

《有机分析溶液标准物质研制技术规范》

编写说明

一、任务来源及规范起草经过

本规范制定任务由国家市场监督管理总局办公厅于 2021 年下达的国家计量技术规范项目制修订项目立项的通知（市监计量发[2021]2062 号）。

有机分析溶液标准物质广泛应用于仪器检定校准、基体标准物质赋值、方法确认评价、测量质量控制等，是重要的溯源性源头。有机分析溶液标准物质不仅使用方便，可以减少检测误差，尤其是对于检测机构，选择有机分析混合溶液标准物质可以大大提高检测效率。有机分析溶液标准物质涉及食品、环境、农业、临床、药物、能源、石油化工、建筑材料、司法刑侦、材料等领域，关乎多个应用领域的量值溯源。因此，溶液标准物质作为多功能的校准“标尺”，是目前机构研制最多的一类标准物质。国内外有机分析溶液标准物质主要采用重量法和容量法制备，采用制备值或者测量值作为标准物质的量值。有机分析溶液标准物质研制涉及有机化合物的稳定性、挥发性、含量（ng/g 至 g/g）等不同特性，因此溶液标准物质的试剂原料、制备方式、定值方法、稳定性保障等对标准物质的量值有重要的影响。同时，针对我国的检测标准方法，多组分检测占比大，因此多组分的有机分析混合溶液标准物质研制将是未来溶液标准物质研制的发展趋势，尤其是多组分的制备条件、互为干扰杂质的测量与评估、量值确定方式、不确定度评估等是多组分溶液标准物质研制的技术重点。有必要制定相应的规范，对有机分析溶液标准物质的制备和定值进行规范。

我国的基体中有机分析溶液（CMC）数量为 141 项，CMC 数量不仅位居全球前列，而且涉及农药、兽药、污染物、添加剂等多种类型。为保证各类溶液标准物质质量值的准确性，制备和定值技术是关键。

有机分析溶液标准物质占我国目前溶液标准物质的 70%，是非常重要的标准物质的组成部分，对测量溯源性保障具有重要意义。

针对上述需求，中国计量科学研究院于 2021 年通过全国标准物质计量技术委员会向国家市场监督管理总局提出本规范的应用，列入 2021 年国家计量技术规范制定追加项目，项

目名称《有机分析溶液标准物质研制技术规范》。

2022.01-2022.03 进行初步调研

2022.04-2022.12 起草了草案初稿

2023.01- 2023.07 在起草小组内征求意见稿，修改文本

2023.07- 征求意见

二、 制定规范主要的参考资料和依据

本规范部分内容及术语参考以下文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1005 标准物质通用术语和定义

JJF1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

JJF 1507 标准物质的选择与应用

JJF 1855 纯度标准物质定值计量技术规范 有机物纯度标准物质

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 35655 化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南 色谱分析

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修订本）适用于本规范。

三、 适用范围

本规范规定了有机分析溶液标准物质研制的有机化合物候选物选择、溶剂选择、标准物质的制备、分装、分离与检测、均匀性评估、稳定性评估、定值、保存等方面的要求，用于规范有机分析溶液标准物质的研制。

四、 规范的主要内容及主要技术关键

4.1 主要内容

1) 范围

该部分明确了规范的应用范围，说明了本规范内容适用于指导有机分析溶液标准物质定值。

2) 规范性引用文献

该部分引用了计量、标准物质和化学分析方法确认验证的相关规范。

3) 术语和定义

该部分定义了有机分析溶液。

4) 标准物质的制备

该部分对有机化合物物候选物选择、溶剂选择、溶液标准物质的配制、标准物质的分装等方面进行了详细描述。

5) 分析与检测

该部分对仪器要求、检测方法、方法验证做了说明。

6) 均匀性、稳定性评估

该部分主要参考 JJF1343 对均匀性和稳定性的要求进行了描述。

7) 标准物质定值

该部分对标准物质采用制备值和测量值进行了详细的说明。

8) 标准物质不确定度评定与表示

该部分针对制备值和测量值两种不同方式，进行了不确定度评估的说明。

9) 溯源性

该部分对有机分析溶液标准物质定值的计量溯源性关键点进行了说明。

10) 比对验证

该部分对采用同类有证溶液标准物质对研制的标准物质定值结果进行比对验证进行了说明。

11) 定值结果表示

12) 标准物质的保持与使用

4.2 技术关键

1) 范围

规范的范围是有机化合物的溶液标准物质研制；本规范主要适用于相对分子质量<5000 的有机化合物。

2) 标准物质制备

有机分析溶液标准物质制备有三个重要部分，有机化合物选择、溶剂的选择以及溶液的配制。有机化合物可采用国家有证标准物质或者高纯化合物原料，要对有机化合物

的形式、稳定性进行充分评估。采用制备值为标准值的溶液标准物质，需进行纯度定值和不确定度评定；溶剂要考虑到溶解度、稳定性、背景干扰等因素；制备采用的仪器或装置须开展了检定/校准；多组分溶液标准物质制备须考虑稳定性与相互转化的研究。

3) 标准物质定值

有机分析溶液标准物质主要采用制备值和测量值。单组分和多组分制备值需要充分考虑纯度、互为杂质校准等关键因素。对于测量值，则需要开展充分的定值方法研究，保障定值的准确和溯源性。

4) 不确定度评定

根据标准物质定值方式，开展不确定度评估，制备值不确定度评定主要包括纯度标准物质或纯品质量分数、天平称量或容量瓶定容等因素。如果存在多组分互为杂质，则需要对杂质进行定量和不确定度评定。测量值的不确定度评定则根据不同的校准方法，开展不确定度评估。

国家标准物质计量技术委员会 规范编写说明