

# JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF × × × × — 202 ×

## 土壤和沉积物中有机污染物标准物质的 研制

The Production of Reference Materials for Organic Pollutants in Soil and  
Sediment

(征求意见稿)

202 × - × × - × × 发布

202 × - × × - × × 实施

国家市场监督管理总局 发布

# 土壤和沉积物中有机污染物标准物质的研制

JJF ××××- 202×

The Production of Reference Materials

for Organic Pollutants in Soil and Sediment

归口单位：全国标准物质计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

全国标准物质计量技术委员会规范征求意见稿

本规范委托全国标准物质计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

( )

( )

( )

参加起草人：

国家标准物质计量技术委员会规范征求意见稿

# 目 录

引 言 .....	III
1 范围 .....	1
2 引用文件 .....	1
3 术语及定义 .....	1
3.1 土壤和沉积物中的有机质 .....	1
3.2 真空冷冻干燥 .....	2
3.3 辐射灭菌 .....	2
4 土壤和沉积物标准物质的分类 .....	2
4.1 按照土壤和沉积物基体分类 .....	2
4.2 按照特性值（目标分析物含量）范围分类 .....	3
4.3 按照特性(目标分析物)理化性质 .....	3
5 命名与特性值表达 .....	3
5.1 标准物质的命名 .....	3
5.2 特性值的表示 .....	4
6 研制策划 .....	4
6.1 需求评估 .....	4
6.2 预期性能要求 .....	4
6.3 可靠性评价 .....	4
6.4 研制可行性评估 .....	4
7 标准物质制备 .....	4
7.1 总则 .....	4
7.2 候选物原料的采集 .....	4
7.3 候选物原料的运输 .....	5
7.4 候选物的制备 .....	5
8 均匀性评估 .....	7
8.1 一般要求 .....	7
8.2 均匀性初检 .....	7
8.3 均匀性实验测量要求 .....	7

8.4 最小取样量 .....	8
9 稳定性评估 .....	8
9.1 一般要求 .....	8
9.2 运输与保存条件设计 .....	9
9.3 稳定性评估类型 .....	9
9.4 稳定性实验测量要求 .....	9
10 定值 .....	10
10.1 定值的基本要求 .....	10
10.2 定值方式 .....	10
10.3 定值方法 .....	11
10.4 定值过程质量控制 .....	12
11 不确定度评估 .....	12
12 结果表达 .....	12
12.1 标准值表达 .....	12
12.2 指示值表达 .....	12
12.3 计量单位和有效位数表达 .....	13
13 研制报告 .....	13
14 证书和标签 .....	13

国家标准物质计量技术规范征求意见稿

## 引 言

有机污染物通过工业排放，或在环境介质中迁移转化，最终沉降和富集在土壤与沉积物中。加强土壤与沉积物中有机污染物的防控与监测一直是我国环境监测中的工作重点。由于土壤和沉积物基质复杂，有机污染物品种多，异构体多样，量值范围跨度广等导致的监测数据质量问题急需改善。土壤和沉积物基体标准物质可以有力的支持实际检测中的质量控制、方法验证和检测技术考核等工作，保证测量结果可靠、可比，支撑测量结果的国际互认。

本规范阐述了土壤和沉积物标准物质研制的技术要求和基本原则，以规范我国土壤与沉积物中有机污染物标准物质的研制工作，为我国相关环境监测、地质调查的检测工作提供符合质量要求的标准物质。

本规范以 JJF1342《标准物质研制（生产）机构通用要求》和 JJF1343《标准物质的定值及均匀性、稳定性评估》为指导原则，结合环境分析特点制定。

本规范为首次发布。

国家标准物质计量技术委员会规范征求意见稿

# 土壤和沉积物中有机污染物标准物质的研制

## 1 范围

本规范规定了土壤和沉积物标准物质原料采集、制备、均匀性评估、稳定性评估、定值及溯源性、不确定度评定、研制报告、证书、包装和保存等要求。本规范适用于河流、湖泊、城市水道和海洋沉积物以及土壤中有机污染物标准物质的研制。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件

JJF 1006 一级标准物质技术规范

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1186 标准物质认定证书和标签内容编写规则

JJF 1218 标准物质研制报告编写规则

JJF 1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF 1343 标准物质的定值及均匀性、稳定性评估

GB/T 16831 基于坐标的地理点位置标准表示法

GB/T 33469-2016 耕地质量等级

GB/T 6005-2008 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HJ 613-2011 土壤干物质和水分的测定重量法

HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范

HJ 1300-2023 海水、海洋沉积物和海洋生物质量评价技术规范

NY/T 85-1988 土壤有机质测定法

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。

## 3 术语及定义

JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1005《标准物质通用术语和定义》中规定的术语及以下术语适用于本规范。

3.1 土壤和沉积物中的有机质 organic matter in soil and sediment

土壤和沉积物中形成的和外加入的所有动植物残体不同阶段的各种分解产物和合成产物的总称，包括高度腐解的腐殖物质、解剖结构尚可辨认的有机残体和各种微生物体。

### 3.2 真空冷冻干燥 vacuum freeze drying

一种将物体首先进行冻结以固定其生物特性及结构，然后在真空条件下进行干燥（即将物体中的固体水分直接升华为气态），从而达到脱水目的的技术。

### 3.3 辐射灭菌 radiation sterilization

一种照射样品以破坏微生物及其孢子从而达到灭菌目的的技术，辐射类型包括：钴-60  $\gamma$  射线、X 射线和电子束等。

## 4 土壤和沉积物标准物质的分类

### 4.1 按照土壤和沉积物基质分类

#### 4.1.1 土壤和沉积物的分类原则

土壤和沉积物的分类包括多个层级，在此规范中主要考虑影响土壤和沉积物中有机污染物标准物质研制的基质分类，包括土壤和沉积物基质类型对标准物质测量方法、应用范围的影响。通常对土壤的有机质的含量、用途和其被采集的地点进行分类；对沉积物的水体环境和被采集的区域进行分类。

#### 4.1.2 有机质含量分类

土壤和沉积物是由矿物质、有机质、水分及空气组成。虽然不同区域的土壤和沉积物中矿物质成分差异较大，但由于大多数的有机污染物被保留和储存在有机质中，影响有机污染物浓度的通常是有机质的含量水平。且不同有机质含量对于有机污染物检测带来的难度不同，导致检测方法也不尽相同。故而在开展土壤和沉积物中有机污染物标准物质研制时，需区分有机质的含量水平。根据干重中有机质含量，土壤和沉积物被分为：低有机质水平（有机质含量 $<10\text{g/kg}$ ），中等有机质水平（ $10\text{g/kg}\leq$ 有机质含量 $<50\text{g/kg}$ ），高有机质水平（有机质含量 $\leq 50\text{g/kg}$ ）。

#### 4.1.3 沉积物的沉积环境分类

环境监测中一般根据沉积环境将沉积物分为海洋沉积物、湖泊沉积物、河流沉积物和城市污泥。

#### 4.1.4 土壤和沉积物采集地点分类

根据土壤和沉积物的采样地，一般为特定地点名称，具体海洋、湖泊或河流名称。



土壤沉积物基体标准物质研制的技术要求将基于此分类体系，规范相关基体标准物质研制的通用要求和原则。

#### 4.2 按照特性值（目标分析物含量）范围分类

根据土壤、沉积物中有机污染物残留水平，将特性组分含量范围分为 4 个：

- 1) 常量：有机污染物质量分数 $\geq 1$  g/kg
- 2) 微量： $1$  mg/kg $\leq$ 有机污染物质量分数 $< 1$  g/kg
- 3) 痕量： $1$   $\mu$ g/kg $\leq$ 有机污染物质量分数 $< 1$  mg/kg
- 4) 超痕量：有机污染物质量分数 $< 1$   $\mu$ g/kg

#### 4.3 按照特性(目标分析物)理化性质

根据物理性质划分，有机污染物被分为挥发性有机污染物、半挥发性有机污染物和不挥发性有机污染物。

土壤和沉积物中有机污染物标准物质研制的技术要求将基于此分类体系，规范标准物质研制的通用要求和原则。

### 5 命名与特性值表达

#### 5.1 标准物质的命名

标准物质的命名，按照“定义词+土壤\沉积物中的+特性组分+分析标准物质”的格式进行命名。

1) “定义词”的定义形式：“定义词”可以用土壤\沉积物的采集地、有机质含量和污染物含量水平进行定义，如果使用采集地作为定义词，采样地必须具有代表性和典型性。为了更加明确标准物质的使用目的和使用范围，可以使用多个“定义词”叠加对标准物质进行定义。“定义词”的使用并不是必须的。

例：“土壤中苯并（a）芘分析标准物质”、“高有机质水平土壤中灭蚁灵分析标准物质”、“高有机质土壤中痕量灭蚁灵分析标准物质”、“海洋沉积物中多环芳烃分析标准物质”。

2) “特性组分”的定义形式：特性成分不多于 3 个，可以采用直接列出每个特性成分名的形式表达。特性成分大于 3 个时，采用“特性组分数量+特性成分种类”表达。

例：“海洋沉积物中微量林丹、甲氧滴滴涕和狄氏剂分析标准物质”、“海洋沉积物中 10 种有机氯农药分析标准物质”。

## 5.2 特性值的表示

推荐采用特性成分的质量分数，即有机污染物在土壤/沉积物中的质量比，量值单位可用质量比表达也可用百分数表达，例如： $\text{mg/kg}$ 、 $\mu\text{g/kg}$ 、 $\mu\text{g/g}$ 、%等。

## 6 研制策划

标准物质研制机构承担标准物质研制（生产）项目的策划和管理、特性值及其不确定度的赋予，特性值的认定和报批不能分包。

### 6.1 需求评估

标准物质研制前应开展策划工作，进行需求评估，并确认预期目标。预期目标包括土壤或沉积物的类型（从有机质含量、土壤用途、沉积环境、采样地进行划分）；污染物品种；污染物含量水平和制备规格满足相应的检测标准和检测需求。

### 6.2 预期性能要求

标准物质的特性值、不确定度、包装方式等应满足用于土壤、沉积物中有机污染物残留分析的测量程序校准、确认与质量控制等要求。

### 6.3 可靠性评价

需要对标准物质的定值方法，标准物质定值实验室测量和溯源能力进行可靠性评价。

### 6.4 研制可行性评估

评估土壤、沉积物中有机污染物标准物质候选物原料的可获得性和持续供应能力，对于具有高毒性高含量有机污染物的特殊候选物需说明安全管理风险。

## 7 标准物质制备

### 7.1 总则

制备的土壤、沉积物标准物质形态应满足：1) 接近常规分析的样本或是与标准检测方法中的样本形态接近且均匀稳定；2) 易于储存和运输；3) 包装单元量及单元规格满足在应用场景下的使用需要；4) 标准物质候选物具有可复制性。

### 7.2 候选物原料的采集

在原料采集前，在确定预期的制备量，有机污染物品种的基础上选择合适的采样工具和样品收集容器。应提前做好器皿清洁和材质选择，避免污染引入、吸附和原料泄露的问题。在确定采样地点后，准确定位并根据国家标准 GB/T 16831-2013 以经纬

度，按照（度°分′秒″）的格式记录采样地准确信息。

由于土壤和沉积物中有机污染物主要富集在表层，一般来说表层含量较高，深层含量较低，故而应采集表层土壤与沉积物作为候选物原料，采集中应避免采集和实际去除明显的非土壤、沉积物的异物，并记录采样质量。

如果候选物样品是经过多地点采样获得，应记录下每个采样地的定位信息和相应的样品质量。

### 7.3 候选物原料的运输

应在阴凉避光，或在冷藏、冷冻的条件下将候选物原料运送致样品制备实验室。

### 7.4 候选物的制备

土壤和沉积物中有机污染可以直接采用被污染的土壤进行标准物质候选物的制备，也可以采用添加的方式对标准物质候选物进行制备。添加过程不应改变候选物原料的基质成分。候选物的研制的工艺流程如下图：

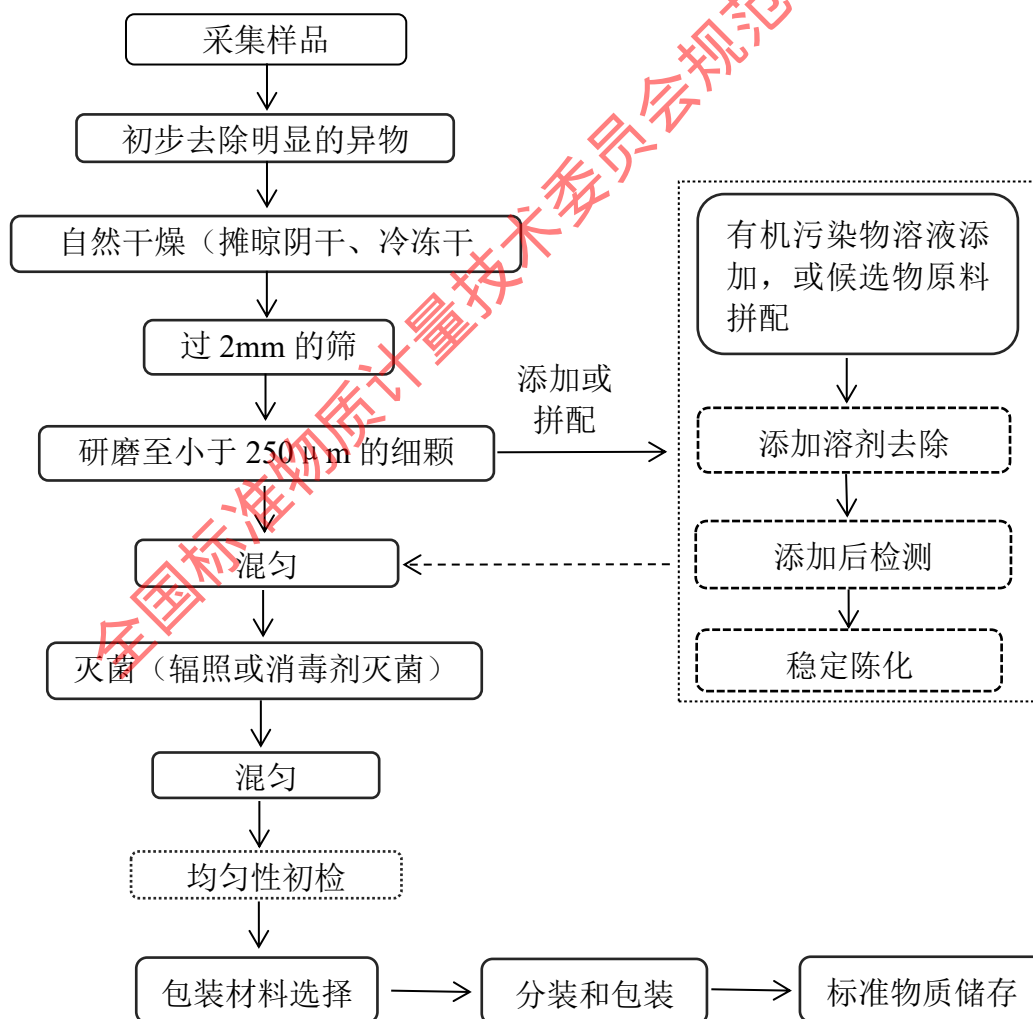


图 1 土壤、沉积物标准物质候选物的研制工艺流程图

#### 7.4.1 候选物原料的干燥要求

在不明显降低有机污染物含量水平的情况下，去除土壤和沉积物样品中的水分含量，使其含水量低于 2.5%。可根据候选物制备量、水量，以及特性有机污染物的稳定性，选择自然阴干法或冷冻干燥法，不推荐采用如烘箱干燥等的加热干燥方式。

#### 7.4.2 候选物原料的研磨和过筛

应综合考虑候选物的均匀性和实际样品检测需求，在研磨和过筛中注意控制颗粒大小，使其粒径小于 180  $\mu\text{m}$ （选用国家标准的 R40/3 系列金属丝实验编织网筛，80 目）。

#### 7.4.3 添加和拼配

可以通过对候选物原料进行溶液添加，或用土壤\沉积物进行原料拼配，达到预期有机污染物的含量。应注意在添加和拼配的过程中，保证候选物原料的均匀性。当采用溶液添加时，要注意添加完成后从候选物原料中去除添加的溶剂。应注意选择基体成分基本一致的原料进行拼配。对于添加后的基体候选物，应至少放置 3 个月进行陈化稳定，并监测过程中特性有机污染物的量值，绘制量值变化曲线，当证明各添加的有机污染物量值达到稳定后，再进行后续的准备。

#### 7.4.4 灭菌技术要求

在选择灭菌方式时，应考虑灭菌过程是否会影响候选物原料中特性有机污染物的含量，必要时可以先进行灭菌方法优化。当灭菌有可能会影响特性组分的含量时，可以采用低温保存的方式替代灭菌来降低微生物的影响。

#### 7.4.5 包装材料要求

应确保包装材料不会致使特性有机污染物分解、吸附或溶出干扰物。在制备超痕量水平特性值的标准物质时，需通过实验考察，选择对特性有机污染物未造成分解、吸附或溶出干扰物的包装。

#### 7.4.6 样品分装要求

标准物质候选物的分装应满足如下要求：

- 1) 应选择温度不超过 25 $^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不超过 70%，没有阳光直射的分装环境场地。
- 2) 分装前，分装人员应穿上防护服、佩戴面罩或口罩，做好细颗粒物防护。
- 3) 包装痕量、超痕量水平的标准物质前，应对包装材料进行清洗、空白检查等操作。

作，确保在包装过程中不会引入污染。

4) 不同浓度和批次的样品应尽量避免在同一场地同时分装。在同一场地先后分装不同浓度和批次样品时应按照从特性组分含量水平从低到高的批次顺序进行。

5) 分装后，应对容器进行封口或密封。特性有机污染物易光照分解或易被氧化的标准物质，应采用避光、抽真空的包装方式。对于特性挥发性有机污染物标准物质，应注意包装的密封性和抗吸附性对稳定性的影响。

#### 7.4.7 标准物质储存

在确保特性有机污染物成分的稳定性的前提下，尽可能选择节能储存方式和运输方式。

## 8 均匀性评估

### 8.1 一般要求

8.1.1 JJF1343 对标准物质均匀性评估要求适用于土壤、沉积物中有机污染物标准物质。

#### 8.1.2 均匀性方案设计

均匀性评估前应设计均匀性评估方案。方案中应确定制备单元数、待测特性有机污染物、抽取样品方式、测量方法、统计方法等内容。均匀性评估方案和稳定性评估方案宜同步设计。

#### 8.1.3 均匀性的指向性

均匀性评估只针对标准物质的特性有机污染物，原则上应对每个有机污染物特性值进行均匀性测试。

当土壤或沉积物标准物质候选物包含多种同类型（同系物或同分异构体）的有机污染物，需要在提出化学性质、含量水平等类似的实验证据下，选择具有代表性的特性化合物进行均匀性实验。同时要采用增加定值数据的取样个数的方式进行均匀性的辅证。

### 8.2 均匀性初检

对于极细颗粒，有机质含量水平高的土壤、沉积物候选物，为避免因静电吸附、样品粘连等原因导致标准物质候选物未被充分混匀，需要开展均匀性初检，合格后再进行分装。

### 8.3 均匀性实验测量要求

均匀性实验应采用经过确认、具有足够重复性的测量方法，一般应不低于定值方法的精密度、具有足够的灵敏度且能溯源。测量中应尽量避免由非均匀性引入的数据不重复的问题。为保持测量系统的一致性，在开展均匀性实验时，需由同一实验员完成。并且应做好实验过程的质量控制，避免外来污染问题带来的重复性问题。

#### 8.4 最小取样量

当单个标准物质单元可以进行多次取样时，需要进行最小取样量的测试。最小取样量的样品检测应满足均匀性实验要求。应绘制每个取样量重复取样的检测结果相对标准偏差与取样量的关系图，以对重复取样的检测结果相对标准偏差没有影响的最少样品量作为最小取样量。当标准物质有多个有机污染物特性值，且特性值所对应的最小取样量不一致时，可以采用多个最小取样量中的最大值作为标准物质的最小取样量，也可以根据考察结果，不同的特性化合物给出相对应的最小取样量。

### 9 稳定性评估

#### 9.1 一般要求

9.1.1 JJF1343 对标准物质稳定性评估要求适用于土壤、沉积物中有机污染物标准物质。

#### 9.1.2 稳定性实验研究的必要性及有效期

原则上，非复制批的土壤或沉积物中有机污染物标准物质需开展稳定性实验研究。若以“极为相似”的标准物质的稳定性信息来证明其稳定性与有效期限时，必须证实土壤或沉积物的基体成分、特性有机污染物的品种、物理化学性质、含量水平、加工条件、包装方式和保存方式均“极为相似”。若标准物质为复制批，当利用前一批次的稳定性数据来体现后续批次的稳定性及相应引入的不确定度时，应评估因基体成分差异、特性值水平变化等关键因素改变而影响稳定性的风险。

对于包含多个特性量值的标准物质，以最不稳定特性量的稳定期作为该标准物质的有效期限。

#### 9.1.3 稳定性方案设计

稳定性评估前应设计稳定性评估方案。方案中应明确预期运输条件、运输时长、长期保存条件、待测特性有机污染物、测量类型、样品抽样方式、测量分析方法、检验时间点、统计方法等内容。对于特定包装、取样次数等可能影响稳定性的因素，应考虑制备小批量样品，开展稳定性预研究。

#### 9.1.4 稳定性的指向性

在考虑土壤和沉积物中有机污染物标准物质稳定性时，只需考虑特性有机污染物在运输和长期保存下的稳定性。原则上应对每个有机污染物特性值进行稳定性测试。

## 9.2 运输与保存条件设计

应先通过文献调研和分析，预测可以保持稳定的最极端的运输温度和最佳长期保存温度。在此基础上开展短期稳定性和长期稳定性研究。原则上认为在较高温度下稳定运输或是稳定保存的土壤或沉积物标准物质，在较低温度下可以保持稳定。预计运输时间不应短于7天。

## 9.3 稳定性评估类型

根据测量条件，稳定性评估分为同步稳定评估和经典稳定评估两种类型，短期稳定性一般采用同步稳定性评估的方法，长期稳定性采用同步稳定性评估或经典稳定性评估方案。同步稳定性评估过程中，拟在样品不会降解的参考温度下开展。短期稳定性的同步稳定性评估的参考温度可以采用样品长期保存温度或更低温度。长期稳定性的同步稳定性评估的参考温度，应明显低于储存温度，如储存温度为4℃时，参考保存温度至少应为-20℃。

## 9.4 稳定性实验测量要求

在进行稳定性时间时，应对实验测量进行如下要求：

1) 稳定性实验应采用经过确认、具有足够重复性的测量方法，一般应不低于定值方法的精密度、具有足够的灵敏度且能溯源。稳定性实验一般采用与均匀性实验相同的检测方法。

2) 为了降低非稳定性因素贡献的不确定度，应从实验方法、实验人员、实验仪器和标准溶液多方面保持测量系统的稳定性。尤其注意在采用经典稳定性评估方式时，每次使用的标准溶液应确保现配现用，避免由于有机污染物标准溶液自身变化（如降解、异构体相互转化等）造成的量值差异。

3) 应做好实验过程的质量控制，尤其是痕量或超痕量分析中，每次稳定性实验时应有空白质控样品，避免外来污染问题带来的稳定性问题。

4) 当单个标准物质单元可以进行多次取样时，对特性半挥发性有机污染物，建议进行多次开盖的稳定性测试；对于特性挥发性有机污染物，必须要有多次开盖的稳定性测试数据支持此取样方式，且需考虑由此带来的不确定度。

## 10 定值

### 10.1 定值的基本要求

#### 10.1.1 溯源性要求

1) 土壤、沉积物中有机污染物标准物质的溯源方式应符合 JJF 1343 和 JJF1854 的要求。

2) 应优先选择有证标准物质作为特性值赋值的参考标准。在特性值赋值的比较链中的实验器皿、天平和检测仪器等均需进行检定校准。

#### 10.1.2 准确性要求

通过标准物质定值得到的认定值应该是对“真值”的最佳估计。定值方法研究的过程是通过现有的分析技术尽可能实现对特性有机污染物“真值”的靠近的实验优化过程。认定值与“真值”的偏差不应超过规定的测量不确定度。

### 10.2 定值方式

对于土壤或沉积物中有机污染物标准物质的定值可以在一家或多家实验室采用一种或多种方法进行。定值的基本方式包括 3 种：

1) 一家实验室采用原级或权威机构认定参考测量程序定值。例如，经过国际计量比对验证并获得国际等效的同位素稀释质谱法；

2) 一家或多家有能力的实验室采用两种或两种以上可证明准确度的方法，两种或两种以上方法的测量原理应不同；

3) 由具有多家同等测量能力的实验室（不少于 9 家实验室），采用一种可证明准确度的方法。

如需要得到独立于特定的测量程序的被测量，应优先选择上述 3 种定值方式中的前两种方式进行定值。

当采用一家或多家有能力的实验室采用两种或两种以上可证明准确度的不同原理的方法进行定值时，每种定值方法的提供实验室需要对影响方法正确度的关键参数进行充分的研究讨论。每个参加定值的实验室需要提供对能够对此标准物质准确定量的能力证明，包括：1) 所使用的定值方法确认数据；2) 全面可靠的不确定度评估记录；3) 之前参与相同被测量标准物质定值的结果；4) 采用被测量相同、基体相似的独立有证标准物质开展质控的结果。

当由多家实验室采用一种定值方法时，应由至少一家实验室对定值方法进行充分的方法学研究和方法确认。并由主导实验室通过质控样验证等方式评估参加定值实验



室是否具备同等测量能力，并对由于定值方法偏移可能带来的不确定度进行评估。主导实验室应为所有的定值实验室制定详细的作业指导文件，其中需要包括有效的质量控制措施，使用标准物质和仪器的溯源性要求，参加实验室需要严格遵照作业指导文件，仅允许测量程序在允许范围内发生变动。作业指导书的具体要求参考 JJF1343。

### 10.3 定值方法

#### 10.3.1 定值方法要求

土壤或沉积物中有机污染物标准物质的定值包括样品的前处理和仪器检测的两部分步骤。在定值方法学研究中，应对包括提取效率，净化效果，特性组分的分离度等方法关键参数进行优化和讨论，并通过方法确认和验证确保量值溯源链不间断和测量结果的正确性。

#### 10.3.2 定值方法的选择

优先选择同位素稀释质谱法作为土壤或沉积物中有机污染物标准物质的定值方法，如果选择非同位素稀释剂或者非特性化合物对应的同位素稀释剂作为内标，应评估采用的内标和对应的特性组分在检测过程中损失的一致性。应尽量不使用外标法对土壤或沉积物中有机污染物标准物质定值。

#### 10.3.3 提取效率的优化

在对提取方法的优化时，应以标准物质候选物为考察对象，对提取方式、提取溶剂、提取时间等提取条件进行讨论，尽可能采用最极限的提取技术实现最大程度地提取出特性化合物。在评估提取效果时，应以达到最大提取效率为最优提取条件。

#### 10.3.4 净化效果的评估

应以标准物质候选物的提取溶液为考察对象，对净化技术和关键参数进行优化，实现最大程度保留特性组分的同时，去除仪器检测中的干扰成分。净化效果需达到检测中特性组分峰周围基线平稳且不受杂质峰干扰，检测灵敏度满足定量要求，进样重复性满足标准物质定值不确定度要求。

#### 10.3.5 特性组分间的分离程度

对于多特性值，多异构体的标准物质，应在充分进行检测仪器条件优化后，实现各特性成分峰的完全分离。

#### 10.3.6 定值方法的确认

优先采用土壤、沉积物空白添加的方式进行添加回收率、检出限、定量限和重复性等方法确认。对于定值方法的加标回收率超出 95%—105%的定值方法，应对定值结

果进行回收率校正。

## 10.4 定值过程质量控制

### 10.4.1 空白控制

应该对实验用溶剂、器皿和仪器进行空白实验调查。当发现引入的污染水平影响预期测量准确性时要求时，需要开展污染控制技术研究，并进行空白扣除，并评估由此带来的不确定度。在每次检测时，需插入一个溶剂空白样品，以保证对每次测量实现污染监控。

### 10.4.2 定值过程质量控制

通过采用基质空白添加或使用基体类似的有证标准物质对定值过程准确性进行控制。空白基体添加可以证明除了提取步骤外的定值过程的可靠性，有证基体标准物质可以证明定值全过程的准确性和有效性。

## 11 不确定度评估

标准物质定值结果（标准值）的不确定度由三部分组成：标准物质均匀性引入的不确定度、标准物质稳定性引入的不确定度以及标准物质定值过程引入的不确定度，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。不确定度评定应符合 JJF 1059.1 和 JJF 1343 的相关要求，遵循 GUM 中规定的基本原则，测量不确定度包括按照统计学方法计算出的不确定度分量（A 类评定）和对测量影响因素的分析以非统计分析的方法评定的不确定度分量（B 类评定）。

对于定值过程中的不确定度评估，应考虑定值时校准溶液的量值、标准物质候选物和校准溶液制备的称量、定量重复性、定值方法间的差异带来的不确定度，此外还需评估由定值方法中的因为提取效率、水分含量、目标峰的分离情况、回收率和基质效应等对不确定度的贡献。

## 12 结果表达

### 12.1 标准值表达

对于有证标准物质，完整的定值结果应由标准物质的标准值（或认定值）和扩展不确定度组成，以标准值 $\pm$ 扩展不确定度。应明确说明扩展不确定度的置信概率和包含因子；

### 12.2 指示值表达

当某些特性的定值未达到规定要求，或不能给出确切的不确定度时，可作为指示值（又称作参考值或信息值）给出，表示方式是将数值加括号。

### 12.3 计量单位和有效位数表达

定值结果的计量单位应符合国家颁布的法定计量单位的规定。有效位数和修约的表达应符合 GB/T 8170 和 JJF 1059.1 的要求。

## 13 研制报告

研制报告应符合 JJF 1218 的要求。

## 14 证书和标签

标准物质证书和标签应符合 JJF 1186 的要求。

证书需包含文件标题、标准物质唯一标识、标准物质名称、标准物质概述、预期用途、特性值及不确定度、计量溯源性、定值测量方法、最小取样量、有效期（限）、适用性、互换性（如有必要）、储存和运输条件、标准物质研制机构名称和联系方式、页码、版本等。

证书应提供附加信息或建议，以保证客户对该标准物质的正确认识和使用，例如土壤、沉积物的有机质含量，采样地名称和坐标，特性值是否经过水分含量校正，是否可以多次开盖使用，使用前的温度平衡和摇匀操作，使用时的湿度控制，安全使用注意事项。建议给出具有多有机污染物特性值标准物质的定量检测条件和谱图。

---