中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1646—2017

地质分析标准物质的研制

The Production of Reference Materials for Geoanalysis

2017-09-26 发布　　2017-12-26 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

地质分析标准物质的研制

The Production of Reference Materials for Geoanalysis

JJF 1646—2017

归 口 单 位：全国标准物质计量技术委员会

主要起草单位：国家地质实验测试中心

参加起草单位：湖北省地质实验测试中心

中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所

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：

许春雪（国家地质实验测试中心）

王亚平（国家地质实验测试中心）

参加起草人：

方金东（湖北省地质实验测试中心）

王苏明（国家地质实验测试中心）

顾铁新（中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所）

安子怡（国家地质实验测试中心）

孙德忠（国家地质实验测试中心）

目　　录

引言 ……（Ⅲ）
1　范围……（1）
2　引用文件……（1）
3　概述……（1）
4　选采与制备……（1）
4.1　候选物选采……（1）
4.2　候选物制备……（2）
5　均匀性评估……（2）
5.1　一般要求……（2）
5.2　待测特性选择……（3）
5.3　样品抽取……（3）
5.4　测量分析……（3）
5.5　最小取样量……（4）
5.6　数据结果统计……（4）
6　稳定性评估……（4）
6.1　一般要求……（4）
6.2　待测特性选择……（4）
6.3　样品抽取……（5）
6.4　测量分析……（5）
6.5　检验时间……（5）
6.6　数据结果统计……（5）
6.7　稳定性监测……（5）
7　定值……（6）
7.1　一般要求……（6）
7.2　计量学溯源性的建立与证明……（6）
7.3　合作实验室要求……（6）
7.4　定值方式……（6）
7.5　测量数据检验及认定值的确定……（7）
8　不确定度评定……（7）
9　定值结果表示……（7）
9.1　定值结果表示方式……（7）
9.2　数值修约……（8）
9.3　认定值修订……（8）
10　包装和贮存 ……（8）
10.1　包装 ……（8）

10.2　贮存 …… (8)
11　研制报告 …… (8)
12　认定证书 …… (9)
附录 A　固体候选物制备实例 …… (10)

引　　言

地质材料种类繁多、成分复杂，几乎涉及天然存在的所有元素，其含量跨度大，分析结果的评价强烈地依赖于标准物质。地质分析标准物质对建立实验测量结果的溯源性，保证测量结果在不同地区、不同时间的可比性，实现测量结果的国际互认具有关键作用。

本规范阐述了地质分析标准物质的研制过程中候选物的选采与制备、均匀性评估、稳定性评估、定值、不确定度评定、定值结果表示、包装和贮存、研制报告及证书的基本原则和要求，以规范我国地质分析标准物质的研制工作，提升我国地质分析标准物质的质量水平。

本规范依据 JJF 1342《标准物质研制（生产）机构通用要求》、JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》和 JJF 1218《标准物质研制报告编写规则》，结合地质分析标准物质特点制定。使用本规范时，应同时执行上述相关规范。

本规范为首次制定。

地质分析标准物质的研制

1 范围

本规范规定了地质分析标准物质的选采与制备、均匀性评估、稳定性评估、定值、不确定度评定、定值结果表示、包装和贮存、研制报告及认定证书的要求。

本规范适用于地质分析标准物质的研制，也可以为地质分析质量监控样品的研制提供参考。

2 引用文件

JJF 1006—1994 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 1071 国家计量校准规范编写规则

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 标准物质定值的通用原则及统计学原理

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（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

3.1 地质分析标准物质研制前应开展策划工作，确定预期目标。

注：预期目标包括标准物质的特性、基体、数量和目标测量不确定度等。

3.2 地质分析标准物质的均匀性、稳定性以及待测特性的量值范围应适合该标准物质的用途。

3.3 地质分析标准物质应有足够的量，以满足在有效期限内使用的需要。

3.4 系列化标准物质特性的量值分布梯度应尽可能满足使用要求，以较少品种覆盖预期的范围。

4 选采与制备

4.1 候选物选采

4.1.1 一般要求

4.1.1.1 候选物的选择应满足适用性、代表性，以及容易复制的原则。

4.1.1.2 候选物一般应采集自然状态的样品作为候选物。特殊情况下，若自然状态的样品不能满足实际研究需要，也可通过混合、添加等方式制备候选物。

4.1.2 确定采样位置

4.1.2.1 候选物采集前应先进行资料调研和文献查询，掌握候选物的基本信息，包括

候选物的区域分布情况、岩石矿物类型、主要被测指标含量等内容。根据方案中的预期目标，初步筛选采样位置。

4.1.2.2　在采样点进行实地踏勘，采集少量样品。通过对少量样品的分析测试，掌握主要待测特性的量值。必要时可进行矿物组成的分析鉴定。

4.1.2.3　综合资料调研情况和少量样品的分析结果，确定候选物的采集位置。

4.1.3　采集候选物

4.1.3.1　根据候选物的类型不同，选择合适的方法采集候选物。

4.1.3.2　候选物的采集数量应大于预期制备数量。

4.1.3.3　候选物包装和运输要防止破损、污染和变质等。

4.2　候选物制备

4.2.1　一般要求

4.2.1.1　根据候选物的性质，选择合理的加工程序、制备工艺。

4.2.1.2　候选物的制备应保证样品均匀，尽量避免污染及防止待测特性的量值变化。

4.2.1.3　候选物制备前应根据物料的不同情况进行预处理。

4.2.2　固体候选物的制备

4.2.2.1　固体候选物的制备一般分为干燥、破碎、研磨、混匀、分装等五个步骤。

4.2.2.2　单矿物候选物应在岩矿鉴定确认后按一般步骤制备，选矿产品候选物应根据需要在不同选矿阶段选取后按一般步骤制备。

4.2.2.3　候选物的制备粒度应满足测试方法对样品粒度的要求。若标准物质受粒度影响，固体候选物制备后应进行粒度分析，确定候选物加工粒度分布情况。

4.2.2.4　固体候选物的制备粒度一般要求 98%以上过 0.074 mm 筛（－200 目）。

注 1：地质分析标准物质固体候选物一般指岩石、矿石、土壤和沉积物。

注 2：当候选物容易吸水并粘结时，宜将充分干燥的样品趁热加工制备。

注 3：固体候选物的制备示例参见附录 A。

4.2.3　液体候选物的制备

4.2.3.1　液体候选物的制备一般分为过滤、混匀、分装等步骤。必要时，分装后可选择钴－60（^{60}Co）辐照灭菌或红外灭菌。

4.2.3.2　需添加保护剂或稳定剂的液体候选物应符合相关标准的要求。

注：地质分析标准物质液体候选物一般指地下水。

5　均匀性评估

5.1　一般要求

5.1.1　地质分析标准物质的研制应进行均匀性评估。

5.1.2　开展均匀性评估之前应设计均匀性评估方案。方案中应明确待测特性、抽取样品方式、测量分析方法、统计方法等内容。

5.1.3　地质分析标准物质的特性值应是均匀的。虽然一个标准物质的其他性质可能不均匀，但只要这种不均匀对待测特性值不产生可检测出的影响，则可认为该标准物质均匀。

5.2　待测特性选择

5.2.1　原则上应对标准物质每一个待测特性进行均匀性评估。

5.2.2　对具有多种特性的标准物质，当难以对所有特性的均匀性进行检验时，应根据待测特性的浓度范围和元素的地球化学分类，选择具有代表性、不易均匀的特性做均匀性评估，同时必须保证未检特性的均匀性处于同样的受控状态。

注：未进行均匀性检验的待测特性，可依据其浓度和元素性质参照已进行均匀性检验的特性引入的不确定度进行评估。

5.2.3　若记待测特性数量为 M，选择进行均匀性评估的特性数量为 p，选择待测特性数量应满足以下要求：当 $M \leqslant 15$ 时，$p = M$；当 $15 < M \leqslant 45$ 时，$15 \leqslant p \leqslant M$；当 $M > 45$ 时，$\frac{1}{3}M \leqslant p \leqslant M$。

5.3　样品抽取

5.3.1　抽取方式

5.3.1.1　均匀性评估一般应在标准物质分装成最小包装单元后随机抽取。若标准物质数量较多不能在短期内完成分装，可以在出样时随机抽取样品，但抽取的样品应分布于出料全过程，并在样品分装后进行复验。

5.3.1.2　若标准物质不易均匀，在制备过程中应随机抽取样品进行均匀性初检，合格后分装成小包装单元。

5.3.2　抽取单元数

5.3.2.1　抽取单元数目应对标准物质总体数量有足够的代表性。

5.3.2.2　抽取单元数取决于总体样品的单元数，并且抽取单元数以及每个样品的重复测量次数应适合所采用的统计检验要求。

5.3.2.3　若记总体单元数为 N，抽取单元数为 q，抽取单元数应满足以下要求：当 $N \leqslant 200$ 时，$q \geqslant 11$；当 $200 < N \leqslant 500$ 时，$q \geqslant 15$；当 $500 < N \leqslant 1\,000$ 时，$q \geqslant 25$；当 $N > 1\,000$ 时，$q \geqslant 3 \cdot \sqrt[3]{N}$。对于均匀性好的样品，当 $N \leqslant 500$ 时，$q \geqslant 10$；当 $N > 500$ 时，$q \geqslant 15$。抽取单元数与总体单元数的对应关系见表 1。

表 1　抽取单元数与总体单元数的对应关系

总体单元数 N	抽取单元数 q
$N \leqslant 200$	$q \geqslant 11$
$200 < N \leqslant 500$	$q \geqslant 15$
$500 < N \leqslant 1\,000$	$q \geqslant 25$
$N > 1\,000$	$q \geqslant 3 \cdot \sqrt[3]{N}$
均匀性好的样品 $N \leqslant 500$	$q \geqslant 10$
均匀性好的样品 $N > 500$	$q \geqslant 15$

5.4　测量分析

5.4.1　一般应选择不低于定值方法精密度、具有足够灵敏度的测量方法。

5.4.2　样品称取质量取决于测量方法和候选物的加工粒度。

5.4.3　一般情况下，每个抽取单元应独立取样重复测量次数≥2 次。

5.4.4　均匀性评估通常采取随机次序进行测定。

注：以随机次序进行测定可以防止测量系统的时间变差（测量过程中的漂移）干扰均匀性评估。可通过随机化样品瓶顺序，同时结合改变样品测量顺序达到此目的。例如，假定 10 个样品来进行均匀性评估，做 3 次重复测定，测量方案可如下：

重复测定 1：1—3—5—7—9—2—4—6—8—10；

重复测定 2：10—9—8—7—6—5—4—3—2—1；

重复测定 3：2—4—6—8—10—1—3—5—7—9。

5.4.5　所有测量分析结果均应参与均匀性评估数据处理。

5.5　最小取样量

5.5.1　地质分析标准物质均匀性评估后应给出待测特性应用的最小取样量。

5.5.2　地质分析标准物质的最小取样量通常为均匀性评估测量分析中所使用的标准物质的质量。当有多个待测特性值时，应以不易均匀的待测特性的最小取样量表示标准物质的最小取样量或者分别给出每个待测特性的最小取样量。

5.5.3　地质分析标准物质的最小取样量也可通过实验确定。通过将不同取样量条件下获取的瓶内标准物质偏差与取样量关系作图确定最小取样量。

5.6　数据结果统计

均匀性评估的数据结果统计应符合 JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》的要求。

注 1：地质分析标准物质的均匀性评估，大多数情况下采用单因素方差分析法进行均匀性评估。在某些情况下，也可采用双因素方差分析法进行均匀性评估。

注 2：虽然其他类型的多种统计方法（例如平均值一致性检验方法、t 检验法、极差法等）也可用于地质分析标准物质的均匀性评估，但本规范并没有涉及这方面的内容。

6　稳定性评估

6.1　一般要求

6.1.1　地质分析标准物质的研制过程中应进行稳定性评估，一般在均匀性评估后进行。

6.1.2　开展稳定性评估之前应设计稳定性评估方案，方案中应明确运输条件、保存条件、待测特性、样品抽取方式、测量分析方法、检验时间点、统计方法等内容。

注：运输条件要尽量优化，以保证标准物质在运输过程中的不稳定性不会超过保存时的不稳定性。当运输条件对标准物质的稳定性影响超过保存条件的影响时，应考虑短期稳定性对不确定度的贡献。

6.1.3　地质分析标准物质应在明确的条件下，在较长周期内定期地进行待测特性的稳定性评估。

6.1.4　必要时，应通过模拟运输及恶劣条件下的温度、放置方式等考察标准物质在特定条件下的短期稳定性。

6.2　待测特性选择

6.2.1　原则上应对标准物质每一个待测特性进行稳定性评估。

6.2.2　对具有多种特性的标准物质，当难以对所有特性的稳定性进行检验时，应根据

待测特性的浓度范围和地球化学分类，选择具有代表性、不易稳定的特性做稳定性评估，同时必须保证未检特性的稳定性处于同样的受控状态。

注：未进行稳定性检验的待测特性，可依据其浓度和元素性质参照已进行稳定性检验的特性引入的不确定度进行评估。

6.2.3 若记待测特性数量为 M，选择进行稳定性评估的特性数量为 r，当 $M \leqslant 15$ 时，$r = M$；当 $15 < M \leqslant 45$ 时，$15 \leqslant r \leqslant M$；当 $M > 45$ 时，$\frac{1}{3}M \leqslant r \leqslant M$。

6.3 样品抽取

6.3.1 稳定性评估一般应在标准物质分装成最小包装单元后随机抽取。

6.3.2 抽取样品单元的分布对于总体样品应有足够的代表性。

注：为减少标准物质不均匀性的影响，可对多个样品进行单次测定，其结果优于少量样品的重复测定。即当稳定性评估测量的重复性标准偏差与均匀性评估和标准物质定值的重复性标准偏差之间具有可比性时，在每次测量时可通过在每个时间点多瓶取样减少不均匀性的影响。

6.4 测量分析

6.4.1 一般应选择不低于定值方法的精密度和具有足够灵敏度的测量方法。

6.4.2 不同检验时间点的稳定性评估，操作步骤及实验条件应一致。

6.4.3 每种标准物质重复测量次数应≥2 次。

6.4.4 所有测量分析结果均应参与稳定性评估数据处理。

6.5 检验时间

6.5.1 短期稳定性评估通常考察周期较短，但至少应与标准物质的运输时间一样长。短期稳定性评估，一般选择的时间点≥3 个。

6.5.2 长期稳定性考虑周期应≥12 个月，一般选择的时间点≥5 个。

6.6 数据结果统计

6.6.1 稳定性评估的数据结果统计应符合 JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》的要求。

6.6.2 国家一级标准物质的有效期一般应在 1 年以上，国家二级标准物质的有效期应在半年以上。

6.6.3 标准物质有效期的确定也可参考类似有证标准物质的有效期给出。

6.7 稳定性监测

6.7.1 标准物质使用期间应对稳定性进行定期检验，确保发布认定值的准确可靠。

6.7.2 标准物质稳定性监测可采用公式（1）：

$$|x_{\mathrm{CRM}} - x_{\mathrm{meas}}| \leqslant k\sqrt{u_{\mathrm{CRM}}^2 + u_{\mathrm{meas}}^2} \tag{1}$$

式中：

x_{CRM} ——标准物质的认定值；

x_{meas} ——测量值；

u_{CRM} ——标准物质的合成标准不确定度；

u_{meas} ——稳定性监测测量结果的标准不确定度；

k ——置信概率为95%时所取得适当的包含因子。

如果满足公式（1）条件，则说明标准物质是足够稳定的。

7 定值

7.1 一般要求

7.1.1 地质分析标准物质的认定值应尽可能溯源到SI单位或参考标准。

7.1.2 定值前，研制者应制定标准物质定值作业指导书，内容包括标准物质的预计认定值范围、加工制备及均匀性评估等情况，并制定简明的指导原则：如分析方法应达到的精密度指标、分析操作中应注意的问题、所用试剂的要求、分析结果报出的形式和定值时间等。

7.2 计量学溯源性的建立与证明

地质分析标准物质的溯源方式应符合JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》的要求。

7.3 合作实验室要求

7.3.1 合作定值实验室应具有一定的技术权威性，在测定标准物质的特性方面应具有必备的条件及同等的技术能力和经验。

7.3.2 参加定值的实验人员应具有熟练的操作技术和工作经验。

7.3.3 必要时，定值前，可采用实验室间比对的方式确认合作实验室。

7.4 定值方式

7.4.1 由单个实验室采用单独一个基准方法定值。

注：基准测量方法是一类重要的方法。只有在设备和专门技术知识能保证溯源至SI单位制系统时，才能采用单一基准法的方式。

7.4.2 由单个实验室采用两种或更多不同原理的已知准确度的参考方法定值。

7.4.3 使用一种或多种已证明准确的方法，由多个实验室合作定值。

7.4.3.1 每个实验室应各自独立使用一个或多个准确可靠的方法对标准物质的特性值进行测量。

7.4.3.2 合作实验室的数目或独立定值组数应符合统计学的要求。当采用同一种方法时，独立定值组数一般≥8个，当采用多种方法时，独立定值组数一般≥6个。

7.4.3.3 每个参加定值的实验室应至少测定2个最小单元，每个单元至少测2次，提供≥4次独立重复测量数据。

7.4.4 利用特定方法进行定值。

7.4.4.1 采用特定方法的方式，应由多个实验室协作定值，只给出用特定方法评定的特性值。

7.4.4.2 所用的特定方法必须进行实验室间方法确认，并通过实验室间比对等手段对方法的重复性和复现性进行研究。

7.4.4.3 标准物质证书中必须给定该方法的具体操作流程。

7.4.5 利用一级标准物质进行比较定值。

注1：地质分析标准物质的研制可采用以上五种定值方式中任一种。

注 2：7.4.3 是目前地质分析标准物质研制中最常用的定值方法。

7.5 测量数据检验及认定值的确定

测量数据检验及认定值的确定应符合 JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》的要求，包括正态分布检验、可疑值检验、等精度检验和认定值确定等。

7.5.1 测量数据要求

7.5.1.1 不应随意取舍数据，当统计方法检验测量数据为可疑值时，在进行技术审查后再决定是否予以剔除。

7.5.1.2 地质分析标准物质的认定值 y 与相对扩展不确定度原则上应满足表 2 要求。对于特殊的标准物质（如基体复杂、干扰较大的组分分析、有机分析、形态分析等以及目前分析技术水平暂时达不到的情况），可根据需求结合不确定度评定实际情况确定。

表 2 标准物质认定值相对扩展不确定度原则要求

认定值	相对扩展不确定度	认定值	相对扩展不确定度
$y>10\%$	$\leqslant 2\%$	$1\ \mu g/g < y \leqslant 10\ \mu g/g$	$\leqslant 20\%$
$1\% < y \leqslant 10\%$	$\leqslant 5\%$	$0.1\ \mu g/g < y \leqslant 1\ \mu g/g$	$\leqslant 25\%$
$0.1\% < y \leqslant 1\%$	$\leqslant 10\%$	$0.01\ \mu g/g < y \leqslant 0.1\ \mu g/g$	$\leqslant 30\%$
$10\ \mu g/g < y \leqslant 1\ 000\ \mu g/g$	$\leqslant 15\%$	$y \leqslant 0.01\ \mu g/g$	$\leqslant 35\%$

8 不确定度评定

地质分析标准物质定值结果的不确定度应由 3 部分组成，分别为：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的定值过程带来的不确定度。不确定度评定应符合 JJF 1343《标准物质定值的通用原则及统计学原理》的要求。

9 定值结果表示

9.1 定值结果表示方式

9.1.1 定值结果一般表示为：认定值±扩展不确定度，即：

$$y \pm U_{CRM} \tag{2}$$

式中：

y ——被测特性的最佳估计值，也称为标准物质的认定值或标准值；

U_{CRM} ——标准物质特性认定值的扩展不确定度。

注：应明确指出扩展不确定度的含义并指明所选择的包含概率。

9.1.2 结果中的不确定度也可以用相对扩展不确定度 U_{rel} 表示，即：

$$U_{rel} = U_{CRM}/y \tag{3}$$

式中：

U_{rel} ——标准物质特性认定值的相对扩展不确定度。

9.1.3 当某些特性的定值未达到规定要求或不能给出不确定度的确切值时，可作为参考值给出。参考值的表示方式是以带括号的数值表示。

9.1.4　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。

9.2　数值修约

9.2.1　扩展不确定度一般根据需要保留一位或两位有效数字，数值修约采用只进不舍的规则。

9.2.2　认定值的最后一位应与扩展不确定度的相应位数对齐。

9.2.3　数值修约规则应遵照 JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》。

9.3　认定值修订

9.3.1　当标准物质实际特性值超过认定值范围，或者由于测量技术提高等原因，原有标准物质不再满足测量要求或测量不确定度可再进一步减小时，可采取以下方法解决：取消原有标准物质或对标准物质重新定值。

注：方法的选择取决于经济和技术等因素。

例 1：从技术角度考虑，从标准物质的稳定性监测中发现一个或更多的实际特性值发生了变化；当剩余标准物质的数量太小以至于无法重新定值时，从市场角度考虑取消该标准物质比较适宜。

例 2：随着分析测试技术的进步，在某些领域的测试能力有了进一步提高。在原有标准物质性质仍旧良好的情况下，通过对标准物质重新定值，减小认定值的不确定度。

10　包装和贮存

10.1　包装

10.1.1　最小包装单元的质量根据分析的取样量和样品稳定时间确定，也可根据用户的实际需要配备数种不同质量和规格的包装。

10.1.2　最小包装单元的质量的允许误差一般应小于其包装量的 1%。

10.1.3　标准物质的最小包装单元应贴有标准物质标签，标签的内容应包括编号、中英文名称和研制单位。标准物质标签上应附有《制造计量器具许可证》标志（标志规格见 JJF 1006—1994 附录 6）。

10.1.4　标准物质的包装应满足该标准物质的用途。一般情况下应选用密封性好、便于使用和质量好的玻璃瓶或中高密度的聚乙稀瓶包装，用热缩薄膜或白蜡封口，必要时外部可采用塑料薄膜袋真空封装。

10.2　贮存

10.2.1　标准物质的贮存条件应适合该标准物质的要求并有利于认定值的稳定。

10.2.2　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。

例：生物和形态标准物质应存放于避光、阴凉和干燥环境中，保存温度一般不超过 25 ℃，相对湿度低于 60%；易变质的标准物质应用铝塑复合膜抽真空或在充填惰性气体的容器中于低温下保存。

11　研制报告

11.1　研制报告应描述标准物质研制的全过程和数据分析的充分信息。

11.2　在标准物质评审时，研制报告应作为技术依据提交相关的评审机构。

11.3　标准物质研制报告应符合 JJF 1218《标准物质研制报告编写规则》的要求。

12 认定证书

地质分析标准物质认定证书应符合 JJF 1186《标准物质认定证书和标签内容编写规则》的要求。

附录 A

固体候选物制备实例

A.1　岩石成分标准物质的制备实例

将采集的岩石样品摊开，拣去外来杂质如泥土、草皮、木屑、包装材料碎片等。将样品置于清洁通风处自然晾干。用颚式破碎机破碎至 5 mm 以下，将样品放入烘箱中 80 ℃～110 ℃烘干。用高铝球磨机粗碎后过 20 目筛，进一步去除粗粒岩屑和杂物。用高铝球磨机或者气流粉碎机等细碎样品至所需粒度（一般过 0.074 mm 筛，－200 目），混匀样品。

A.2　水系沉积物和土壤成分标准物质的制备实例

将采集的水系沉积物和土壤样品置于室内清洁通风处晾干，挑拣出动植物残体及岩屑等杂物。用木槌敲击破碎大块样品后，用高铝球磨机轻度球磨 2 h。过 20 目筛，筛下样品在烘箱内 105 ℃烘 24 h 进行灭菌。用高铝球磨机混磨 24 h 以上，检查样品的粒度，保证水系沉积物和土壤样品 99%以上过 0.074 mm 筛（≤200 目）即可。

A.3　海洋沉积物成分标准物质的制备实例

将聚乙烯塑料桶中的海洋沉积物静置若干天后，用虹吸法或其他方法将桶中的海水去除。将样品置于清洁通风处晾干。在此过程中，用木质工具翻动样品，用木槌敲击破碎，捡去肉眼可见的贝壳等动植物遗骸及其他岩石碎块等杂质。将已晾干的沉积物置于搪瓷盘中，放入烘箱中 120 ℃烘 4 h。用高铝球磨机加工。经混磨 2 h 后，全部过 0.245 mm 筛后，再次球磨 20 h。取出样品 120 ℃烘 12 h，用高铝球磨机混磨至均匀，同时沉积物样品 99.7%过 0.074 mm 筛。将混匀样品进行分装后，装瓶的样品选择钴-60（^{60}Co）辐照 48 h 灭菌，辐照剂量为 20 kGy。

JJF 1646—2017

中 华 人 民 共 和 国
国 家 计 量 技 术 规 范
地质分析标准物质的研制
JJF 1646—2017
国家质量监督检验检疫总局发布
*
中 国 质 检 出 版 社 出 版 发 行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址:www.spc.org.cn
服务热线:400-168-0010
2017 年 11 月第一版
*
书号:155026·J-3487

版权专有　侵权必究

JJF 1646-2017