

职业卫生实验室固体吸附剂管类质量控制 样品研制指南

Guidance for occupational health laboratories preparation of quality control materials
(QCM)

(报批稿)

(本草案完成时间：2025 年 12 月 30 日)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

江苏省市场监督管理局

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 固体吸附剂管类 QCM 研制的总体原则 1

5 固体吸附剂管类 QCM 的研制步骤 2

6 样品的贮存/运输/使用 3

附录 A（资料性） 活性炭管中苯 QCM 研制（示例） 4

附录 B（资料性） 常见固体吸附剂管 QCM 贮存条件及有效期 8

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省卫生健康委员会提出并组织实施。

本文件由江苏省卫生标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：江苏省疾病预防控制中心、东南大学、无锡市疾病预防控制中心。

本文件主要起草人：周长美、朱宝立、尹立红、沈欢喜、王媛、胡斌、查河霞、顾妍丽、夏环。

职业卫生实验室固体吸附剂管类质量控制样品研制指南

1 范围

本文件提供了QCM研制的总体原则、制备步骤、贮存、使用指导。
本文件适用于职业卫生实验室研制固体吸附剂管类质量控制样品。

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 15000.2—2019 标准样品工作导则 第2部分：常用术语及定义

GBZ/T 224—2010 职业卫生名词术语

GBZ/T 300.66—2017 苯的溶剂解吸-气相色谱法

CNAS-GL003—2018 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南

CNAS-GL005—2018 实验室内部研制质量控制样品的指南

ISO/IEC 指南 99 国际计量学词汇-基本及一般概念和相关术语

ISO 3534—1 统计学-术语及符号：第一部分 通用统计学及概率论术语

ISO 13528 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法术语、定义

3 术语和定义

GB/T 15000.2-2019、ISO/IEC 指南 99、ISO 3534-1、GBZ/T 224-2010中界定的术语和定义适用于本文件。

4 固体吸附剂管类 QCM 研制的总体原则

4.1 基体

固体吸附剂管类QCM的基体与日常检测样品的基体相同，所有吸附剂管来自经验收合格的同一生产商的同一批次产品且数量充足。吸附剂管的验收满足检测方法对本底、解吸效率以及均匀性的要求。

4.2 环境

固体吸附剂管类QCM的制作要求环境空气中无挥发性有机物污染，无长期存放有机化学品，工作间配备通风柜。

4.3 特性和特性值

固体吸附剂管类QCM的测量特性与所需进行质量控制的测量特性一致，其特性值的范围可在考虑该目标化学物质的职业卫生限值、日常样品浓度、标准曲线范围等因素后确定。

4.4 均匀性和稳定性

4.4.1 均匀性

抽取样品间不均匀性标准偏差小于检测方法标准偏差的三分之一时，则该批次 QCM 均匀性符合要求；也可运用单因素方差分析统计分析抽取样品的检测结果有无显著性差异，判定该批次 QCM 均匀性是否符合要求。

4.4.2 稳定性

各存放条件下，各考察时间点抽取样品的检测结果与均匀性检验的总体均值运用 t 检验法进行统计分析，无显著性差异时间点前该批次 QCM 的稳定性符合要求。

5 固体吸附剂管类 QCM 的研制步骤

使用一种实用且简便的方法来确保 QCM 的均匀性和稳定性，以达到开发成本和预期用途之间的平衡，可为实验室提供可自主操作的识别测量波动的方法。研制过程除需具备一定技术水平和能力的组织外，研制人员还应有丰富的质控样品制备知识并熟悉相关过程。固体吸附剂管类 QCM 研制的关键步骤为：材料准备→加料封装→均匀性评估→定值→稳定性评估→有效期评定→样品信息文件。材料及其处理、分装和包装均可由具有一定经验和特定设备的第三方完成。固体吸附剂管类 QCM 研制示例见附录 A。

5.1 材料准备

5.1.1 QCM 的样品基体与日常样品基体类型一致如活性炭管、硅胶管等，同批次固体吸附剂管总量充足，能够同时满足实验室一定周期（如每年）的 QCM 需求量及研制过程用量。

5.1.2 同批次固体吸附剂管的空白、解吸效率按照目标化学物质规定/推荐测定方法进行验收。验收结果满足空白未检出目标化合物，解吸效率满足分析方法的要求，解吸效率的精密度满足 QCM 均匀性评估的要求。

5.1.3 选择合适的加样方式，如适配量程的微量注射器加入液体标准品或由恒定流量的载气加入标准液（气），全过程要确保样品均匀性和稳定性满足预期用途。

5.2 加料封装

固体吸附剂管类 QCM 采用加标法制备，取一定量（以吸附剂的穿透容量为上限）的目标化学物质标准贮备液（气）加入固体吸附剂管中，封闭吸附剂管。由于目标化合物在固定相中达到吸附平衡需要一定时间，需将加料封装完成的吸附剂管在存放条件下，至少放置 24 小时后再进行均匀性评估。

5.3 均匀性评估

每批次 QCM 随机抽取不少于 10 个样品用于均匀性检验。使用目标化学物质规定/推荐测定方法进行测定，每个样品重复测定 3 次。样品的重复测定可按随机次序进行，以降低测量飘移对均匀性评估的影响。采用单因素方差分析法对测定结果进行统计处理，样品间均值无显著性差异或样品间标准偏差小于检测方法标准偏差的三分之一时则表明样品是均匀的。

5.4 定值

均匀性评估研究获得的样本总平均值作为指示值，3 倍总平均值的标准偏差建立指示值的控制限。

5.5 稳定性评估

实验室可根据固体吸附剂管CRM稳定性的经验值或通过查阅已发表的相关QCM稳定性的文献资料来评定QCM的稳定性。但当QCM出现不满意结果时，分析人员可与有证标准样品（CRM）比较，或进行仪器性能核查确认质控结果的偏离或变化趋势。必须进行稳定性评定时，可参考以下步骤。

利用实时稳定性研究，在QCM预期的储存或运输条件下，研究一定周期内各观察点该QCM的稳定信息。按照每个考察时间点随机抽取足够数量有代表性的样品，使用目标化学物质规定/推荐测定方法程序测定，每个样品重复测定3次。各时间点检测结果平均值与均匀性检验的总体均值运用 t 检验法进行统计分析，无显著性差异时间点前该批次QCM的稳定性符合要求。各时间点样本测定前，需使用CRM等对实验室测量程序进行校准，以降低实验室系统误差对稳定性评估的影响。

5.6 有效期评定

QCM有效期的确定可基于QCM基体类型和特性值的稳定性评估数据或其他经验值，有效期不是绝对的，当某个QCM出现不满意结果时，分析人员应该按照实验室的规定采取措施。常见固体吸附剂管QCM贮存条件及有效期见附录B。

5.7 样品信息文件

QCM的单个样品除有清晰、合适的标签外，还需附有使用说明文件。文件信息包括制备日期、贮存条件、有效期、预期的用途、指示值、使用的安全注意事项等内容。

6 样品的贮存/运输/使用

6.1 贮存

QCM制备完成后，严格按照样品信息文件中的贮存条件来贮存，确保包装容器密封、远离热源、避光和防潮，定期监测贮存条件并记录，以确保贮存条件合适。

6.2 运输

本文件所述QCM通常无需广泛分发，如需要运输还有必要进行运输稳定性评估，可参考ISO指南35。

6.3 使用

固体吸附剂管类QCM的使用应严格按照有效期、预期用途、使用安全、注意事项等内容进行。固体吸附剂管类QCM均为一次性使用全部单元，无须考虑最小取样量、单元内均匀性、启封后的保存等问题。

附 录 A
(资料性)
活性炭管中苯 QCM 研制 (示例)

A.1 材料准备

A.1.1 制备前准备

准备200支通过验收的同批次活性炭管 (填充量200 mg), 活性炭管类型为单段填充的热解吸管。配制二硫化碳 (色谱纯) 中苯的标准溶液 (低浓度30 mg/mL、高浓度100 mg/ml) 置于顶空进样瓶中后密封, 2 μL微量注射器。

A.1.2 材料验收

从该批次活性炭管中随机抽取12支, 6支进行空白验收, 6支进行加标实验, 每支加标60 μg, 用于苯的解吸效率验收。按照GBZ/T 300.66-2017中溶剂解吸-气相色谱法规定活性炭管中苯的解吸效率大于90%, 检测方法相对标准偏差 (RSD) 为4.2%~6.0%。6支空白管中均未检出苯, 解吸效率均大于95%, 解吸效率的RSD为0.45%, 满足检测方法的要求, 可用于QCM的制作。验收结果详见表A.1。

表 A.1 活性炭管解吸效率验收结果

样品	测得值 (μg)	解吸效率 (%)
1	194.1	97.0
2	195.1	97.6
3	195.8	97.9
4	195.7	97.8
5	195.4	97.7
6	196.8	98.4
平均值	195.5	97.7
RSD (%)	0.45	

A.1.3 确定加样体积

依据GBZ/T 300.66-2017规定苯在100 mg活性炭中的穿透容量为7 mg, 而日常苯的QCM加标量均在0.9 mg以下不会超过穿透容量。依据GBZ/T 300.38-2017中提供二硫化碳的穿透容量为2.6 mg每100 mg活性炭, 20°C时二硫化碳的密度为1.26 g/mL, 所以要保证加入200 mg型活性炭管中二硫化碳的量不超过穿透容量, 加标体积不可以超过4 μL, 本示例加标体积选择2 μL。

A.2 加料封装

活性炭管一端经切割开口, 用微量注射器吸取2 μL上述标准溶液, 针头插入活性炭中间位置附近时缓慢注入全部溶液, 拔出微量注射器针头, 高温火焰封闭活性炭管管口。封装完成的QCM逐一贴上包括“活性炭管中苯、批号、编号”等信息的标签, 室温放置24小时以上, 待吸附平衡后进行均匀性评估。

A.3 均匀性评估

从该批次苯的QCM中随机抽取10支用于均匀性检验。按照苯的溶剂解吸-气相色谱法进行测定，每个样品重复测定3次。样品的重复测定应按随机次序进行（可参考如下示例），以降低测量飘移对均匀性评估的影响。采用单因素方差分析法对测定结果进行统计处理，样品间均值无显著性差异则表明样品是均匀的。

A.4 示例

10个样品，重复测量3次，适合的测量方案如下：

第一次测量顺序：1、3、5、7、9、2、4、6、8、10。

第二次测量顺序：10、9、8、7、6、5、4、3、2、1。

第三次测量顺序：2、4、6、8、10、1、3、5、7、9。

活性炭管中高浓度苯的QCM均匀性测定及分析结果见表A.2、表A.3，低浓度苯的QCM均匀性测定及分析结果见表A.4、表A.5。

表 A.2 活性炭管中高浓度苯 QCM 均匀性测定结果(μg)

样品	第一次	第二次	第三次
1	189.9	190.4	191.5
2	189.0	188.1	189.8
3	188.6	189.4	188.5
4	188.7	189.8	189.7
5	189.1	191.6	191.9
6	188.2	188.7	190.5
7	189.2	189.1	191.6
8	189.7	190.9	192.0
9	188.7	189.8	189.7
10	189.0	189.6	190.2
总平均值	189.8		
标准偏差	1.1		

表 A.3 高浓度苯 QCM 单因素方差分析结果

方差来源	自由度	平方和	均方	<i>F</i>
单元间	9	12.6	1.40	1.83
重复测定	20	15.3	0.76	

由表A.2、表A.3计算的高浓度苯QCM *F* 值为1.83，该值<*F*_{0.05(9,20)}=2.39临界值，表明在0.05显著性水平时，该批次活性炭管中苯的QCM是均匀的。

检测方法相对标准偏差为4.2%~6.0%，189.8μg×4.2%÷3 =2.6 μg，大于样品间标准偏差*Ss*=1.1 μg，亦表明该批次活性炭管中高浓度苯的QCM是均匀的。

表 A.4 活性炭管中低浓度苯 QCM 均匀性测定结果(μg)

样品	第一次	第二次	第三次
1	57.2	56.9	57.8
2	57.2	58.0	57.2
3	57.6	58.0	57.6
4	57.1	58.0	57.5
5	57.3	57.7	58.0
6	57.6	58.2	58.2
7	57.5	57.3	57.5
8	57.1	57.7	57.2
9	57.8	57.2	57.4
10	57.1	57.9	57.5
总平均值	57.5		
标准偏差	0.4		

表 A. 5 低浓度苯 QCM 单因素方差分析结果

方差来源	自由度	平方和	均方	<i>F</i>
单元间	9	1.2	0.13	1.00
重复测定	20	2.6	0.13	

由表A.4、表A.5计算的低浓度苯QCM *F* 值为1.00，该值<*F*_{0.05(9,20)}=2.39临界值，表明在0.05显著性水平时，该批次活性炭管中低浓度苯的QCM是均匀的。

检测方法相对标准偏差为4.2%~6.0%，189.8μg×4.2%÷3 =2.6 μg，大于样品间标准偏差*Ss*=0.4 μg，亦表明该批次活性炭管中低浓度苯的QCM是均匀的。

A. 5 定值

将均匀性评估研究中获得的 10 支苯 QCM 的总平均值作为指示值，3 倍标准偏差建立指示值的控制限，本批次活性炭管中苯 QCM 的指示值及控制限分别为：（189.8±3.3）μg、（57.5±1.2）μg。

A. 6 稳定性评估

室温条件下按照0、1个月、3个月、6个月、12个月存放时间，各时间点取出6个样品进行测定，每个样品重复测定3次后取平均值，测定结果见表A.6。各时间点检测结果与均匀性检验的总体均值运用*t* 检验法进行统计分析，无显著性差异时间点前该批次活性炭管中苯QCM的稳定性符合要求。

表 A. 6 活性炭管中苯 QCM 稳定性测定结果(μg)

样品	0月	1月	3月	6月	12月
1	189.8	190.9	188.3	190.1	189.0
2		188.2	189.0	190.5	188.4
3		189.7	190.7	189.9	191.1

样品	0月	1月	3月	6月	12月
4		190.5	191.1	188.4	189.6
5		190.8	189.1	190.3	190.4
6		189.7	189.2	189.0	188.0
平均值		190.0	189.6	189.7	189.4
标准偏差		0.9	1.0	0.8	1.1
<i>t</i>		0.44	0.58	0.33	0.87

按下式计算*t*值：

$$t = \frac{|\bar{x} - \mu|\sqrt{n}}{S}$$

式中：
t—*t*检验统计量；
 \bar{x} —*n*次测量的平均值；
 μ —参考值(指示值)；
n—测量次数；
S—*n*次测量结果的标准偏差。

注：为保证平均值和标准偏差的准确度，*n*≥6。

表A.6结果显示，室温条件下存放1个月、3个月、6个月、12个月后，各时间点测定6个样本计算所得*t*值均小于临界值*t*_(0.05,5)=2.57，各时间点平均值与参考值之间无显著性差异，表明室温条件下该批次活性炭管中苯QCM至少可稳定存放12个月。

A.7 有效期评定

根据稳定性评估数据该批次苯的 QCM 保存有效期暂定为 12 个月。

A.8 样品信息文件

为该批次活性炭管中苯的 QCM 逐一贴上带有批号、活性炭管中苯等信息的标签，再将制备日期、贮存条件、有效期、预期的用途、指示值、使用的安全注意事项等信息以文件形式汇总，作为该批次 QCM 的信息文件。

附 录 B
(资料性)

常见固体吸附剂管 QCM 贮存条件及有效期

常见固体吸附剂管QCM贮存条件及有效期参考信息见表B.1。

表 B.1 常见固体吸附剂管 QCM 贮存条件及有效期

序号	名称	贮存条件	有效期
1	活性炭管中苯	室温	12个月
2	活性炭管中乙苯	室温	12个月
3	活性炭管中丁酮	室温	12个月
4	活性炭管中环己烷	室温	12个月
5	活性炭管中甲苯	室温	12个月
6	活性炭管中四氯化碳	室温	12个月
7	活性炭管中正庚烷	室温	12个月
8	活性炭管中三氯乙烯	室温	12个月
9	活性炭管中四氯乙烯	室温	12个月
10	活性炭管中三氯甲烷	室温	12个月
11	活性炭管中正己烷	室温	12个月
12	活性炭管中异丙醇	室温	12个月
13	活性炭管中苯乙烯	室温	12个月