

质谱中心质量手册

ICP-MS 标准溶液储备/保存/使用规范



近海海洋环境科学国家重点实验室（厦门大学）

State Key Laboratory of Marine Environmental Science
(Xiamen University)

编 制：刘宝敏

2010年1月26日制定

ICP-MS 标准溶液储备/保存/使用规范

1 适用范围

本规范适用于 ICP-MS(Agilent 7700x)用主要标准溶液的储备及保存。

2 参考文献

GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范（食品理化检测）

JJF 1001--1998 通用计量术语及定义

JJF 1005--1986 标准物质常用术语(试行)

3 术语和计量单位

3.1 标准物质的基本概念

3.1.1 标准物质（Reference Material）（RM）

具有一种或多种足够均匀和很好确定了特性值，用以校准设备，评价测量方法或给材料赋值的材料或物质。

3.1.2 有证标准物质（Certified Reference Material）（CRM）

附有证书的标准物质，其一种或多种特性值用建立了溯源性的程序确定，使之可溯源到准确复现的用于表示该特性值的计量单位，而且每个标准值都附有给定置信水平的不确定度。

注：（1）“标准物质证书”定义见 3.3。

（2）有证标准物质一般成批制备，其特性值是通过代表整批物质的样品进行测量而确定，并具有规定的不确定度。

（3）当标准物质与特制器件相结合时，例如已知三相点的物质装入三相点瓶，已知光密度的瓶里装入透射滤光片，均匀粒子尺寸板装在显微镜的比例板上，有证标准物质的特性优势可方便地和可靠地确定，上述这些器件也可以认为是有证标准物质。

（4）所有有证标准物质应符合《国际通用计量学基本术语》中给出的“计

量基准标准”的定义。

（5）有些标准物质和有证标准物质有这样的特性，它们与已确定的化学结构不相关，或由于其他原因不能精确的物理和化学测量方法确定，这类物质包括某些生物物质，如疫苗，世界卫生组织已经规定了它的国际单位。

3.1.3 一级标准物质（Primary Reference Material）

采用绝对测量方法或其他准确、可靠的方法测量标准物质的特性量值，其测量准确度达到国内最高水平的有证标准物质。该标准物质由国务院计量行政部门批准，颁布并授权生产。

3.1.4 均匀性（Homogeneity）

物质的一种或几种特性具有相同组分或相同结构的状态。通过检验具有规定大小的样品，若被测量的特性均在规定的不确定度范围内，则该标准物质对这一特性来说是均匀的。

3.1.5 稳定性（Stability）

在规定的時間间隔和环境条件下，标准物质的特性量值保持在規定范围内的性质。

3.1.6 有效期（Expiration Date）

在規定的贮存及使用条件下，保证标准物质的特性量值准确的最终日期。

3.1.7 溯源性（Tractability）

通过具有規定的不确定度的连续的比较链，使测量结果或标准的量值能够与規定的参考基准，通常是國家基准或国际基准联系起来的特性。

3.1.8 测量不确定度（Uncertainty of measurement）

与测量结果相关联的参数，表征合理地赋予被测量值的分散性。

注：（1）此参数可以是，如标准偏差（或其倍数），或置信区间的半宽度。

（2）测量不确定度一般由许多成份组成。一些成分可以由测量列结果统计分布估计，有实验标准偏差表征。另一些也可用标准偏差表征的成分是基于实验或其他信息的概率分布来估计。

（3）应这样理解测量结果，它是被测量值的最佳估计，全部不确定度成分，包括那些有系统效应，如与修正值，参考计量标准有关联的成分，均贡献于此分散性。

3.1.9 重复性 (Repeatability)

在相同测量条件下，对同一被测量进行多次连续测量所得结果之间的一致性。

注：（1）这些条件称为重复性条件。

（2）重复性条件包括：

相同的测量程序；相同的观测者；在相同的条件下使用相同的测量仪器；相同的地点；在短时期内重复测量。

（3）重复性可以用测量结果的分散性定量地表示。

3.1.10 复现性 (Reproducibility)

在测量条件变化下，用以被测量的测量结果之间的一致性。

注：（1）有效的复现性说明应列出变化条件的规范。

（2）变化条件包括：

测量原理；测量方法；观测者；测量仪器；参考计量标准；地点；使用条件；时间。

（3）复现性可用测量结果的分散性定量地表示。

（4）测量结果在这里通常理解为已修正结果。

3.2 标准物质的定级：

3.2.1 一级标准物质

1. 用绝对测量法或两种以上同原理的准确可靠的方法定值。在只有一种定值方法的情况下，用多个实验室以同种准确可靠的方法定值；

2. 准确度具有国内量高水平，均匀性在准确度范围之内；

3. 稳定性在一年以上或达到国际上同类标准物质的先进水平；

4. 包装形式符合标准物质技术规范的要求。

3.2.2 二级标准物质

1. 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；

2. 准确度和均匀性未达到一级标准物质的水平，但能满足一般测量的需要；

3. 稳定性在半年以上，或能满足实际测量的需要；

4. 包装形式符合标准物质技术规范的要求。

3.3 标准物质证书

“标准物质证书”是介绍标准物质的技术文件。是研制单位向用户提出的质量保证书和使用说明，必须随同标准物质提供给用户。

“标准物质证书”中应提供如下基本信息：标准物质编号、名称、标准物质定值日期、用途、制备方法、定值方法、标准值、总不确定度、均匀性及稳定性说明，最小取样量，使用中注意事项，贮存要求等。

4 ICP-MS 标准溶液储备保存

ICP-MS 标准溶液主要是元素标准，涉及单一标准溶液和混合标准溶液。

4.1 标准溶液的验收和验证

实验室对所获得的对检测结果有重要影响的标准溶液首先应当验收：检查制造商的资质、证书的有效性、生产日期、有效期及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溶液的准确性进行验证，如与已有的标准溶液进行比对，测试已知结果的样品等。

4.2 标准溶液的包装与贮存

1. 标准特质的包装应满足该标准特的用途。

2. 标准特质的最小包装单元应贴有标准特质标签。

3. 标准溶液的储存条件应适合该标准溶液的要求和有利于特性量值的稳定。一般应贮存于干燥、阴凉、洁净的环境中。某些有特殊贮存要求的，应有特殊的贮存措施。

4. 元素标准一般配制浓度为 $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 标准储备液，保存在 $0^{\circ}\text{C}-5^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中，有效期 6 个月；稀释至 $1-10\mu\text{g}/\text{ml}$ 或适当浓度时， $0^{\circ}\text{C}-5^{\circ}\text{C}$ 度保存 1 个月。

4.3 标准溶液的正确使用

正确使用标准溶液是保证测量量值准确、可靠的重要手段。在标准溶液使用时，应注意以下几点。

1. 在使用标准溶液前应仔细阅读标准溶液证书上的全部信息，以确保正确使用标准溶液。

2. 选用的标准溶液应在有效期内，其稳定性应满足整个实验计划的需要。

3. 标准溶液的配制应有逐级稀释的记录，且标签要注明名称、浓度、介质、配制日期、有效期及配制人。

4. 标准溶液存放的容器应符合要求，注意相容性、吸附性、耐化学性、光稳定性和存放的环境温度。

4.4 标准溶液的期间核查

1. 购置到货的标准（储备）溶液应进行验收。

2. 对使用频率较高的或有疑问的标准溶液进行品质检查，可采用另一标准溶液进行比对。

3. 标准溶液在有效使用期间应进行期间检查，验证其特性值稳定、未受污染。如果标准溶液其期间检查发现浓度减低/增高、已经污染等特性变化，应立即停止使用。