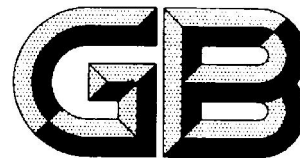


ICS XXXX
XX



中华人民共和国国家标准

GB/T XX.XXX—201X

化学分析实验室质量保证及质量控制指南

Standard Guide for Accountability and Quality Control in the Chemical Analysis
Laboratory

(征求意见稿)

201X-XX-XX 发布

201X-XX-XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局

中国国家标准化管理委员会

发布

目次

前言	
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	2
4 质量保证.....	3
4.1 总则	3
4.2 管理要求	4
4.3 技术要求	4
5 质量控制	9
5.1 过程控制要求	10
5.2 结果质量控制.....	19
5.2.1 内部质量控制.....	19
5.2.2 外部质量控制.....	22
附录 A (资料性附录)	23
参考文献.....	24

前言

本标准由全国认证认可标准化技术委员会（SAC/TC 261）提出并归口。

本标准由中国合格评定国家认可中心负责起草。

本标准起草单位：中华人民共和国沈阳出入境检验检疫局、大连质检所、中国合格评定国家认可中心、中科院沈阳应用生态研究所、东北大学、辽宁出入境检验检疫局、辽宁省分析科学研究院。

本标准主要起草人：金雁、徐宜宏、刘瑜、贾东、王亚宁、韩庆、王瑜、李军、常健。

化学分析实验室质量保证及质量控制指南

1 范围

本标准规定了化学分析实验室质量控制的管理要求、技术要求、过程控制要求和结果的质量保证要求。

本标准适用于从事食品分析、生物化学、环境科学等化学分析实验室的质量保证和质量控制。其他科学领域的化学检测实验室亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1.1 标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则 (GB/T 1.1-2000, ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, NEQ)

GB 8170 数字修约规则

GB/T 15483.1 利用实验室间比对的能力验证 第 1 部分：能力验证计划的建立和运作 (GB/T 15483.1-1999, idt ISO/IEC 导则 43-1:1997)

GB/T 19000 质量管理体系 基础和术语 (GB/T 19000-2000, idt ISO 9000:2000)

GB/T 20000.1 标准化工作指南 第 1 部分：标准化和相关活动的通用词汇 (GB/T 20000.1-2002, ISO/IEC Guide 2:1996, MOD)

GB/T 27000 合格评定 词汇和通用原则 (GB/T 27000-2006, ISO/IEC 17000:2004, IDT)

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求 (GB/T 27025-2008, ISO/IEC 17025:2005, IDT)

JJF 1059 测量不确定度评定与表示

VIM 国际通用计量学基本术语 [由国际计量局 (BIPM)、国际电工委员会 (IEC)、国际临床化学和实验医学联合会 (IFCC)、国际标准化组织 (ISO)、国际理论化学和应用化学联合会 (IUPAC)、国际理论物理和应用物理联合会 (IUPAP) 和国际法制计量组织 (OIML) 发布]

GB/T 22275.1 良好实验室规范实施要求 第 1 部分：质量保证与良好实验室规范 (GB/T 22275.1-2008)

分析化学实验室内部质量控制指南 [IUPAC/ISO/AOAC 分析实验室内部质量控制体系协调研讨会发布]

3 术语和定义

GB/T 27025、GB/T 15483.1、GB/T 19000、GB/T 20000.1、GB/T 27000 和 VIM中确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1 最高管理者 top management

在最高层指挥和控制实验室的一个人或一组人。

3.2 实验室管理层 management personnel of laboratory

在实验室最高管理者领导下负责管理实验室活动的人员。

3.3 作业指导书 operating instructions

对实验室工作具体实施方案、方法和程序等的详细说明或指导性文件。

3.4 实验室能力 laboratory capability

实验室进行相应检测所需的物质、环境、信息资源、人员、技术和专业知识。

3.5 标准操作规程 standard operating procedures

描述如何进行试验操作或试验活动的文件化规程,其内容一般在试验计划书或试验准则中不作详细描述,仅引用其代码。

3.6 质量控制 quality control

为达到质量要求所采取的作业技术和活动。

3.7 内部质量控制 internal quality control

指由实验室人员建立的一系列程序,对测试操作和检测结果实施连续性监测的过程,旨在判断对外发布的检测结果是否足够可靠。

3.8 质量保证 quality assurance

指检测机构采取有计划和有组织的措施来确保产品或服务满足所规定的质量要求。

3.9 检测 test

按照规定程序,对确定给定产品的一种或多种特性进行处理或提供服务所组成的技术操作。

3.10 原始数据 raw data

在试验中记载检验或研究工作的原始记录和有关文书材料,或经核实的复印件,包括观察记录、试验记录本、照片、色谱图、缩微胶片、磁性载体、计算机打印资料、自动化仪器记录材料、标准物质保管记录等。

3.11 质控样品 control sample

已知样品成分含量、可用于重复性测试及控制测试过程准确度的样品。

3.12 对照物质 reference substance

在试验中与供试物进行比较的物质。

3.13 测量不确定度 uncertainty of measurement

指合理地赋予被测量值与真值之间的分离度大小,是对检测结果做解释时相互联系一并报告的参

数。

3.14 溯源性 traceability

指一个测量结果或者一个评估标准具有一种特性,这种特性是同已成为国家标准或国际标准的特定参考物进行比较的,完整具备同所有不确定因素之间有可追溯的关联性。

3.15 标准物质 reference material

指具有一种或多种足够均匀和确定的特征,用以校准测量工具、评价测量方法或给测试材料赋值的材料或物质。

3.16 有证标准物质 certified reference material

指附带有证书的标准参考物质,是在可追溯程序的控制下获得鉴定的标准物质。用有证标准物质可实现对一个或多个特定的数值,用某一度量单位精确地表达至最小测量值,可使该测量值得到准确的溯源重现。每一种有证标准物质在其指定的置信水平上都有一个不确定度。

4 质量保证

质量保证是指检测机构采取有计划和有组织的措施来确保产品或服务满足所规定的质量要求。质量保证是进行可靠分析的重要基础。质量保证与下列事项及其达到的水平有关,如人员培训和管理、适当的实验环境、安全、储存、样品完整性和同一性、记录的保存、设备维护和校准、经技术验证后的方法和标准方法的应用。在这些范围内缺乏任何一项都可能对获得理想数据产生重要影响。

4.1 总则

4.1.1 要求

4.1.1.1 实验室应有一个书面的质量保证计划,以确保实施的研究遵循实验室操作规范。

4.1.1.2 质量保证计划应由管理者指定的并直接向管理者负责的一个或几个熟悉试验程序的人执行。

4.1.1.3 质量保证人员不能参与其负责质量保证的研究的执行。

4.1.2 质量保证检查

质量保证计划通常基于下列检查类型:

- a) 基于研究的检查: 这类型的检查根据研究的进度来安排检查时间表,通常首先确定研究的关键阶段;
- b) 基于设施的检查: 这类型的检查不是基于特定的研究,而是覆盖了一个实验室内的通用设施和活动(安装、支持服务、计算机系统、培训、环境监测、维护和校准等);
- c) 基于过程的检查: 这类型的检查也与特定研究无关。它们被用来监督具有重复性质的程序或过程,通常这类检查是随机进行的。当某个过程在实验室内频繁进行并且通过“基于研究的检查”无法或不能有效监督时,需要进行这种类型的检查。应该注意,对高频率发生阶段进行基于过程的检查,可能会导致一些研究在实验阶段中没被检查到。

4.1.3 质量保证的计划和対质量保证活动及方法的论证

4.1.3.1 质量保证部门应合理地计划它的工作,质量保证部门的计划流程以及质量保证的运作,包括检查的实施、记录和报告等,都应有标准操作程序。质量保证部门应有一份注明已计划的和进行中的研究的

清单，这些表和清单对计划质量保证活动和评估质量保证工作量来说是必需的。

4.1.3.2 如同实验室操作规范所涵盖的任何其他操作程序，检查和审核的质量保证计划应提交给管理者确认。质量保证人员和管理者应都能判定所选择的方法适合于其任务的实施。

4.1.4 质量保证检查的报告

实验室监督部门可能要求获取有关检查类型及检查日期，包括被检查的试验阶段的信息。然而，质量保证检查报告的内容通常不在实验室监督部门的检查之列，因为这会给质量保证人员编写检查报告带来约束。不过监督部门可以偶尔查看检查报告的内容，以便核实质量保证工作是否充分发挥了作用。但他们不应仅仅通过检查这些报告，就简单地认定在研究执行过程中存在缺陷。

4.1.5 数据和最终报告的审核

4.1.5.1 质量保证人员可以采用多种方式对研究项目的原始数据进行审核。质量保证人员可在研究的实验阶段、检查过程中或最终报告的审核过程中，对记录进行检查。管理者应确保最终报告都要经过质量保证人员的审核。

4.1.5.2 最终报告审核的目的是为了确认以下内容：研究按照研究计划和标准操作程序执行；报告包含了实验室操作规范要求的所有要素；报告内容是连贯、一致的；原始数据完整且符合实验室操作规范。

4.1.5.3 在签署质量保证声明前，质量保证人员应确保所有在质量保证审核中提出的问题已在最终报告中被适当的说明，应采取的改正措施都已完成，并且报告无需修改和进一步审核。

4.1.5.4 任何对已完成最终报告的校正和补充应经质量保证人员审核。此时需提供一份修订的或补充的质量保证声明。

4.2 管理要求

GB/T 27025-2008 中的管理要求内容适用于本部分。包括：组织和管理、管理体系、文件控制、质量与技术记录、服务客户、投诉处理、不符合工作控制、纠正措施、预防措施、内部审核、管理评审、持续改进等内容。

4.3 技术要求

4.3.1 采购服务与供给

4.3.1.1 实验室应制定选择和购买供应品与服务的政策和程序，包括试剂和易耗品的购买、验收和存储程序。

4.3.1.2 实验室应确保购买的所有影响检测质量的供应品、试剂和易耗品，只有在经检验或以其他方式验证了符合有关检测方法中规定的标准规范或要求之后才投入使用。选择的服务和使用的供应品应符合规定的要求。应保存有关符合性检查的记录。

4.3.1.3 实验室应制定对重要的试剂和易耗品（包括标准物质、化学试剂、实验用水等）以及对检测结果有重要影响的的服务的质量控制措施，或编制符合性检查工作指导书，其中包括符合性检查项目和符合性检查标准。

4.3.1.4 实验室采购文件在发出之前，其技术内容应经过审查和批准。采购文件的内容可包括：供给和易耗品的形式、类别、等级、规格、图纸、检验说明、质量要求和进行这些工作依据的管理体系标准。

4.3.1.5 实验室应对影响检测质量的重要易耗品、供应品和服务的供应商进行评价，并保存评价记录和获批准的供应商名单。

4.3.2 人员

4.3.2.1 实验室应有足够的人力资源满足检测工作以及执行质量管理体系的需求。

4.3.2.2 实验室应制定各岗位人员任职资格和岗位职责的工作描述。应确保所有操作特定设备、从事检测（包括从事感官评定和物理性能检测的人员身体素质要求）以及评价检测结果和签署检测报告证书人员的能力。应授权专人从事特定技术工作。

4.3.2.3 实验室管理层应保存所有技术人员的有关教育、培训、专业资格、工作经历和能力的记录。记录应便于有关人员查阅，及时更新。

4.3.2.4 实验室应针对不同层次的实验室人员制定实验室人员的教育、培训和技能目标。应有确定培训需求和提供人员培训与考核的政策和程序。

4.3.3 设施和环境条件

4.3.3.1 设施配置

- a) 实验室应有与检测工作相适应的基本设施，如：水源和下水道、足够容量的电力、照明、电源稳压系统、必要的停电保护装置或备用电力系统、温度控制、湿度控制、必要的通讯网络系统、自然通风和排风、防震、冷藏和冷冻等设施。应保证检测场所的照明、通风、控温、防震等功能的正常使用。
- b) 实验室应配备处理紧急事故的装置、器材和物品，如烟雾自动报警器、喷淋装置、灭火器材、防护用具、意外伤害所需药品等。

4.3.3.2 环境条件

- a) 仪器分析室的环境条件应满足仪器正常工作的需要，在环境有温湿度控制要求的仪器室应进行温湿度记录。
- b) 进行感官评定和物理性能项目检测场所、化学分析场所和试样制备及前处理场所应具备良好的采光、有效通风和适宜的室内温度，应采取措施防止因溅出物、挥发物引起的交叉污染。
- c) 天平室应防震、防尘、防潮，保持洁净。
- d) 放置烘箱、高温电阻炉等热源设备的房间应具备良好的换气和通风。
- e) 试剂、标准品、样品存放区域应符合其规定的保存条件，冷冻、冷藏区域应进行温度监控并做好记录。
- f) 当需要在实验室外部场所进行取样或测试时，要特别注意工作环境条件，并做好现场记录。
- g) 相关的规范、方法和程序对环境条件有要求，或环境条件对检测结果的质量有影响时，应监

测、控制和记录环境条件。当环境条件危及到检测结果时，应停止检测。

4.3.3.3 区域隔离和准入

- a) 实验区与非实验区应分离，实验区应有明显标识。
- b) 实验区域可按工作内容和仪器类别进行有效隔离，如制样室、样品室、热源室、天平室、感官评定室、化学(物理)分析室、仪器分析室、标准品存放区域、试剂存放区域、高压气瓶放置区域、器皿洗涤区域等。常量分析与药物残留分析应在物理空间上相对隔离，有机分析室与无机分析室应相对隔离。
- c) 非本实验室人员未经许可不准进入工作区域，工作区域的入口处应有不准随意进入的明显标示，联系工作或参观应经批准并由专人陪同。
- d) 进入实验区域的人员均应穿工作服，防止污染源的带入。
- e) 实验室内不得有与实验无关的物品，不得进行与工作无关的活动，以保护人身安全和设备安全。

4.3.3.4 安全卫生

- a) 化学分析和前处理实验涉及有机溶剂和挥发性气体时，应在通风柜中操作。应关注分析仪器所产生的废气、废液，及时排出或收集。
- b) 应遵守国家危险化学品安全管理的相关规定，严格控制实验室内易燃易爆、有毒有害试剂的存放量，剧毒试剂应存放在保险柜内，统一管理，登记领用。使用有毒有害或腐蚀性试剂和标准品时，应戴防护手套或防护面具。
- c) 高压气瓶应固定放置，使用时应经常检查是否漏气或是否存在不安全因素。
- d) 在使用带有辐射源的仪器设备时要严格按照放射防护规定进行。
- e) 实验室应保持整齐清洁，做完实验后及时清除实验废弃物，及时清洗用过的物品、器具、仪器设备，做好环境卫生工作。实验用玻璃器皿应按程序进行清洁处理。
- f) 工作区域应设安全卫生责任人，负责区域内的环境条件控制、监测和记录，及安全与卫生。
- g) 实验室人员应学会各种安全装置和消防器材的使用方法，以便在紧急情况下能正确使用，应定期检查安全装置和消防器材的有效性。

4.3.3.4 废弃物处置

- a) 实验室人员应具备良好的工作习惯，实验过程中产生的废弃物应倒入分类的废物桶或废液瓶内，危害性废弃物不能随意带出实验区域或丢弃。
- b) 所有废弃物(废水、废气、废渣)的排放应符合国家排放标准，防止污染环境。
- c) 无法在实验室妥善处理的剧毒品、废液、固体废弃物应由专业单位统一处理，做好处置记录。

4.3.4 设备

4.3.4.1 仪器设备的配置

- a) 根据实验室承检样品和检测项目的需要，按照检测方法的要求，配备相适应的仪器设备和器具。
- b) 仪器设备的配置应满足量程匹配，并能达到测试所需要的灵敏度和准确度。
- c) 实验室原则上不使用外部设备，如因本实验室设备临时出现故障等原因需要使用外部设备时，经最高管理者同意，应优先使用国家认可机构认可实验室的设备或通过资质认定实验室的设备，并确认设备的性能、状态和检定（校准）有效期满足检测要求。

4.3.4.2 设备采购

- a) 实验室应根据业务发展的需要添置和更新仪器设备，按采购程序制定购置计划，进行设备购置的可行性评估，特别要关注设备的售后服务和维修、配件购买的便捷因素。
- b) 新设备到货后，应及时进行安装、调试和验收，确认技术参数达到要求方可接收。
- c) 大型精密仪器应放置在固定、合适的场所，配备符合要求的辅助设施，并有专人负责。
- d) 大型设备应建立设备档案，给予统一编号。
- e) 建立仪器设备台账，及时更新，保持账物相符。

4.3.4.3 设备使用和维护

- a) 大型仪器的操作程序和维护应制定作业指导书。
- d) 根据仪器的性能情况，加贴仪器状态标志。
- c) 仪器设备应由经过授权的人员操作。大型精密仪器的使用人员应经过操作培训并取得上岗操作证，严格按照说明书和操作规程使用，每次使用后应做好仪器使用记录。
- d) 设备发生故障或出现异常情况时，使用人员应立即停止使用，分析原因，采取排除故障的措施或进行维修，做好记录。追溯该仪器近期的测试结果，确定这些结果的准确性，如有疑问，应立即通知客户，准备重新检测。设备未修复期间，应在明显位置加贴停用标识或移出实验区域单独放置。
- e) 仪器设备未经批准不得外借，未获得上岗操作资格的人员不得擅自使用。仪器设备外借返回或出现故障修复，应重新经过检定合格方可投入使用。

4.3.4.4 仪器设备的修理、报废

当仪器设备出现异常或损坏时，应立即停止使用，并向相关部门和负责人报告，申请修理。经批准后，由专业人员或设备的售后服务部门给以维修。维修后，使用人和保管员应进行验收，应如实记录并归档。当仪器设备已无法修复，或不适用时应按规定程序办理报废手续。报废设备应移出实验现场，并及时给以处理。

4.3.5 溯源性

4.3.5.1 仪器设备检定和校准

4.3.5.1.1 对测试或取样结果的准确性或有效性有重要影响的测量设备，包括辅助测量设备，在投入使用前应进行检定（校准），保证测试结果的量值溯源性和可靠性。未经检定（校准）合格的仪器设

备不得使用。

4.3.5.1.2 实验室应制定仪器设备检定（校准）计划，按时进行检定（校准）。

4.3.5.1.3 检定（校准）方式可采用：

- a) 列入国家强制检定目录的计量器具，应由法定计量检定机构或者授权的计量检定部门检定，签发检定证书。
- b) 非强制检定的计量器具可由法定计量机构、国家认可机构或亚太实验室认可合作组织（APLAC）、国际实验室认可合作组织（ILAC）多边承认协议成员认可的校准实验室进行检定（校准），签发检定（校准）证书。也可由实验室按自检规程校准，报告校准结果，校准人员应具备从事该仪器设备操作和校准的能力。
- c) 当溯源至国家计量基准不可能或不适用时，应采用实验室间比对、同类设备相互比较、实验室能力验证的方式对测试可靠性提供证据。

4.3.5.1.4 检定（校准）结果的有效性应通过检定（校准）证书的基本信息和技术特性进行确认。

4.3.5.1.5 仪器设备的检定（校准）证书和自校准记录应归档保存。

4.3.5.1.6 仪器设备应使用标签、编码或其他明显标识表明其检定/校准状态。经检定合格的仪器和器皿加贴检定合格标志，标明有效期，仪器和器皿应在检定有效期内使用。

4.3.5.2 仪器设备的期间核查

4.3.5.2.1 仪器设备在两次检定（校准）期间，日常使用时对其技术指标进行运行检查，做好记录，保持仪器处于良好状态。

4.3.5.2.2 实验室应根据仪器设备的特性、使用频率，制定仪器设备的期间核查周期。

4.3.5.2.3 正常、不间断使用的仪器也应做期间核查，核查的方式可采用参考标准校准、标准物质比对、设备原有参数测试或样品重现性试验等多种形式。非经常性使用的仪器设备应在使用前进行必要的性能符合性检查。

4.3.5.3 标准物质

4.3.5.3.1 标准物质的可溯源性

a) 国外进口的标准物质应提供可溯源到国际计量基准或输出国的计量基准的有效证书或国外公认的权威技术机构出具的合格证书，应对标准物质的浓度、有效期等进行确认。

b) 国内制备的标准物质应有国家计量部门发布的编号，并附有标准物质证书。

c) 当使用参考物质而无法进行量值溯源时，应具有生产厂提供的有效证明，实验室应编制程序进行技术验证。

4.3.5.3.2 标准物质的使用

a) 在使用标准物质前应仔细阅读标准物质证书上的全部信息，以确保正确使用标准物质。

b) 选用的标准物质应在有效期内，其稳定性应满足整个实验计划的需要。

4.3.5.3.3 标准物质的检查

- a) 购置到货的标准物质应进行验收。
- b) 选择使用频率高的或有疑虑的标准物质进行品质检查，可用另一标准物质进行比对或采用定性方法予以确证，建议使用选择性强的气相色谱-质谱、液相色谱-质谱、等离子发射光谱-质谱、紫外分光光谱等技术进行确认。
- c) 在标准物质有效使用期间应进行期间检查，验证其特性值稳定、未受污染。如果标准物质在期间检查中发现已经发生分解、产生异构体、浓度降低等特性变化，应立即停止使用，及时报告保管人，并追溯使用该标准物质产生的测试结果，确定这些结果的准确性。如有疑问，应立即通知客户，准备重新检测。

4.3.5.3.4 标准物质的管理

- a) 标准物质应从合格供应商采购，保证货源可靠，便于货物可追溯。
- b) 标准物质应由专人保管，予以编号、登记，放置规定位置，便于取用，不受污染。用完或作废后及时消号，始终保持账物相符。
- c) 标准物质应根据其性质妥善存放，易受潮的应存放于干燥器中，需避光保存的要用黑纸包裹或贮于棕色容器中，需密封的用石蜡封口后存放于干燥阴凉处，需低温保存的应存放在冷藏室中，需冷冻保存的应存放在冷冻室中，不宜冷藏的应常温保存。对不稳定、易分解的标准物质应格外关注其存放条件的变化，防止其性能发生变化。

4.3.5.3.5 标准溶液的管理

- a) 实验室配制的标准溶液和工作溶液标签应规范统一，标准溶液的标签要注明名称、浓度、介质、配制日期、有效期限及配制人。
- b) 标准溶液的配制应有逐级稀释记录，标准溶液的标定按相应标准操作，做双人复标每人四次平行标定。
- c) 标准溶液有规定期限的，按规定的有效期使用，超过有效期的应重新配制。未明确有效期的，可通过对规定环境下保存的不同浓度水平标准溶液的特性值进行持续测定来确定各浓度水平标准溶液的有效期。
- d) 标准溶液贮存的条件和存放的容器应符合规定，注意相溶性、吸附性、耐化学性、光稳定性和存放的环境温度。
- e) 应经常检查标准溶液和工作溶液的变化迹象，观察有无变色、沉淀、分层等现象。
- f) 当检测结果出现疑问时应核查所用标准溶液的配制和使用情况，必要时可重新配制并进行复测。

5 质量控制

实验室质量控制是指试验人员运用现代管理技术和专业的数理统计方法来检验数据，最终确保试验结果的准确度的行为。

根据实验室中工作流程，实验室质量控制分为过程质量控制和结果质量控制。其中，结果质量控

制又包括内部质量控制和外部质量控制。实验室内的质量控制实际上是自我控制的过程。实验室外部的质量控制，主要指的是相关技术组织对实验室进行质量考察的行为，它的主要目的是判定实验室以及实验人员的分析能力，检查数据，发现问题，分析质量，最终提高实验室的分析能力。

5.1 过程控制要求

5.1.1 总则

实验室检测过程控制的关键因素包括合同评审、抽样、样品的处置、方法及方法确认、检测和分包、数据处理与控制、结果报告。实验室从样品接收到分析测试，直至数据处理和报告签发的全过程应有清晰的流程控制，参见附录 A。

5.1.2 合同评审

5.1.2.1 实验室应建立和实施合同评审政策和程序。这些政策和程序应确保：

- a) 实验室具有满足客户需求的能力和资源。
- b) 对包括所用方法在内的要求应予明确规定，形成文件，并易于理解。
- c) 选择满足客户要求的检验程序和检测方法。凡检测数据是为政府履行执法管理需要的，实验室在选择检测方法时，应遵守政府管理机构的规定要求。

5.1.2.2 实验室合同评审应以有效和可行的方式进行。对常规或简单工作的评审，由实验室负责合同评审工作的人员（应授权）注明日期并加以标识即可。重复性常规工作，如果客户要求不变，则只需在初期调查阶段或在与客户总协议项下对持续进行常规工作合同批准时进行评审，对于新的、复杂的或高要求的检测工作，需进行全面的评审，且需保存所有的记录。

5.1.2.3 应保存评审记录，包括任何重大变化和合同执行期间与客户关于客户要求或工作结果进行的相关讨论。

5.1.2.4 合同评审也应该包括实验室所有的分包工作。确保分包实验室按(5.1.6.2)的要求选择检测方法。

5.1.2.5 对合同的任何偏离均应通知客户，且取得客户认可。

5.1.2.6 如果需要修改合同，要重复同样的合同评审过程，并将修改内容通知所有受到影响的有关人员。

5.1.3 抽样

5.1.3.1 抽样程序

5.1.3.1.1 实验室应制定抽样过程控制程序，内容包括：目的、适用范围、名词术语或定义、职责、抽样过程（流程图）、抽样记录。

5.1.3.1.2 抽样人员应掌握抽样理论和抽样方案，具有相应商品知识和技术水平，在抽样过程中做好抽样记录。记录应包括抽样所代表的样本数量、重量、外观描述、包装方式、包装完好情况、抽样地点、日期、气候条件等。

5.1.3.1.3 因客户要求偏离、增加或删除文件化的抽样程序时，应详细记录，通知有关人员，并在检测

报告上予以注明。

5.1.3.2 抽样基本要求

5.1.3.2.1 抽样方案应建立在数理统计学的基础上，抽取的样品应具有代表性，以使对所取样品的测定能代表样本总体的特性。

5.1.3.2.2 抽样量应满足检测精度要求，能足够供分析、复查或确证、留样用。如需要进行测量不确定度评定的样品，应增加样品量。

5.1.3.2.3 应最大限度地保障以物质能被检测的方式进行样品的采集、预处理和运送。样品采集、预处理和运送过程中应避免二次污染或分析物的损失。

5.1.3.3 样品的缩分和包装

5.1.3.3.1 采取的大样经预处理后混匀，采用适当的方法进行缩分获取样品，样品份数一般应满足检测、需要时复查或确证、留样的需要。

5.1.3.3.2 在样品缩分过程中，应避免外来杂质的混入，防止因挥发、环境污染等因素使样品的特性值不能代表整批货物的品质。

5.1.3.3.3 应使用合适的洁净容器盛装样品，不可使用橡胶制品的包装容器。

5.1.3.3.4 每件样品都应有唯一性标识，注明品名、编号、抽样日期、抽样地点、抽样人等。

5.1.3.4 样品的运送

5.1.3.4.1 送实验室的样品，其运输包装应坚实牢固，在运送过程中防止外包装受损伤而影响内容物。

5.1.3.4.2 运送样品时应采用适当的运输工具，保证样品不变质、挥发、分解或变化。

5.1.4 样品的处置

5.1.4.1 原则

5.1.4.1.1 实验室应制定样品管理程序和作业指导书。

5.1.4.1.2 实验室应设样品管理员负责样品的接收、登记、制备、传递、保留、处置等工作。

5.1.4.1.3 在整个样品传递和处理过程中，应保证样品特性的原始性，应避免二次污染或分析物的损失，保护实验室和客户的利益。

5.1.4.2 样品接收

5.1.4.2.1 收样人应认真检查样品的包装和状态，若发现异常，应与客户达成处理决定。

5.1.4.2.2 客户若对样品在检测前有特殊的处理和制备要求时，应提供详细的书面说明。

5.1.4.2.3 送样量不能少于规定数量，送样量的多少应视样品检测项目的具体情况而定，至少不能少于测试用量的三倍，特殊情况送样量不足应在委托合同上注明。

注：样品接受时要充分考虑到检测方法对样品的技术要求，必要时，可编制作业指导书，对样品的数量、重量、形态、检测方法对样品的适用性、局限性做出相应的规定。

5.1.4.3 样品标识

5.1.4.3.1 实验室应具有检测物品的的标识系统。物品在实验室的整个期间应保留该标识。

5.1.4.3.2 样品应编号登记，加施唯一性标识，标识的设计和使用应确保不会在样品或涉及到的记录上产生混淆。

5.1.4.3.3 样品应有正确、清晰的状态标识，保证不同检测状态和传递过程中样品不被混淆。样品标识系统应包含物品群组的细分和物品在实验室内部和向外传递过程的控制方法。

5.1.4.4 样品制备、传递、保存和处置

5.1.4.4.1 样品应在完成感官评定后进行制样处理。样品制备应在独立区域进行，使用洁净的制样工具。制成样品应盛装在洁净的惰性容器中，立即闭口，加贴样品标识，将样品置于规定温度环境中保存。

5.1.4.4.2 检测人员应核对样品及标识，按委托项目进行检测。检测过程中的样品，不用时应始终保持闭口状态，并仍然置于规定温度环境中保存。应特别注意对检测不稳定项目样品的保护。

5.1.4.4.3 在检测之后要重新投入使用的被测物品，需特别注意确保物品在处置、检测、存储或等待过程中不被污染或损坏。

5.1.4.4.4 应对样品保存的环境条件进行控制、监测和记录。

5.1.4.4.5 以下情况可不留样，但应做好记录：

- a) 送样量仅够一次检测；
- b) 客户要求返还样品。

5.1.4.4.6 样品管理应建立台账，记录相关信息。及时处理超过保存期的留样，做好处置记录。

5.1.5 方法及方法确认

标准方法的首次使用、通过设计(制定)的方法、超出其预定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法均应进行确认，以证实该方法适用于预期的用途。确认应尽可能全面，以满足预定用途或应用领域的需要。实验室应记录所获得的结果、使用的确认程序以及该方法是否适合预期用途的声明。

实验室应使用适合的方法和程序进行检测，包括被检测物品的抽样、处理、运输、存储和准备，适当时，还应包括测量不确定度的评定。

实验室应具有所有相关设备的使用和操作指导书和(或)处置、准备检测的指导书。所有与实验室工作有关的指导书、标准、手册和参考资料应保持现行有效并易于员工取阅。对检测方法的偏离，仅应在该偏离已被文件规定、经技术判断、获得批准和客户接受的情况下才允许发生。

5.1.5.1 检测方法的分类

5.1.5.1.1 标准方法包括：

- a) 国际标准：ISQ、VHQ、UNFAQ、CAC、JECFA等；
- b) 国家(或区域性)标准：GB、EN、ANSI、BS、DIN、JIS、AFNOR、POCT、药典、农业部公告等
- c) 行业标准、地方标准、标准化主管部门备案的企业标准。

5.1.5.1.2 非标准方法包括：

- a) 技术组织发布的方法：AOAC、FOC等；

- b) 科学文献或期刊公布的方法；
- c) 仪器生产厂家提供的指导方法；
- d) 实验室制定的内部方法。包括实验室因承担国家、行业等相关化学分析方法标准起草任务形成的标准报批稿。

5.1.5.1.3 允许偏离的标准方法包括：

- a) 超出标准规定范围使用的标准方法；
- b) 经过扩充或更改的标准方法。

5.1.5.2 检测方法的选择

5.1.5.2.1 选择检测方法的基本原则：

- a) 采用的检测方法（包括抽样的方法）应满足客户要求并适合所进行的检测工作；
- b) 推荐采用国际标准、国家（或区域性）标准、行业标准；
- c) 确保使用标准的最新有效版本，除非该版本不适宜或不可能使用。必要时，应采用附加细则对标准加以补充，以确保应用的一致性。

5.1.5.2.2 按下述排列顺序优先选择检测方法：

- a) 客户指定的方法；
- b) 法律法规规定的标准；
- c) 国际标准、国家（或区域性）标准；
- d) 行业标准、地方标准、标准化主管部门备案的企业标准；
- e) 非标准方法、允许偏离的标准方法。

所选用的方法应通知客户。当认为客户建议的方法不适合或已过期时，实验室应通知客户。

5.1.5.3 标准方法的控制

实验室应使用受控的标准方法，并定期跟踪检查标准方法的时效性，确保实验室使用的标准方法现行有效。

5.1.5.4 标准方法的确认

5.1.5.4.1 首次采用的标准方法，在应用于样品检测前应对方法的技术要素进行验证。

5.1.5.4.2 验证发现标准方法中未能详述，但会影响检测结果处，应将详细操作步骤编写成作业指导书，经审核批准后作为标准方法的补充；

5.1.5.5 非标准方法的制定

5.1.5.5.1 引用方法

- a) 需要引用权威技术组织发布的方法、科学文献或期刊公布的方法、仪器生产厂家提供的指导方法时，应对方法的技术要素进行验证。
- b) 验证发现引用方法原文中未能详述，但会影响检测结果处，应将详细操作步骤编写成作业指导书，作为原方法的补充。

5.1.5.5.2 实验室内部方法

- a) 实验室需要研制新方法时，应检索国内外状况，设计技术路线，明确预期达到的目标，制定工作计划，提出书面申请，报经批准。
- b) 实验室应保证新技术、新方法研制工作所需要的资源和时间。
- c) 在建立新方法或改进原方法的研究过程中，应同时对方法的技术要素进行试验，使之满足化学分析方法的性能标准技术要求。
- d) 实验室内部方法应按 GB/ T 1. 规定的格式编写。

5.1.5.5.3 非标准方法的控制

- a) 非标准方法应经试验、验证、编制、审核和批准。
- b) 实验室应指定具相应资格的技术人员编制非标准方法，并组织技术人员进行技术审查。
- c) 经批准的非标准方法应受控管理，所有材料应归档保管。
- d) 非标准方法应是在征得客户同意后使用。

5.1.5.5.4 非标准方法应包含信息

对新的非标准检测方法和 (或) 校准方法，在进行检测和 (或) 校准之前应当制定程序。程序中至少应该包含下列信息：

- a) 适当的标识；
- b) 范围；
- c) 被检测或校准物品类型的描述；
- d) 被测定的参数（量）和范围；
- e) 仪器和设备，包括技术性能要求；
- f) 所需的参考标准和标准物质；
- g) 要求的环境条件和所需的稳定周期；
- h) 程序的描述，包括：
 - 物品的附加识别标志、处置、运输、存储和准备；
 - 工作开始前所进行的检查；
 - 检查设备工作是否正常，需要时，在每次使用之前对设备进行校准和调整；
 - 观察和结果的记录方法；
 - 需遵循的安全措施；
- i) 接受 (或拒绝) 的标准和 (或) 要求；
- j) 需记录的数据以及分析和表达的方法；
- k) 不确定度或评定不确定度的程序。

5.1.5.6 化学分析方法确认的技术指标

5.1.5.6.1 校准曲线

校准曲线的工作范围，浓度范围尽可能负责一个数量级，曲线至少有 5 个点 (不包括空白)。线性回归方程的相关系数不低于 0.99，待测溶液中被测组分浓度必须在校准曲线的线性范围内。

5.1.5.6.2 回收率试验

对于禁用物质，回收率应在方法测定低限、两倍方法测定低限和十倍方法测定低限进行三水平试验；对于已制定最高残留限量 MRL 的，回收率应在方法测定低限、MRL、选一合适点进行三水平试验；对于未制定 MRL 的，回收率应在方法测定低限、常见限量指标、选一合适点进行三水平试验。

5.1.5.6.3 精密度试验

对于禁用物质，精密度试验应在方法测定低限、两倍方法测定低限和十倍方法测定低限进行三水平试验；对于已制定最高残留限量 MRL 的，回收率应在方法测定低限、MRL、选一合适点进行三水平试验；对于未制定 MRL 的，回收率应在方法测定低限、常见限量指标、选一合适点进行三水平试验。重复测定次数 >6 次。

5.1.5.6.4 准确度

重复分析标准物质 (实物标样) 或水平测试样品，测定含量 (经回收率校正后)，得出测定平均值与真值的偏差 (变异系数)。

5.1.5.7 不确定度

5.1.5.7.1 实验室根据需要建立测量不确定度评定程序，根据需要进行不确定度评定。评定和表示方法按照 JJF 1135—2005《化学分析测量不确定度评定》及 CNAS—GL06《化学分析中不确定度的评估指南》进行。实验室应在评定测量不确定度时，对给定条件下的所有重要不确定度分量，均采用适当的分析方法加以考虑。

以下情况需要对测量不确定度进行评定，并在检测报告中给出不确定度值：

- a) 检测方法的要求；
- b) 测量不确定度与检测结果的有效性或应用领域有关；
- c) 客户提出要求；
- d) 当测试结果处于规定指标临界值附近时，测量不确定度对判断结果符合性会产生影响。

5.1.5.7.2 当检测方法给出了测量不确定度主要来源的极限值或计算结果的表示式时，实验室按照该检测方法操作与计算，可作为测量不确定度评定。

5.1.5.7.3 当无法对测量不确定度从计量学和统计学角度进行计算时，应对重要的不确定度分量作出合理评定，并确保结果的表达方法不会对不确定度造成误解。

5.1.5.8 允许偏离的标准方法的控制

5.1.5.8.1 允许偏离的标准方法应经验证，编制偏离标准的作业指导书，经审核批准后方可使用。

5.1.5.8.2 以下情况时，标准方法允许偏离：

- a) 通过对标准方法的偏离 (如试验条件适当放宽，对操作步骤适当简化)，以缩短检测时间，且这种偏离已被证实对结果的影响在标准允许的范围之内；

- b) 对标准方法中某一步骤采用新的检测技术，能在保证检测结果准确度的情况下，提高效率或是能提高原标准方法的灵敏度和准确度；
- c) 由于实验室条件的限制，无法严格按标准方法中所述的要求进行检测，不得不作偏离，但在检测过程中同时使用标准物质或参考物质加以对照，以抵消条件变化带来的影响。

5.1.6 检测与分包

5.1.6.1 检测

5.1.6.1.1 样品在接收、制备和测试等各个过程中应始终确保样品的原始特性、未受污染、变质或混淆。

5.1.6.1.2 测试前应做好各项准备工作：

- a) 核对标签、检测项目和相应的检测方法；
- b) 按检测方法的要求准备仪器和器皿，使用符合分析要求的试剂和水，按检测方法配制试剂、标准溶液等；
- c) 检查检测现场清洁、温度等可能影响测试质量的环境条件；
- d) 选用规范的原始记录表。

5.1.6.1.3 按检测方法和作业指导书操作。

5.1.6.1.4 需要时，随同样品测试做试剂空白试验、阴性控制样品(空白样品)试验和阳性控制样品(含标准物质或加标样品)的回收率试验。

5.1.6.1.5 适用时，分析过程应以标准—空白样品—控制样品—测试样品为循环进行，顺序可根据实际情况安排，但都应有充分的理由证明其合理性。

5.1.6.1.6 当检出分析物含量超过控制限量时，适用时应采用质谱、光谱、双柱定性等方法进行确证或复测。

5.1.6.1.7 当测试过程出现不正常现象应详细记录，采取措施处置。

5.1.6.1.8 常规样品的检测至少应做双样品平行实验，新开检验项目、复核或疑难项目的检测应做多实验，做单实验的样品和项目应进行评估。

5.1.6.1.9 按以下要求填写原始记录并出具检测结果：

- a) 检测人员应在原始记录表上如实记录测试情况及结果，字迹清楚，划改规范，保证记录的原始性、真实性、准确性和完整性。
- b) 原始记录及计算结果应经自校、复核或审核。

5.1.6.2 分包

5.1.6.2.1 实验室由于未预料的原因(如工作量、需要更多专业技术或暂时不具备能力)或持续性的原因(如通过长期分包、代理或特殊协议)需将检测工作分包时，实验室应制定分包工作的政策和程序，评估和选择有能力的分包实验室，例如能够按照本标准要求工作进行工作的分包方。

5.1.6.2.2 实验室与分包实验室之间的责任、权利、义务应通过分包合同或协议的形式确定。应定期对分

包合同或协议进行评审，以确保：

- a) 分包实验室资源和技术的持续保持能力；
- b) 确认分包实验室与客户或客户要求没有利益冲突；
- c) 充分明确检测程序，包括检测方法在内的各项要求；
- d) 评价与分包实验室检测的比对结果，明确与分包实验室的内部质量控制方法。

5.1.6.2.3 实验室应将分包安排书面通知客户，征得客户同意。

5.1.6.2.4 实验室应保存所有合格分包实验室资质证明资料、分包登记表，并保存其工作符合本标准的证明记录。

5.1.6.2.5 实验室应就分包的工作对客户负责，由客户或法定管理机构指定的分包实验室除外。

5.1.7 数据处理与控制

5.1.7.1 检测人员对检测方法中的计算公式应正确理解，保证检测数据的计算和转换不出差错，计算结果应进行自校和复核。

5.1.7.2 如果检测结果用回收率进行校准，应在原始记录的结果中明确说明并描述校准公式。

5.1.7.3 检测结果的有效位数应与检测方法中的规定相符，计算中间所得数据的有效位数应多保留一位。

5.1.7.4 数字修约遵守 GB 8170

5.1.7.5 检测结果应使用法定计量单位。

5.1.7.6 采用计算机或自动化设备进行检测数据的采集、处理、记录、结果打印、储存、检索时，应：

- a) 建立和执行计算机数据控制程序，保证在数据的采集、转换、输入、传出、储存等过程中，数据完整不丢失；
- b) 配备符合要求的工作条件和环境条件，使计算机和自动化设备的功能正常和安全运行；
- c) 计算机使用者应经过培训，当所使用的软件发生修改后，应重新进行适当的培训；
- d) 采取有效措施，防止非法访问、越权使用和随意修改，保障计算机应用的各级授权正常有效。

5.1.7.7 进行数据处理软件投入使用前或修改后继续使用前的测试验证或检查，确认满足使用要求后方可运用。

5.1.8 结果报告

5.1.8.1 信息要求

5.1.8.1.1 除非有特殊原因，不含抽样的检测报告应包括 (或不限于) 以下信息：

- a) 醒目的标题，如“检测报告”；
- b) 检测机构名称和地址；
- c) 报告的唯一性编号，每页标明页码和总页数，结尾处有结束标识；
- d) 委托方名称和地址；
- e) 样品接收日期、测试日期或报告日期；
- f) 样品名称和必要的样品描述、原始标记、唯一性受理编号；

- g) 检测项目、检测结果和检测方法，若采用非标准方法检测的项目应明示；
- h) 授权签字人签字 (签章)，加盖检测机构印章；
- i) 类似“检测结果仅对送检样品负责”的声明；
- j) 类似“未经实验室书面同意，不得部分复制本报告 (完整复制除外)”的声明；
- k) 类似“本报告经授权签字人签字 (签章)，并加盖本检测机构印章后方有效”的声明。

5.1.8.1.2 含抽样的检测报告，应给出 5.1.8.1.1 (除第 i 条) 所列信息外，还应包括 (或不限于) 以下信息：

- a) 抽样所代表的样本数量和 (或) 重量；
- b) 样本的包装方式和包装完好情况；
- c) 抽样方法；
- d) 抽样地点、日期；
- e) 抽样过程中可能影响检测结果解释的环境条件的详细信息。

5.1.8.1.3 在报告作内部使用或与客户有书面协议的情况下，报告的信息可简化，但未报告的信息应能从实验室方便获得。

5.1.8.2 附加信息

5.1.8.2.1 对检测方法和抽样方法偏离、增删、特定条件的说明。

5.1.8.2.2 分包实验室的检测结果应清晰标明 (客户要求不予标明除外)。

5.1.8.2.3 客户要求做出评定并指定评判依据时，应给出评定结论。

5.1.8.2.4 根据 5.1.5.7 不确定度的要求给出测量不确定度。

5.1.8.3 报告的控制

5.1.8.3.1 检测报告应有一种或几种规范格式，内容应包括必需的全部信息和客户在委托合同上列明的要求。如果不能满足客户全部要求，应与客户联系，说明理由并在委托合同上注明。

5.1.8.3.2 授权签字人审核报告和记录的准确性、一致性和完整性，确认各项内容正确无误后在检测报告上签字。

5.1.8.3.3 实验室应将检测报告与相关原始记录归档保存，报告中的每一结果都应附有经过校对的原始记录或分包实验室的检测报告原件。

5.1.8.3.4 当实验室因技术或管理上原因引起检测报告的有效性发生疑问时，应立即告知客户在使用检测数据时可能受到的影响。

5.1.8.3.5 必要时实验室应规定检测报告的有效期限。

5.1.8.4 报告的更改

5.1.8.4.1 实验室应制定报告更改控制程序。

5.1.8.4.2 客户收到检测报告发现有误，或实验室内部发现检测报告有误应及时提出。实验室及时组织相关人员按照程序进行更改：

- a) 更改内容涉及原检测结果的，应对原样品进行复测后更改；

b) 更改内容不影响原检测结果的，可直接更改。

5.1.8.4.3 报告更改后应重新签发检测报告，并收回原检测报告。无法收回原检测报告时，应签发原检测报告的补充件，并注明类似“对编号××××检测报告的更改补充”的说明。当有必要发布全新的检测报告时，应注以唯一性标识，并注明所替代的原件。

5.1.8.4.4 检测报告的更改，应做好记录。

5.1.8.5 报告传送方式

5.1.8.5.1 实验室应根据合同评审时确认的报告发送方式将检测报告发出。当面递交报告，应凭单并由取报告人签收后才能发出。

5.1.8.5.2 发送或领取报告应有记录。

5.1.8.6 专有权保护

5.1.8.6.1 采用计算机软件系统制作检测报告，应对软件使用权限进行控制，防止非法访问，以保证对委托方检测结果予以保密。

5.1.8.6.2 不论以何种方式传送检测报告，都应确保报告传送过程的安全保密。同时对电子版本报告的传送应制定相应的程序确定传送的权限。

5.2 结果质量控制

5.2.1 内部质量控制

内部质量控制包括在实际操作中实施一系列步骤，以确保分析数据的误差在一个恰当的范围。基本方法包括对质控样品和实验样品的分析。控制分析的结果决定了分析数据是否可靠。

5.2.1.1 实验室应制定测试结果质量控制程序，明确内部质量控制的内容、方式和要求。内部质量控制程序可包括(但不限于)下列内容：

a) 定期使用有证标准物质(参考物质)进行监控(俗称盲样检测)和(或)使用次级标准物质(参考物质)(俗称质控品)开展内部质量控制；

b) 参加实验室间的比对或能力验证计划；

c) 使用相同或不同方法进行重复检测；

d) 对存留样品进行重复检测；

e) 实验室内部比对，包括实验室内部不同人员、设备的比对；

f) 分析某样品不同特性结果的相关性；

g) 阴性质控对照、阳性质控对照、空白质控对照等；

h) 应对质量控制的数据汇总、分析和评价，判断是否满足对检测有效性和结果准确性的质量控制要求；若发现质量控制数据超出预定的判据时，应采取相应的改进措施纠正出现的问题、并防止报告错误的结果；

i) 所得质量控制数据记录应便于使用统计技术分析、发现检测结果的发展趋势。

5.2.1.2 随同样品测试做空白试验：

- a) 若空白值在控制限内可忽略不计；
- b) 若空白值比较稳定，可进行 n 次重复测定空白值，计算出空白值的平均值，在样品测定值中扣除；
- c) 若空白值明显超过正常值，则表明测试过程有严重污染，样品测定结果不可靠。

5.2.1.3 随同样品测试做控制样品的测定，用统计方法对控制样品的测定结果进行评价。

5.2.1.4 内部质量控制与目标的适合度

实验室内部质量控制的基础是依据分析系统在正常运行状态下统计参数的表达。因此控制限是以统计参数的估计值而不是以测量值是否适合于目标为基础的。控制限范围必须小于目标适合度的要求，否则所做的分析无效。

5.2.1.5 实验室常用的相关统计量

- a) 平均值；
- b) 标准偏差；
- c) 偏差；
- d) 偏差百分比率；
- e) Z比分数；
- f) En值；
- g) 临界值 C_k

5.2.1.6 建立和使用质控图

控制图通常以代表按时间或顺序抽取的样本号为横坐标，以代表质量特征值水平为纵坐标而绘制的反应和控制质量特征值分布状态随时间变化的图形。I图和 \bar{X} -R图是化学实验室最常用的控制图。

5.2.1.6.1 目的

建议使用 I图和 \bar{X} -R图用于：

- a) 日常记录质量控制样本和核查标准样本的测试结果；
- b) 直接评估“统计受控”状态下测量系统数据，可选择 I图中 EWMA的叠加，以提高水平较小漂移的检出力。

5.2.1.6.2 质控图的建立

a) \bar{X} -R图 -- 建立 \bar{X} -R图，检查图中是否存在异常图形，若未发现，计算控制限并叠加图中，形成完整的 \bar{X} -R图。

b) I图 -- 计算控制限并叠加在链图中，形成 I图。

c) EWMA叠加 -- 也可计算 EWMA并绘制在 I图，计算 EWMA控制限并叠加在 I图中。

5.2.1.6.3 质控图的使用

根据日常工作中该项目的分析频率和分析人员的技术水平，每间隔适当时间，取两份平行的控制样品，随环境样品同时测定，对操作技术较低的人员和测定频率低的项目，每次都应同时测定控制样品，将控制样品的测定结果，根据下列规定检验分析过程是否处于控制状态。

- a) 如此点在上、下警告限之间区域内，则测定过程处于控制状态，环境样品分析结果有效；
- b) 如果此点超出上、下警告限，但仍在上下控制限之间的区域内，提示分析质量开始变劣，可能存在“失控”倾向，应进行初步检查，并采取相应的校正措施；
- c) 若此点落在上、下控制限之外，表示测定过程“失控”，应立即检查原因，予以纠正。环境样品应重新测定；
- d) 如遇到7点连续上升或下降时（虽然数值在控制范围之内），表示测定有失去控制倾向，应立即查明原因，予以纠正；
- e) 即使过程处于控制状态，尚可根据相邻几次测定值的分布趋势，对分析质量可能发生的问题进行初步判断。当控制样品测定次数累积更多以后，这些结果可以和原始结果一起重新计算总均值、标准偏差，再校正原来的控制图。

5.2.1.7 标准样品

5.2.1.7.1 测量系统精密度确立和监控的质量控制样本使用

- a) 选择一个稳定和均匀的样品，其物理或化学特性，或两者近似于测量系统所测的常规样本；
- b) 估计每批质量控制样本所需的样品量，以便满足测量系统所用次数以及有效和规定时间内质量控制样本的统计量测定；
- c) 样品置入单独容器内予以隔离；
- d) 充分混匀样品，确保均匀；
- e) 实施任何必要的测试，确保质量控制样本符合其适用特性；
- f) 测量系统的质量控制样本予以适当包装或存储、或两者，确保给定批次下所有样本分析均来自于同一样品。

5.2.1.7.2 测量系统准确度的核查标准样本使用

- a) 核查标准样本可以是市售的标准样品，且容易获得这些物料的恰当数量、质量和组分。

注：测量系统很难能获得适宜组分的市售标准样品。

- b) 核查标准样本也可由多分析测量系统在再现性条件下制成，并做分析，这种核查标准样本经统计检验和离群值剔除后的平均值为 \overline{ARV}

实验室间比对所分发的样本也可用作核查标准样本，但是实验室间比对所给出的标准差在统计上不能大于测试方法的再现性标准差，应使用 F 检验做可接受性的判断。

c) 对于某些测量系统来说，核查标准样本也可以是具有已知值的单一和纯组分样品、或附有计算值纯组分的简单重量和容量混合物。使用者应注意，若测量系统出现基质依赖性，纯组分或简单混合物所给出的准确度就代表不了实际样本的准确度。

5.2.2 外部质量控制

5.2.2.1 实验室应制定相应的政策和措施，有计划地参加外部质量控制活动，包括国内外实验室认可机构组织的能力验证活动，实验室主管机构组织的比对活动，国际间、国内同行间的实验室比对试验等。以改进质量管理，提高检测结果的准确度。

5.2.2.2 外部质量控制活动一般有：

- a) 中国合格评定国家认可中心 (CNAS)、亚太地区实验室认可协会 (APLAC) 等实验室认可机构组织的能力验证；
- b) 国际专业技术协会组织的协同试验；
- c) 国内行业主管部门组织的能力验证；
- d) 能力验证提供者组织的能力验证试验；
- e) 与其他同行实验室进行分割样品 (子样) 的比对试验；
- f) 与其他同行实验室进行标准溶液的比对试验。

5.2.2.3 实验室完成试验，及时递交试验结果和相关记录。

5.2.2.4 应根据外部评审、能力验证、考核、比对等结果来评估本实验室的工作质量并采取相应的改进措施。

附录 A (资料性附录)
 化学分析实验室工作流程控制图
 化学分析实验室工作流程控制图见图 A.1

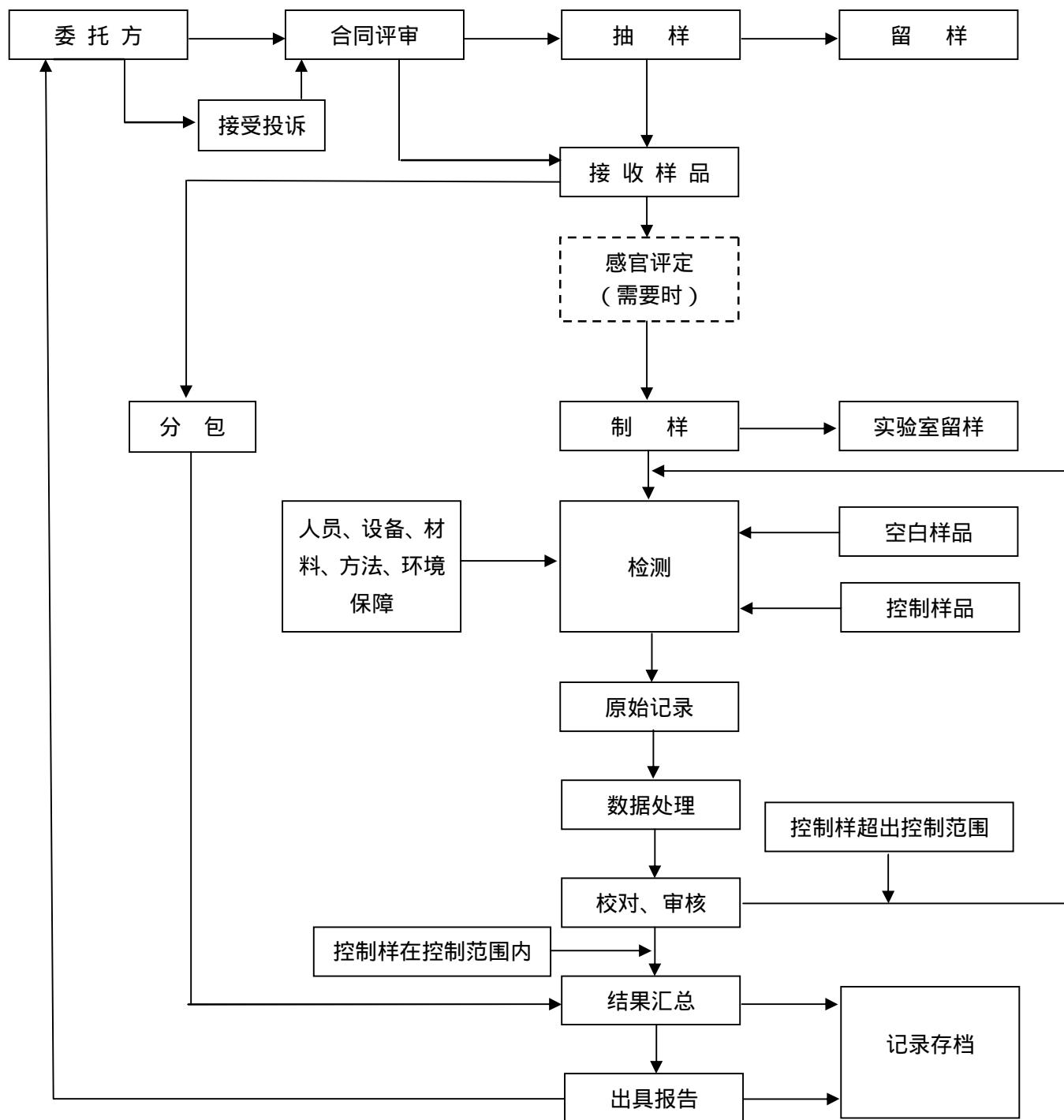


图 A.1化学分析实验室工作流程控制图

参 考 文 献

- [1] GB/T 27025—2008检测和校准实验室能力的通用要求
- [2] CNAS/CL01: 2006检测和校准实验室能力认可准则
- [3] ISO 8402 : 1994 . “ Quality assurance and quality management-vocabulary ”
- [4] “ A protocol for analytical quality assurance in public analysts’ laboratories ”, Association of Public Analysts,342 Coleford Road,Sheffield S9 5PH,UK,1986
- [5] ISO/ IEC 15189:2003医学实验室——质量和能力的特殊要求
- [6] ISO 15190医学实验室——安全要求
- [7] 中国实验室国家认可委员会 实验室认可与管理基础知识 [M] 北京：中国计量出版社，2003.
- [8] 关于优良实验室规范（GLP）及其依从性监测原则的 OECD系列文件，1号文件，1998.
- [9] CNAS/CL10: 2012检测和校准实验室能力认可准则在化学检测实验室的应用说明
- [10] Thompson M , Wood R .1993. “ The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories ”, *Pure Appl .Chem.*65: 2133-2144(Also published in *J.AOAC International*,1993,76 : 926-940
- [11] APLAC TC 007 Guidelines for Food Testing Laboratories
- [12] Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis Document N Sanco/10476/2003
- [13] ThompsonM.1983.“ Control procedures in geochemical analysis”,in Howarth R J(Ed) ;“ Statistics and data analysis in geochemical prospecting ”, Elsevier , Amsterdam
- [14] CAN-P-1587 Guidelines for the accreditation of agriculture and food products testing Laboratories
- [15] ISO/TAG4/MG3 Guide to the expression of uncertainty in measurement, 1993
- [16] Clin J .1980. “ IFCC approved recommendations on quality control in clinical chemistry .Part 4: internal quality control” ,*Chem.Clin.Biochem.*18: 534-541
- [17] EN 2002/657/EC, Implementing Council Directive 96/23/EC, Concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, 2002.
- [18] UNDP/World Bank/WHO Good Laboratory Practice(GLP)
- [19] Guide to quality in analytical chemistry. CITAC/EURACHEM GUIDE.
- [20] 王叔淳 .食品分析质量保证与实验室认可 [M] 北京：化学工业出版社，2004.
- [21] 全国化工标准物质委员会 .分析测试质量保证 [M] 沈阳：辽宁大学出版社，2004.
- [22] 叶世柏 .食品理化检测方法指南 [M] 北京：北京大学出版社，1991.
- [23] 中华人民共和国国务院令第 344号《危险化学品安全管理条例》
- [24] GB/T 601—2002标准滴定溶液的制备
- [25] GB/T 19022—2003测量管理体系测量过程和测量设备的要求
- [26] GB/T 27043—2012合格评定 能力验证的通用要求
- [27] 贾殿徐 .实验室管理体系建立与审核教程 [M] 北京：中国标准出版社，2006.
- [28] 张斌 .实验室质量管理体系建立与运作指南[M] 北京：中国标准出版社，2006 .