
仅供参考!!!

文件编号:

XXXX/EU03-2016

受控状态:

受控号:

XXXX水质食品检测有限公司

作业指导书

(期间核查方法)

主编:

审核:

批准:

2016-05-10发布

2016-05-30实施

XXXX水质食品检测有限公司

发布

作业指导书	文件编号：XXXX/EU03-2016
目 录	第1版 第 0 次 修 订
	第 1 页 共 1 页

1. XXXX/EU0301-2016 标准物期间核查方法
3. XXXX/EU0303-2016 离子色谱期间核查方法
4. XXXX/EU0304-2016 气相色谱期间核查方法
5. XXXX/EU0305-2016 原子吸收期间核查方法
6. XXXX/EU0306-2016 原子荧光期间核查方法

XXXX 水质食品检测有限公司 作业指导书	XXXX/EU0302-2016
主题：标准物期间核查方法	第 1 页 共 1 页

标准物期间核查方法思路

1. 适用范围：

本方法适用于本公司标准物质的期间核查。

2. 核查项目及技术要求

2.1 百分含量；

2.2 技术要求：允许误差：视具体的核查标准物质确定；

3. 核查条件

3.1 有证标准物质；

3.2 环境条件：符合标准物质的储存和使用要求。

4. 核查方法

4.1 核查是否在有效期内；

4.2 是否按照标准物质证书上所规定的适用范围、使用说明、测量方法与操作步骤、储存条件和环境条件来使用和管理；

4.3 若上述情况的核查结果完全符合要求，则无需重新验证标准物质的特性量值；

4.4 如果发现以上情况出现了偏差，则需对标准物质的特性量值进行重新验证。

核查方法如下；

4.4.1 选择有证标准物质进行检测，以证实检测仪器设备可靠性；

4.4.2 当检测值与标准物质定值在允许误差范围内时，使用经验证的仪器设备及人员对被核查标准物质进行检测，确认其是否发生变化。

XXXX 水质食品检测有限公司 作业指导书	XXXX/EU0303-2016
主题：离子色谱期间检查方法	第 1 页 共 2 页

离子色谱期间核查方法

1 适用范围

本方法适用于使用中的带有电导检测器的离子色谱仪的期间核查。

2 编制依据

《离子色谱仪检定规程》（JJG 823- 2014）

3 核查条件

3.1 环境条件：工作室应排风良好，相对湿度低于 85%，工作环境温度为 10—30℃，8h 工作时间，内温度波动不超过 ±3℃

3.2 核查标准：氯离子标准物质

4 核查项目及技术要求：

4.1 检查项目：外观、定性重复性、定量重复性、基线漂移和基线噪声。

4.2 技术要求：

4.2.1 外观：仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名、出厂时间和仪器编号。

4.2.2 定性重复性：不大于 1.5%。

4.2.3 定量重复性：不大于 3%。

4.2.4 基线噪声：≤0.005μ S 或 ≤2%FS

4.2.5 基线漂移：≤0.10μ S/30min 或 ≤20%FS/30min

5 检测方法

5.1 整机性能定性、定量重复性检定

按仪器说明书要求，打开仪器，待仪器稳定后，按电导检测器选取检测离子（见表 5）进行测量，连续进样 6 次，记录色谱峰的保留时间和峰面积或峰高，按式（8）计算相对标准偏差 RSD₆。

XXXX 水质食品检测有限公司 作业指导书	XXXX/EU0303-2016
主题：离子色谱期间检查方法	第 2 页 共 2 页

$$RSD_{6\text{定性(定量)}} = \frac{1}{\bar{X}} \times \sqrt{\sum_{i=1}^6 \frac{(X_i - \bar{X})^2}{(6-1)}} \times 100\% \quad (8)$$

式中：RSD_{6定性(定量)}——定性（定量）注册了重复性相对标准偏差；
 X_i ——第 i 次测得的保留时间和峰面积或峰高；
 \bar{X} ——6 次测量结果的算术平均值；
 i ——测量序号；

表 5 电导检测器对应的检测离子浓度

检测器	离子	浓度/ ()
电导检测器	CL-或 Li+	0.5 μ g/ml 或 0.2 μ g/ml

5.2 基线漂移和基线噪声的核查

将检测器与记录仪联接好，将灵敏度选择开关置于最灵敏档，基线稳定后，记录基线30分钟，由此计算基线噪声和基线漂移。

6 核查结果要求

4.1、4.2条款中的核查结果应符合JJG 823- 2014《离子色谱仪检定规程》的要求。

7 相关记录

7.1 年度期间核查计划表；

7.2 仪期间核查记录。

离子色谱仪期间核查记录

XXXX/JL01-07-03

仪器名称		室温	℃
仪器型号		相对湿度	%
制造厂名		检定员	
出厂编号		核验员	
送检单位		记录编号	
联系人及电话		检定日期	

技术要求：保留时间和定量的重复性

检测离子	浓度 μg/mL	保留时间/min						平均值	RSD % <small>保留</small>
		1	2	3	4	5	6		

检测离子	浓度 μg/mL	峰高/面积/						平均值	RSD % <small>保留</small>
		1	2	3	4	5	6		

核查结果：

检测器性能检定

4.1电导检测器:

XXXX/JL0107-03

噪声		漂移			记录时间	
定量管/ml		() 离子的浓度			离子的峰高	
漂移/%FS		噪声/%FS			最小检测浓度 $\mu\text{g}/\text{ml}$	
序号	1	2	3	4	5	相关系数
() 离子浓度 ml/ml						
峰高/峰面积						

XXXX 水质食品检测有限公司 作业指导书	XXXX/EU0304-2016
主题：气相色谱期间检查方法	第 1 页 共 2 页

气相色谱期间核查方法

1 适用范围

本规程适用于新制造、使用中和修理后的火焰离子化(FID)为检测器的实验室通用气相色谱仪的检定。

2 编制依据

《气相色谱仪检定规程》(JJG 700-1999)

3 核查条件

3.1 环境条件：相对湿度低于85%，工作环境温度5-35℃

3.2 核查标准：正十六烷标准物质

4 核查项目及技术要求：

4.1 检查项目：外观、基线噪声、基线漂移、

4.2 技术要求：

4.2.1 外观：仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名、出厂日期和出厂编号，国内制造的仪器应标注制造计量器具许可证标志。

4.2.2 基线噪声： $\leq 1 \times 10^{-12}A$

4.2.3 基线漂移： $\leq 1 \times 10^{-11}A$

4.2.4 定量重复性： $< 3\%$

5 检测方法

5.1 仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名、出厂日期和出厂编号，国内制造的仪器应标注制造计量器具许可证标志。

5.2 在正常操作条件下，用试验液检查气源至仪器所有气体通过的接头，应无泄漏。

5.3 仪器的各调节旋钮、按键，开关、指示灯工作正常。

5.4 基线噪声和基线漂移检定

XXXX 水质食品检测有限公司 作业指导书	XXXX/EU0304-2016
主题：气相色谱期间检查方法	第 2 页 共 2 页

按检定条件，选择较灵敏档，点火并待基线稳定后，调节输出信号至记录图或显示图中部，记录半小时，测量并计算基线噪声和基线漂移。

5.5 用液体标准物质检定

按表2 的检定条件，使仪器处于最佳运行状态，待基线稳定后，用微量注射器注入 1~2 μl 浓度为 100ng/μ 或 1,000ng/μ 的正十六烷-异辛烷溶液，连续进样六次，记录正十六烷峰面积。

5.5.1 检测限的计算

$$D_{FID} = \frac{2NW}{A}$$

式中：D_{FID}——FID 检测限 (g/s)；

N——基线噪声(A)

W——正十六烷或甲烷的进样量(g)；

A——正十六烷或甲烷峰面积的算术平均值(A·s)。

6 核查结果要求

4条款中的核查结果应符合 JJG 700-1999《气相色谱仪检定规程》的要求

7 相关记录

7.1 年度期间核查计划表；

7.2 仪期间核查记录。

气相色谱仪期间核查记录

XXXX /JL0107-04

送检单位:			
送检单位地址:			
联系人:		联系电话:	
仪器编号:		制造厂:	
出厂编号:		大气压:	
检定时室温:		湿度:	
检定员:		核验员:	
检定日期:		证书编号:	
外观:			
检测器名称:			
检定条件:			
色谱柱:			
柱箱温度		检测器温度	
汽化室温度		记录器型号	
记录器灵敏度		纸速	
积分仪型号		标准物质名称	
基线噪声:			
基线漂移:			
程序升温重复性检定:			
对应色谱图编号:			
备注:			

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/617151001111010001>