

# 环境监测实验室标准物质的分类和管理

赫元萍, 唐雅萍, 徐敏

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

**摘要:**介绍了标准物质的分类和环境监测实验室标准物质的分类和用途,对如何使用和管理标准物质,满足量值溯源的要求,保证监测数据的准确性作了阐述。

**关键词:**环境标准物质;量值溯源;分类;期间核查

**中图分类号:** X830.5 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006-2009(2009)04-0070-03

环境标准物质是环境监测实验室开展检测工作所必须的重要资源,也是保证监测工作质量及确保监测数据准确、可靠的基础。正确选择、使用、管理标准物质是各级环境监测部门必须做好的基础工作<sup>[1]</sup>。

## 1 标准物质的种类

根据标准物质溯源的级别,以及溯源过程中的计量学控制水平即计量学有效性的高低,通常将物质分为有证标准物质(CRM)和有证标准物质以外的其他标准物质两个基本级别<sup>[2]</sup>。

有证标准物质是附有证书的参考物质,某一种或多种特性值用建立了溯源性的程序确定,使之可准确复现到表示该特性值的测量单位,每一种出证的特性值都附有给定置信水平的不确定度。

我国将标准物质分级为一级和二级,二者都需要经过国家计量行政审批并授权生产,都是国家有证标准物质。一级标准物质(标准代号 GBW)主要采用绝对测量法或两种以上不同原理的准确可靠的方法定值,是其测量准确度达到国内最高水平的有证标准物质。它主要用于评价标准方法、仲裁分析的标准、为二级标准物质定值,是量值传递的依据。

二级标准物质[标准代号 GBW(E)]采用与一级标准物质进行比较测量的方法或一级标准物质的定值方法定值,其不确定度和均匀性均未达到一级标准物质的水平,但能够满足一般测量的需要<sup>[3]</sup>。

我国已批准一级标准物质有 1 168 种(其中含基准物质 108 种),二级标准物质 1 422 种<sup>[4]</sup>,包括纯物质、固体、气体和水溶液的标准。

## 2 环境监测实验室使用的标准物质

目前环境监测实验室使用的标准物质按照其特性可以分为 3 类:第 1 类是物理特性标准物质;第 2 类是化学特性标准物质;第 3 类是微生物检测质量控制标准样品。

### 2.1 用于测量装置(仪器)的标准物质

环境实验室使用的物理特性标准物质主要有用于对噪声监测仪进行校准的标准声级校准器(标准声源)、用于天平校准核查用的标准砝码、用于辐射测定仪器校准的标准放射源等,这类标准物质的管理可以纳入仪器设备的管理范畴。

### 2.2 化学特性标准物质

按照标准物质的性状可以分为 3 类。

第 1 类为气态标准物质,又称为标准气体。用于气体监测项目的量值溯源,如用于大气自动监测仪校准用的 SO<sub>2</sub> 标气、NO 标气、CO 标气、非甲烷烃标气等;用于理化仪器监测的有机物标准气体;用于污染源仪器校准核查的 SO<sub>2</sub>、NO 标准气体。这些标准气体大部分为国家有证标准气体,为一级标准物质或二级标准物质。

第 2 类为液体标准物质,又分为标准溶液和标准样品。

标准溶液,为已知准确浓度的溶液。在滴定分析中常用作滴定剂。在光谱分析法、色谱分析方法中用标准溶液绘制工作曲线或作计算标准。

标准溶液配制方法有两种,一种是直接法,即准确称量基准物质,溶解后定容至一定体积;另一种是标定法,即先配制成近似需要的浓度,再用基

收稿日期: 2009-03-30; 修订日期: 2009-05-07

作者简介: 赫元萍(1963—),女,河北石家庄人,高级工程师,学士,从事环境监测实验室管理工作。

准物质或用标准溶液进行标定。目前标准溶液的来源有两种,一种为购买的国家有证标准物质,直接使用或取一定体积稀释定容后使用;另一种为自配标准溶液。

标准样品包括水质监测标准样、空气监测标样和有机物监测标样,其标准值和不确定度由多个具有资质的实验室采用一种或多种准确可靠的分析方法共同测定后确定,主要用于环境监测及分析测试中的质量保证和质量控制,也可用于仪器校准、方法验证和技术仲裁<sup>[5]</sup>。

第 3 类为固体标准物质,通常使用的为固体标准样品,包括土壤标准样品、煤质标准样品、植物标准样品、生物标准样品和工业固体废弃物标准样品。用途与液体环境标准样品相同。

微生物检测质量控制标样,用于培养基(营养琼脂)质量检定和微生物监测的质量保证和质量控制。

### 3 标准物质的使用

标准物质的使用应以保证测量的可靠性为原则,在使用时应当综合考虑标准物质的使用量、费用、可获得性及相关测试技术。在环境监测分析中不正确地使用标准物质,会影响检测结果的准确性。

#### 3.1 选择和使用

选择和使用标准物质时,首先要全面了解标准物质证书上所规定的各项内容并严格执行。注意标准物质的最小取样量,当使用量小于最小取样量时,标准物质的特性量值和不确定度等参数有可能不再有效,因此应在分析方法和操作过程处于正常状态下,即处于统计控制中使用标准物质,否则会导致错误。

#### 3.2 有效期

标准物质的有效期是在规定的储存条件下,经稳定性试验证明特性值稳定的时间间隔作为标准物质的有效期。

稳定性试验只能说明已经试验的这段时间是稳定的,超过有效期的稳定情况不能确定。在有证标准物质的有效期限内使用标准物质。

#### 3.3 不确定度

不确定度是被测量之值的分散性,不同的标准物质其定值特性的不确定度也不同。根据预期用途和不确定度水平要求选择不同级别的有证标准

物质。

#### 3.4 溯源性

量值溯源的一致性国际间相互承认测量结果的前提条件,中国合格评定国家认可委员会(CNAS)将量值溯源视为测量结果可信性的基础。CNAS 要求已获认可实验室使用标准物质进行测量时,只要可能,标准物质必须追溯到 SI 测量单位或有证标准物质, CNAS 承认经国务院计量行政部门批准的机构提供的有证标准物质<sup>[6]</sup>。实验室在购买标准物质时,应注意选购经国家批准颁布的有证标准物质。

基于分析成本的考虑,环境监测实验室普遍使用自配标准溶液,实验室应采用量值溯源的方式追溯至国家有证标准物质,用有证标准物质给自配标准溶液赋值。

### 4 标准物质的管理

应制定标准溶液和其他内部标准物质的制备、标定、验证、储存管理、有效期限及其标识的文件化程序,并保存详细记录<sup>[7-9]</sup>。

#### 4.1 验收和验证

对购置的标准物质首先应当验收。查看标准物质制造商的资质、标准物质生产批准号、生产日期、有效期和不确定度等是否符合要求。检查外观,包装有无异常。采用实验室可能达到的方法对标准物质的准确性进行验证,如与已有的标准物质进行比对,测试已知结果的样品等。

#### 4.2 标识

标准物质的标识应包括名称、化学式量、浓度及单位、介质、配制日期、有效期、配制人等,对于有证标准物质还应包括标准物质证书号。

#### 4.3 配制记录

自配标准溶液配制记录应包括:配制溶液名称、化学式量、浓度及单位、介质、配制日期、有效期、配制人、基准试剂的称量记录、稀释定容步骤、标定记录、有证标准溶液的核查记录或标准样品测定记录等。

稀释后使用的有证标准物质配制记录应包括:标准物质证书号、溶液名称、化学式量、浓度及单位、介质、配制日期、有效期、配制人等。

#### 4.4 标准物质的储存

标准物质应按照其物理和化学特性安全储存,以防止污染或损坏,确保其完整性。当标准物质必

须低温冷藏时,实验室应将其存放在冰箱中,并监控、记录冰箱温度。

#### 4.5 期间核查

实验室进行标准物质(参考物质)核查时应制定核查计划、核查方法,保存详细记录,进行结果评价,保证其溯源性。

期间核查的实施应由标准物质的使用人员负责。首先应根据各项项目的标准物质的有效期及使用情况制定年度期间核查计划,并根据标准物质的特性选择适当的期间核查方法,不同类型标准物质选择核查方式有所不同。

对气体标准物质,在购买标准气体时根据使用的量,分批购买,用新购进的标气核查在用标准气体。对于色谱分析使用的标准气体,用液体标准物质进行比对核查。

标准溶液 标准样品的核查,对于未开封的标准溶液 标准样品在有效期内,一般不必核查。当开瓶稀释后使用期间,应当进行核查。

对于自配标准溶液(含稀释后多次使用的有证标准溶液),使用有证标准溶液进行核查,也可以通过标准样品进行核查。对于分光光度法测定的项目,可以通过校准曲线的斜率的变化情况,判断标准溶液是否发生量值变化。

#### 4.6 管理台账

建立标准物质的管理台账,对于有效实施标准物质的管理,保证量值溯源的准确意义重大。标准物质管理台账应分两部分,首先是总体管理要求台账,内容包括监测项目、标准物质名称、储备液浓度、来源、有效期、核查周期、储存条件等。其次是标准溶液管理台账,依据总体管理要求,按照监测项目由分析人员对每一次配制的标准溶液进行登记管理,内容应包括标准物质名称、标准物质证书号、生产批号、浓度、配制日期、有效期、核查日期、核查结果评定等,标准溶液管理台账每一条记录,应与标准溶液的配制记录、期间核查记录相对应。

由于目前一些有机标准物质的缺乏,实验室在实施应急、环评、验收监测中不得不使用色谱纯、分析纯有时甚至是工业纯有机物质自行配制标准(参考)溶液,实验室应详细记录试剂的来源、配制步骤,以利不确定度的评估和必要时追溯。

#### 4.7 使用登记

建立标准物质的使用登记,对量值溯源准确、可靠至关重要。建议对于标准物质的使用登记只对多人使用、不同批号同时使用的标准物质实施登记管理,如自动监测校准用标准气体、物理特性的标准物质等。对于专人使用保管的标准溶液,由于其与分析原始记录的对应关系,可以不必进行使用登记。

### 5 小结

《实验室资质认定评审准则》《检测和校准实验室能力认可准则》(ISO/IEC17025:2005)和《量值溯源要求》(CNAS-CL06:2006)都对标准物质的使用、控制、管理提出了明确的要求,中国合格评定国家认可委员会在《检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明》(CNAS-CL10:2006)中针对化学领域的实验室提出了补充要求。

由于环境监测实验室从事的监测工作大部分隶属化学领域,大量使用标准物质,只有对其实施严格的管理,才能保证监测数据准确可靠,更好地为环境管理服务。

#### [参考文献]

- [1] 国家认证认可监督管理委员会. 实验室资质认定工作指南 [M]. 北京:中国计量出版社,2007.
- [2] 卢晓华. 标准物质的溯源性与分级 [J]. 中国计量,2007,13(7):39-40.
- [3] 吕孟. 标准物质在环境监测实验室中的使用和管理 [J]. 大众科学·科学研究与实践,2008,3(1):58.
- [4] 金浩,韩永志. 标准物质及其应用技术 [M]. 2版. 北京:中国标准出版社,2002.
- [5] 王丽萍,张蕻,杨丽华,等. 环境标准物质的期间核查 [J]. 现代测量和实验室管理,2008,16(3):54-55.
- [6] 中国合格评定国家认可委员会. 量值溯源要求 [S]. 北京:中国计量出版社,2006.
- [7] 中国合格评定国家认可委员会. 检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明 [S]. 北京:中国计量出版社,2006.
- [8] 任一力. 环境监测仪器设备的期间核查 [J]. 环境监测管理和技术,2005,17(5):3-4.
- [9] 刘涛,樊强,田文,等. 环境气体标准样品量值的计算及不确定度分析 [J]. 环境监测管理和技术,2009,21(3):58-61.