

四、均匀性和稳定性检验

严格执行国家一级标准物质技术规范(JJF 1006-94)的有关要求,进行均匀性检验和稳定性检验。

均匀性检验:随机抽取 25 瓶候选物样品,每瓶分取三份分析,最小取样量为 1.0g,用气相色谱串联质谱法测定目标化合物含量。测得结果经过 *F*-检验标准物质均匀性良好。

稳定性检验:在-18℃条件下,经一年跟踪分析测试,结果经 *t*-检验没有发现统计学意义上的误差,证明稳定性良好。在有效期内将继续进行稳定性检验,如发现变化,将及时通知用户。

五、特性量值的测量方法

土壤中有机氯农药和多氯联苯含量采用气相色谱电子捕获检测器法(GC-ECD)、气相色谱质谱法(GC-MS)、气相色谱串联质谱法(GC-MS/MS)、气相色谱同位素稀释质谱法(GC-IDMS)、气相色谱同位素稀释串联质谱法(GC-IDMS/MS)五种分析方法进行测定。同时邀请中国科学院生态环境研究中心利用气相色谱同位素稀释高分辨质谱法进行比对验证。

六、溯源性描述

1. 制作校正曲线的标准溶液是国际或国内有证标准物质,可溯源到测量国际单位制;

2. 所使用的仪器设备和天平及计量器具按国家计量部门有关规定进行检定或校准,量值准确可靠,可溯源到国家标准计量源。

3. 所有参加的定值单位都已通过国家级计量认证及认可,并多次参加过标准物质定值工作,具有丰富的标准物质定值经验。参加定值单位组织有经验的分析者承担定值分析,保证分析质量。

4. 在定值分析中,发给各定值单位的样品中加入标准物质 ERM-cc007a 和 CRM-963 作为密码样共同进行测试,以监控定值测试全过程的质量。

5. 在定值分析过程中使用的方法,都是经过多年实践经验的准确可靠的方法。

6. 在分析测试的全过程都进行空白检验,以监测所用试剂和器具的污染。

7. 采用五种测试方法互相核验,以监测未能预见的干扰和基体成分的影响。



国家质量监督检验检疫总局批准

GBW GBW 07472

(GSSO-4)

标准物质认定证书

土壤中有机氯农药和多氯联苯成分分析标准物质

**Certificate of Certified Reference Material of
Organochlorine Pesticides and Polychlorinated Biphenyls
Congeners in Soil**

证书编号 GBW 07472

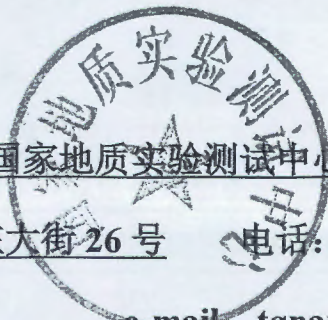
定值日期 2013 年 12 月

有效期限 2018 年 12 月

认定机构 (或生产单位): 国家地质实验测试中心 (公章)

地址: 北京市西城区百万庄大街 26 号 电话: 010-68999599

传真: 010-68998605 e-mail: tqname81@163.com



一、概述

本系列标准物质主要用于地质、环境、农业等领域调查与研究中有有机氯农药和多氯联苯成分分析过程质量控制,以及测量仪器校准、分析方法验证和实验室分析能力考核等。

二、原材料来源和制备工艺

土壤中有有机氯农药和多氯联苯成分分析标准物质原样采自浙江。

将采集的土壤候选物样品分别在干净阴凉处风干,除去树枝、石子等杂物。用高铝瓷球磨机轻度球磨(加少许球石,磨1-2h)粗碎,使结块压碎,用高铝瓷球磨机细磨至-74 μm (过200目筛),灭菌。样品经均匀性检验合格后,分装至20g/瓶的棕色玻璃带盖瓶中,聚四氟乙烯内衬密封,-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

三、认定值和不确定度

9家实验室协作定值,每个实验室提供1-2组数据,用不同原理的可靠方法相互核验,测试结果一致性良好,为认定值。数据离散时定为参考值,以带括号数据表示。不确定度主要由其均匀性不确定度、稳定性不确定度和定值不确定度(标准不确定度)三部分构成,这三部分不确定度的合成不确定度为标准物质不

确定度的总不确定度。合成标准不确定度(μ_{CRM})的计算公式

$$u_{\text{CRM}} = \sqrt{u_{bb}^2 + u_s^2 + u_{\text{char}}^2}, \text{ 扩展不确定度}(U_{\text{CRM}}) \text{ 的计算公式, } U_{\text{CRM}} = t_{0.05} * u_{\text{CRM}},$$

其中 u_{bb} 代表均匀性检验不确定度, u_s 代表稳定性检验不确定度, u_{char} 代表定值不确定度, $t_{0.05}$ 代表 t 分布中95%置信区间的 t 值,认定值与不确定度结果见表1。

表1 GBW 07472(GSSO-4)认定值及不确定度

化合物	α -六六六	β -六六六	γ -六六六	δ -六六六	PP'-DDE	PP'-DDD	OP'-DDT	PP'-DDT
认定值(ng/g)	8.4	15.5	6.5	3.9	342	36	24	225
不确定度(ng/g)	2.1	4.3	2.8	1.6	61	12	11	67
测定组数(N)	16	16	16	15	16	15	16	16

续表1

化合物	PCB28	PCB52	PCB101	PCB118	PCB153	PCB138	PCB180
认定值(ng/g)	400	253	230	192	118	151	41.3
不确定度(ng/g)	59	33	55	40	30	31	8.7
测定组数(N)	16	16	15	16	16	16	16

8. 邀请国内权威实验室对定值在分析技术和数据上给予验证。

七、正确使用说明

分取样品时，先将样品从贮存环境中取出，在室温下放置平衡后，再分取试样，最小取样量 1.0g。取样后，密封瓶盖，放在-18℃下保存。

八、运输和贮存

运输时避光密封，控制温度在 20℃以下；长期贮存时请在-18℃以下冷冻密封避光保存，防止吸潮。

九、安全警示

本标准物质含有有毒有害化合物，处置这些标准物质时，参照法律规定的有害物质处理方针处置。