11.3 定值方法选择与质量控制.....	10
12 不确定度评定	11
13 定值结果的表示	11
14 储存与运输	11
14.1 储存.....	11
14.2 运输.....	11
15 研制报告	11
16 证书和标签	11

引言

食品种类繁多、基体复杂，含有天然或添加的营养成分以及各环节引入的危害成分等，这些成分理化性质差异大、含量范围宽、分析技术多样。因此，食品中分量测量结果影响因素复杂，急需基体标准物质用于实验室测量方法/程序的确认和质量控制，保证测量结果可靠、可比，支撑测量结果的国际互认。

本规范根据国际计量委员会物质的量咨询委员会（CIPM-CCQM）关于食品基体中分量测量能力互认的分类体系，按照食品基体中脂肪、蛋白质、碳水化合物三种宏量营养成分的含量水平，将基体分为九大类；按照食品中特性成分含量水平，分为常量、微量、痕量、超痕量等四个含量水平；按照理化性质，将特性成分分为极性和非极性两大类，从三个维度规定我国食品中成分分析基体标准物质的分类以及应用范围。

本规范规定了食品基体标准物质研制的候选物制备、适用性与互换性评估、均匀性与稳定性评估、定值方式与不确定度评估、储存运输、使用的基本原则和要求，指导食品基体标准物质研制。

本规范以 JJF 1342《标准物质研制（生产）机构通用要求》、JJF 1343《标准物质的定值及均匀性稳定性评估》和 JJF 1218《标准物质研制报告编写规则》等为指导原则，结合食品基体标准物质特点制定。使用本规范时，应同时执行上述相关规范。

本规范为首次发布。

食品分析基体标准物质研制-通用技术要求

1 范围

本规范规定了食品分析基体标准物质的分类体系、候选物制备、实用性与互换性评估、均匀性与稳定性评估、定值方式与不确定度评估、储存运输、使用的基本原则和要求。

本规范适用于食品中有机成分分析用标准物质的研制，也可以用于相关质量控制样品的研制，无机成分、放射性物质分析等标准物质可参考本规范。

2 规范性引用文件

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1005 标准物质通用术语和定义

JJF 1186 标准物质证书和标签要求

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1218 标准物质研制报告编写规则

JJF 1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF 1343 标准物质的定值及均匀性稳定性评估

JJF 1645 质量控制物质的内部研制

3 术语及定义

JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1005《标准物质通用术语和定义》中规定的术语及以下术语适用于本规范。

3.1 AOAC 食品成分三角 AOAC food composition triangle

美国官定分析化学家协会（AOAC International）对食品基体组成成分的分类体系，由基于脂肪、蛋白质和碳水化合物含量的九个区域组成，三角形的每个顶点和边分别定义为脂肪、蛋白质和碳水化合物三种成分相对含量的 100 %和 0 %（图 1）。该体系可用于在特定区域中选择一种或两种食品来代表该区域中大多数食品的属性，以进行分析方法验证，从而证明一种分析方法对多种食品的适用性。

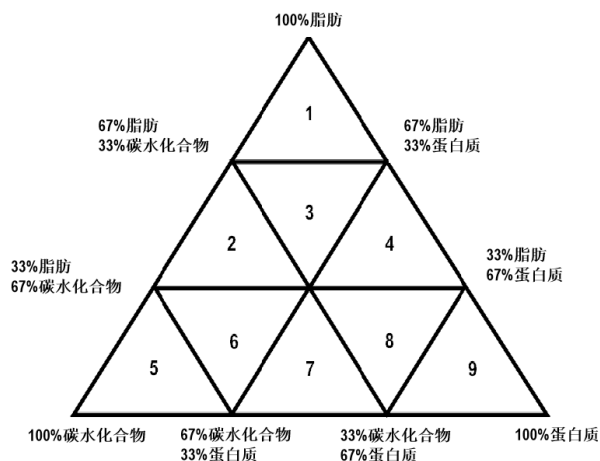


图1 AOAC 食品成分三角（基于脂肪、蛋白质和碳水化合物相对含量）

3.2 真空冷冻干燥（vacuum freeze drying）

一种将物体首先进行冻结以固定其生物特性及结构，然后在真空条件下进行干燥（即将物体中的固体水分直接升华为气态），从而达到脱水目的的技术。

3.3 辐射灭菌（radiation sterilization）

一种照射样品以破坏微生物及其孢子从而达到灭菌目的的技术，辐射类型包括：钴-60 γ 射线、X 射线和电子束等。

4 食品基体标准物质分类体系

4.1 按照食品基体分类

参照 AOAC 食品成分三角，依据食品中脂肪、蛋白质和碳水化合物含量水平将食品基体分为九个区域，代表九类食品基质，选择一个或两个代表每个区域的食物基体，用于研制一系列代表该区域（类）食品的食物基体标准物质。

4.2 按照特性值（目标分析物含量）范围分类

根据食品中特性成分的含量水平不同，分为 4 类：

- 1) 常量：在 1 g/kg 和 1 kg/kg 之间
- 2) 微量：在 1 mg/kg 和 1 g/kg 之间
- 3) 痕量：在 1 μ g/kg 和 1 mg/kg 之间
- 4) 超痕量：小于 1 μ g/kg

4.3 按照特性(目标分析物)理化性质

食品中典型的成分分析目标物包括：食品添加剂、农药、兽药、生物毒素、环境污染物质、加工危害物、非法添加物、营养成分和其他物质等。按照特性成分极性，

分为 2 类：

- 1) 极性化合物 ($pK_{ow} > -2$)
- 2) 非极性化合物 ($pK_{ow} \leq -2$)

食品分析基体标准物质研制的通用技术要求将基于此分类体系，规范相关基体标准物质研制的通用要求和原则。

5 命名与特性值表达

5.1 标准物质的命名

标准物质的命名，应选用下列形式：

1) 表明基体与特性成分的命名形式。“**中**、**、**（成分分析/残留分析）标准物质”。一般地，特性成分不多于 5 个，采用该种命名形式。

例：“奶粉中维生素 B6 成分分析标准物质”、“猪肉粉中克伦特罗、沙丁胺醇、莱克多巴胺残留分析标准物质”。

2) 表明标物用途的命名形式。“**（成分分析/残留分析）标准物质”。一般地，特性成分在 5 个以上，采用该种命名形式。

例：“南瓜粉 20 种成分分析标准物质”、“黄瓜粉中 10 种农药残留分析标准物质”。

5.2 特性值的表示

推荐采用特性成分的质量分数，例如： mg/kg 、 $\mu\text{g/kg}$ 、 mg/L 、 $\mu\text{g/L}$ 等。

6 研制策划

标准物质研制机构承担标准物质研制（生产）项目的策划和管理、特性值及其不确定度的赋予，特性值的认定和报批不能分包。

6.1 需求评估

根据市场监管、出口贸易、食品安全风险评估等需要，进行食品基体标准物质的需求评估，根据食品分析基体标准物质分类体系，评估食品基体类型、目标成分含量水平、理化性质等维度的代表性和科学性，确定研制品种、类型及制备规模。

6.2 预期性能要求

标准物质的特性值、不确定度、包装方式等应满足用于食品中成分分析的测量程序校准、确认与质量控制等要求。

6.3 研制可行性评估

1) 评估食品分析基体标准物质候选物或原料的可获得性和持续供应能力，对

于生物毒素等特殊候选物说明安全管理风险。

2) 评估食品分析基体标准物质定值方式、预期不确定度及计量溯源性。

7 制备

7.1 总则

候选物的原料应满足适用性、代表性以及可复制的原则。

特性应尽可能的与应用场景下检测样品的特性一致，均匀性、稳定性和特性值范围应适合该标准物质的用途。

应有足够的量，包括制备单元量以及单元规格，以满足在应用场景下的使用需要。

7.2 候选物原料采集

通常，候选物原料应优先选择自然状态的样品，如：种养殖条件获得的植物源和动物源食用农产品、加工工业生产的食品等原料。自然状态的原料不能满足实际需要的特殊情况下，可以通过混合和添加等方式制备候选物，需通过与自然状态的原料比较，评估是否会对实际应用产生显著影响，必要时可进行互换性评估。当在自然状态样品中，特性成分与基体内源成分以结合形态存在时（如：鱼肉中硝基咪唑代谢物、蜂蜜中磺胺类抗生素、猪肉中沙丁胺醇等），原则上不能采用添加制备方式。

应选择合适的原料采集设备和包装容器，防止制备过程污染或特性成分变化，尤其要防止对预期测量过程有潜在影响的干扰物的引入。

在采集动物源候选物原料的时候，应说明候选物来源的合法性。

7.3 候选物制备

7.3.1 一般要求

根据候选物原料中脂肪、蛋白质、碳水化合物等的含量，固态、液态等类型的不同，以及特性成分含量水平和理化性质，选择合适的加工程序、制备工艺。

候选物的制备应保证其均匀、稳定，必要时可添加稳定剂防止特性成分的量值变化以及基体本身腐败变质，并建议考察候选物的互换性。

7.3.2 碳水化合物类基体的制备

候选物制备前应根据原料的不同和应用场景需要进行必要的预处理，制备工艺流程见图 1。

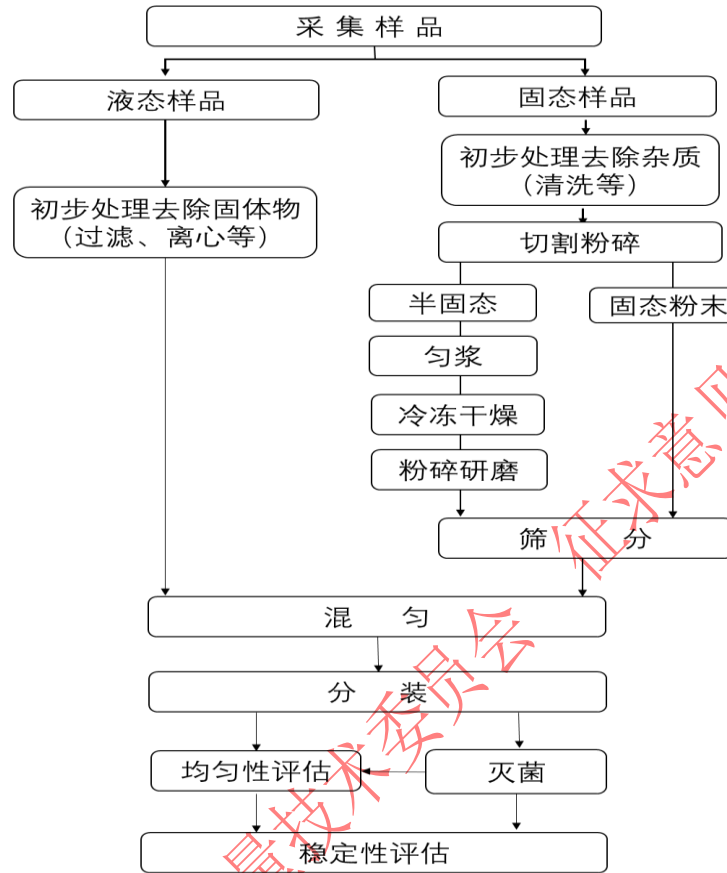


图 1 碳水化合物类基体的制备工艺流程图

1) 固体候选物

固体候选物的制备一般分为清洗、干燥（或者冻干）、粉碎、研磨、筛分、混匀、灭菌等步骤。固体候选物含水量较高时，建议采用真空冷冻干燥进行脱水处理，当采用直接干燥法时，应注意特性值以及基体成分的稳定性。

固体干基分装候选物的制备粒度应满足测试方法对样品均匀性的要求，若标准物质均匀性受粒度影响，制备后应进行粒度分析，确定候选物粒度分布情况。

2) 液体候选物的制备一般分为过滤、混匀、灭菌等步骤。

3) 灭菌方式，包括辐照、巴氏等多种方法，应在保证基体成分和特性值稳定的前提下选择适合灭菌方式。如候选物稳定性好，可不进行灭菌处理。

7.3.3 脂肪类基体的制备

候选物制备前应根据原料来源和应用场景需要进行必要的预处理，制备工艺

流程见图 2。

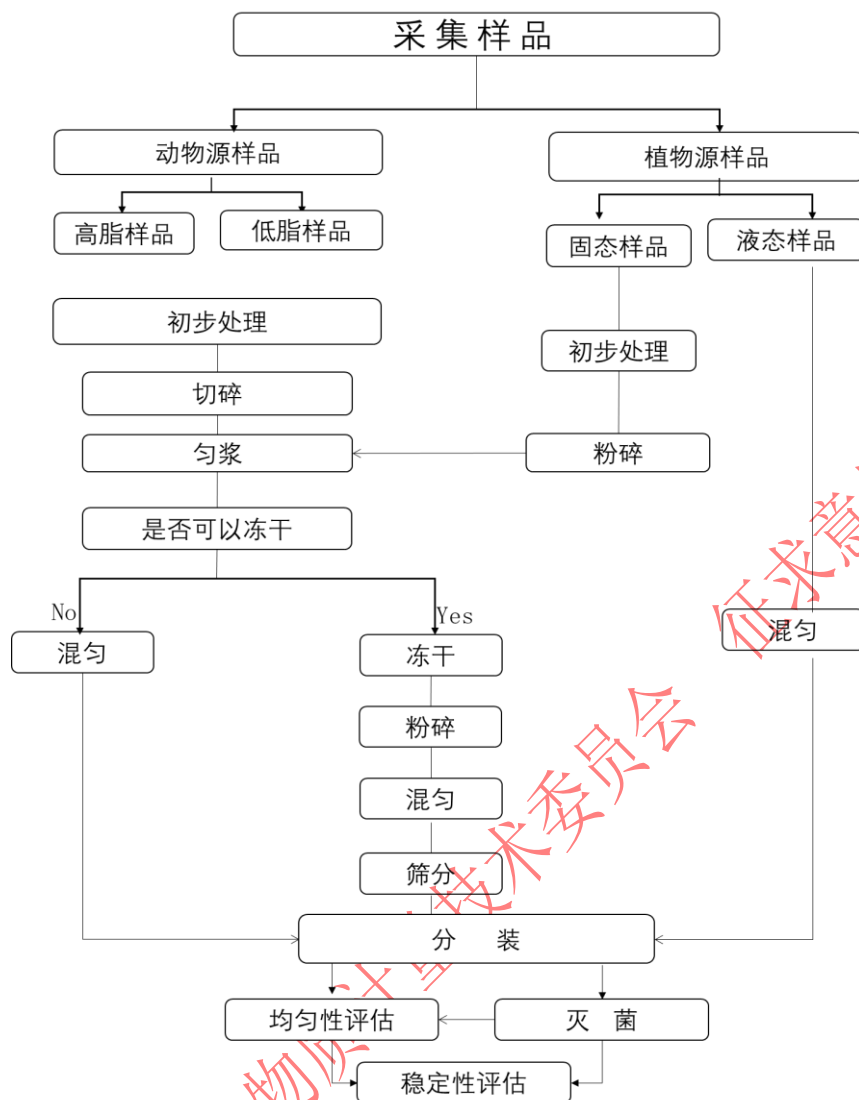


图 2 脂肪类基体的制备工艺流程图

根据脂肪含量，评估选择标准物质制备工艺。通常，高脂肪样品无法冻干制备成干粉状态，可选择冷冻匀浆态。植物油等液态样品可直接混匀、分装制备。

7.3.4 蛋白类基体和其他基体的制备

候选物制备前应根据原料和应用场景，参照 7.3.2 和 7.3.3 节工艺进行制备。

7.3.5 候选物的分装与包装

批量样品加工之后需进行分装及包装。为确保标准物质足够均匀和稳定，需重点考虑分装程序与包装等因素。

加工得到均匀的批量样品后，分装过程应保持样品的均匀性，即分装过程本身或完成批量样品分装的时间内，不能重新引入不均匀性。分装可以多种方式进行。

为确定最合适的包装形式，可能需要提前针对特定标准物质开展实验，包括空白研究。如果所研制标准物质可能重复使用，应评估重复打开及封闭样品包装容器造成的影响。如果仅允许一次性使用，应考虑包装对于一次性使用的可控性。

8 适用性与互换性评估

8.1 适用性评估

1) 基体类型适用性评估，需要对日常食品样品前处理和测定等测量程序有一定的了解，从而可以判断日常样品与标准物质基体状态的差异，是否导致特性成分在特定测量程序下的测量结果发生偏差。例如，冻干粉类基体与高水分含量的天然食品基体可能存在差异。

2) 特性成分及其量值适用性评估

特性成分与基体成分（如蛋白、糖等）存在结合时，种养殖来源的标准物质候选物与添加样品存在差异，需要对添加制备标准物质的适用性进行评估和说明。

特性值范围应尽可能与日常检测样品的含量分布范围相近。通常需要对若干候选物的特性值进行预先测量和筛选，以便能够选择或制备合适含量水平的标准物质。

8.2 互换性评估

凡是用于不同原理测量程序的基体标准物质，应进行互换性评估。基体标准物质的互换性仅存在于测量方法和比对方法之间，任意一个方法原理上发生变化时，需重新评估互换性。如果标准物质仅适用于特定测量程序，无需开展互换性评估。互换性评估不是对所有标准物质的强制要求，但对某些重要类型的标准物质则是必须的。

注：具体要求参考 JJF 1343。

9 均匀性评估

9.1 测量方法

应选择经过确认、具有足够重复性的测量方法，一般应不低于定值方法的精密程度、具有足够的灵敏度且能溯源。

某些实际情况下，对全部目标特性值进行均匀性评估在技术或经济上是不可行的，只选择个别特性值进行均匀性评估，此时应确保其具有对其他特性的代表性如建立在某种物理或者化学关系的基础上。

9.2 瓶间均匀性评估

瓶间均匀性评估反应不同单元间测量结果的变动性。瓶间均匀性评估有两种典型的实验设计方案。一种为每个单元可以单独抽取子样，抽取不同单元后，每个单元抽取多个子样进行单独的样品前处理和样品分析；对于瓶内均匀性好的样品，如白酒等，可将该方案进行简化，抽取不同单元后，在其中一个单元抽取多个子样，进行单独的样品前处理和样品分析。另一种是不能抽取子样或由于一些原因没有抽取子样的情况，可在前处理后重复测量。

9.3 瓶内均匀性评估

瓶内均匀性评估值适用于候选标准物质的每个单元能够抽取子样的情况。在单元内抽取多个子样，进行单独的样品前处理和样品分析。

瓶内均匀性评估反映最小取样量对整个样品单元的代表性。因此应确保日常分析中的取样量不少于最小取样量。

9.4 均匀性数据的统计处理与结果评价

一般采用单因素方差分析法进行标准物质均匀性评估。某些情况下也采用双因素分析法。将均匀性方差结果与该特性值标准不确定度的预期目标进行比较，若不显著，则标准物质视为均匀，应计算不均匀性引入的不确定度分量。否则需重新进行均匀化处理。

注：均匀性评估应符合 JJF 1343 要求。

10 稳定性评估

10.1 测量方法

应选择不低于定值方法精密度和具有足够灵敏度的测量方法进行稳定性检验，并注意操作及实验条件的一致。

当标准物质有多个特性值时，某些实际情况下，对全部目标特性值进行均匀性评估在技术或经济上是不可行的，应选择易变的和有代表性的待定特性值进行稳定性检验。

10.2 长期稳定性评估

在贮存条件下，较长周期内定期地进行标准物质待定特定值的稳定性评估，考察标准物质的特性值保持在规定范围内的能力。稳定性评估时间间隔可以按照先密后疏的原则安排，在预期有效期内应由多个时间间隔的稳定性评估数据，同时

记录稳定性评估期间的条件，如光照、温度、湿度等，并以此为依据给出标准物质在特定保存条件下的有效期限。

10.3 短期稳定性评估

通过模拟运输及恶劣条件下的温度、放置方式等考察标准物质在特定条件下的短期稳定性，通常在不同温度下进行，以考察温度对于标准物质特定特性值的影响。此外，应根据食品基体特性增加相应的短期稳定性评估条件，例如光照等的影响。

10.4 稳定性评估实验设计

稳定性评估有经典稳定性评估和同步稳定性评估两种基本实验设计方案。经典稳定性评估是将同时制备的多个样品，在相同条件下随着时间的延续进行测量；同步稳定性评估是将所有样品保存在相同的参考条件下，且假设此条件下可以不考虑不稳定性的影响。然后定期将样品放置在稳定性评估所需要的环境条件保存，最后将所有取出的样品在重复性条件下完成测试。两种方案都适用于长期和短期稳定性评估，可根据实际情况选择。

10.5 与稳定性管理有关的使用说明

食品基体标准物质因含有脂肪、蛋白质、碳水化合物等，其物理化学过程不易控制，一般保存条件较为苛刻，有必要明确打开包装之前和之后（如果存在该情况）的推荐保存条件，以及必要的对打开包装后使用时限的限制。在允许重复取样的情况下，应说明包括预防污染的措施和开封后标准物质单元的保存方法。如果重复取样对特性值造成影响，例如反复冻融或氧化降解，应加以注明。

注：稳定性评估应符合 JJF 1343 要求。

11 定值

11.1 计量溯源性

计量溯源性是确保测量结果（包括标准物质定值结果）能够在不同时间与空间准确可比的关键。

食品基体标准物质的特性值需要溯源到适当的单位或参考标准。应基于标准物质的预期用途选择适当的溯源方式。例如，应尽量选择具有计量溯源性的有证标准物质作为校准标准，天平、检测器等需进行相应的检定校准。

11.2 定值方式选择

对于有证标准物质，通过定值得到的认定值应是对真值的最佳估计，而不仅是总体均值。认定值与“真值”的偏差不应超过规定的测量不确定度。应清晰定义认定值的计量溯源性，提供认定值溯源至规定参照对象的证明，并评定定值引入的不确定度分量。定值可以在一家或多家实验室采用一种或多种方法进行。定值的基本方式包括：

1) 一家实验室采用原级或权威机构认定参考测量程序定值。例如，经过国际计量比对验证并获得国际等效互认的测量程序；

2) 一家或多家有能力的实验室采用两种或两种以上可证明准确度的方法，两种或两种以上方法的测量原理应不同；

3) 由具有能力的实验室组成网络（不少于8家实验室），采用一种或者多种可证明准确度的方法；

4) 基于标准物质制备中使用的配制原料的质量或体积，采用配制值作为认定值。该种方式仅适用于核验分析方法不需要经过样品预处理，采用直接进样的方式测量时。

注：具体定值要求参考 JJF1343。

11.3 定值方法选择与质量控制

可根据食品基体标准物质类型、特性成分的含量水平和理化性质等选择合适的定值方法。所选定值方法应在溯源性和不确定度水平上满足标准物质预期用途的要求。

为确保定值结果的可靠性，定值方法应进行严格的前处理、仪器分析方法、定量方法等的优化和验证，实施充分的质量控制措施。

1) 应用额外的基体标准物质、质量控制样品或通过基质添加等方式进行方法优化与验证。

2) 对于易出现背景干扰的特性值，前处理及仪器分析过程中进行必要的空白控制。

3) 当采用同位素稀释质谱法 (IDMS) 作为参考测量程序进行标准物质定值时，应参照相关规范建立方法并进行方法确认，有条件的情况下，应参加国际计量比对。除了采用参考测量程序测量，强烈建议采用另一独立测量程序开展确认测量，证明

没有过失误差。

12 不确定度评定

不确定度评定应符合 JJF 1059.1 和 JJF 1343 的相关要求。

13 定值结果的表示

对于有证标准物质，完整的定值结果应包含两部分：

- 1) 被测特性的最佳估计值 x_{CRM} ，也称标准物质的认定值或标准值；
- 2) 该认定值或标准值的包含区间或扩展不确定度 U_{CRM} 及包含因子，并指明包含概率。

当某些特性的定值未达到规定要求或不能给出不确定度的确切值时，可作为指示值（又称作参考值或信息值）给出，表示方式是将数值加括号。

14 储存与运输

14.1 储存

评估标准物质所有相关特性在建议储存条件下的稳定性（长期稳定性），并据此选择保存条件。建议对储存区域的温度、湿度等进行日常检查和记录，以利于在发生意外时，将标准物质转移至其他地方储存或评估标准物质的持续适用性。

14.2 运输

运输条件的选择应以运输稳定性（短期稳定性）评估结果为依据。

15 研制报告

研制报告应符合 JJF 1218 的要求。

16 证书和标签

标准物质证书和标签应符合 JJF 1186 的要求。

证书需包含文件标题、标准物质唯一标识、标准物质名称、标准物质概述、预期用途、特性值及不确定度、计量溯源性、定值测量方法、最小取样量、有效期(限)、适用性、互换性（如有必要）、储存和运输条件、标准物质研制机构名称和联系方式、页码、版本等。必要时，证书应提供附加信息或建议，以保证该食品基体标准物质的正确保存和使用，例如混合程序、干基校正、干粉复溶、添加稳定剂信息说明等。

国家标准物质计量技术委员会 征求意见稿