

土壤和沉积物中持久性有机污染物分析的不确定度评估^{*}

董亮 张烃 史双昕 周丽 张利飞 黄业茹

(国家环境分析测试中心,国家环境保护二恶英污染控制重点实验室,北京 100029)

摘要 土壤和沉积物中 POPs 分析过程中的不确定度来源于样品制备、运输和保存、前处理和分析 4 个环节。土壤经四分法采样、均质化制样、快速溶剂萃取、多层符合硅胶柱净化、GC/MS 分析。以 *p,p'*-DDT 为例,评定了各环节不确定度的大小,结果表明:样品前处理的不确定度分量对合成不确定度的贡献最大,约占 90.6%;样品制备、保存和分析环节的贡献分别为 5.4%、2.1%、1.9%。

关键词 持久性有机污染物 不确定度 土壤 沉积物 评定

持久性有机污染物 (Persistent Organic Pollutants, 简称 POPs) 具有高毒性和“致癌、致畸、致突变”效应,在环境中残留时间长,可通过“蚱蜢跳”效应长距离传输,并通过食物链进行生物富集危害人体健康^[1]。自上世纪 90 年代以来,POPs 的防控成为全球环境热点。2004 年我国加入削减 POPs 的《斯德哥尔摩公约》后,在首批限定的 12 种 POPs (包括艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、六氯苯、滴滴涕、七氯、氯丹、灭蚊灵、毒杀芬 9 种有机氯农药,多氯联苯和二恶英) 的消减、污染防控和相关研究方面做了大量工作。由于 POPs 属于非极性和弱极性有机污染物, K_{ow} 值较大,易于吸附在土壤和沉积物上,所以土壤和沉积物中 POPs 的测定是 POPs 研究的重要内容之一。

土壤中 POPs 的含量在 $10^{-12} \sim 10^{-9}$ 范围内,分析过程复杂,包括采样制样、运输和保存、前处理、测定 4 个主要步骤,每个环节都会引入不确定度,不确定度的来源较多。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

气质联用仪:7890/5975C 型,美国 Agilent 公司;

毛细管柱:DB - 5MS 型 ($30\text{ m} \times 0.25\text{ mm}, 0.25\text{ }\mu\text{m}$), 美国 J&W 公司;

快速溶剂萃取仪:ASE300 型,美国 Dionex 公司;

旋转蒸发仪:R210 型,配 V700 真空泵 V850 真空控制器,瑞士 Buchi 公司;

玻璃净化柱:内径 10 mm,长 350 mm,上海晶菱公司;

真空离心浓缩仪: CVE - 3100 型,日本 Eyela 公司;

22 种有机氯农药混标: α -666、六氯苯、 β -666、 γ -666、 δ -666、七氯、艾氏剂、环氧七氯 A、氧化氯丹、环氧七氯 B、*trans*-氯丹、*o,p'*-DDE、*cis*-氯丹、*p,p'*-DDE、狄氏剂、*o,p'*-DDD、异狄氏剂、*p,p'*-DDD、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、甲氧氯和灭蚊灵(色谱出峰顺序):正己烷,美国 Accustandard 公司;

标准替代物: C^{13} -*p,p'*-DDT 浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$,溶剂为正己烷,美国 Cambridge Isotope Laboratories 公司;

进样内标:氘菲、氘芘、氘屈混标浓度 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,溶剂为正己烷,美国 Accustandard 公司;

丙酮、正己烷、二氯甲烷:农残级,美国 J. T. Baker 公司;

硅胶:G60,加拿大 Silicycle 公司,使用前分别用甲醇,二氯甲烷洗涤,于 130°C 活化 16 h。

1.2 样品前处理过程

采样点位于江苏某农药厂附近,采集大样本后,按四分法取样,经阴干、研磨、过筛 124 μm (120 目)、混匀后制成测试用样品,装入棕色玻璃瓶(塑料瓶盖,配 PTFE 内衬),每瓶约 60 g。将 5.00 g 样品、5 g 铜粉和 2 g 硅藻土混合均匀后加入 ASE 萃取池中,加入回收率指示物 C^{13} -*p,p'*-DDT 100 ng、二氯甲烷-丙酮(体积比 1:1)于 100°C 萃取 2 次,每次 5 min,提取液经旋转蒸发仪浓缩,并置换溶剂为正己烷,浓缩至 1 mL。净化柱自下而上依次装入 1.0 g 无水 Na_2SO_4 、2.0 g 弗罗里硅土、2.0 g 活化硅胶、6.0 g 44% H_2SO_4 硅胶、1.0 g 活化硅胶、4.0 g 15% KOH 硅胶、2.0 g AgNO_3 硅胶和 1.0 g 无水 Na_2SO_4 。湿法装柱,并分别用 50 mL 20% 二氯甲烷-正己烷

* 国家重点基础研究发展计划(973 计划)项目
(2009CB421602);环保行业公益性科研专项(HBGY200709056)

收稿日期:2011-01-05

和 50 mL 正己烷预淋洗, 上样后用 70 mL 20% 二氯甲烷 - 正己烷洗脱, 洗脱液浓缩至 3 mL 左右, 转移到真空离心浓缩仪继续浓缩至 1 mL 以下, 加入 20 μL 进样内标定容后, 用 GC - MS 测定。

1.3 分析与测定

升温程序: 初始温度为 70°C, 保持 1 min, 以 10°C/min 升至 180°C, 再以 4°C/min 升至 260°C, 以 15°C/min 升至 300°C, 保持 6 min; 进样口温度: 250°C; 载气流速: 1.00 mL/min; 恒流模式, 不分流进样; 进样量: 1.0 μL。

质谱条件: 传输线 250°C; 电子轰击源(70 eV); 检测器温度: 260°C; 检测器电压: 1.35 kV; 标准曲线内标法, 选择离子模式定量。

2 不确定度评定

由于土壤和沉积物等实际样品中的 POPs 是不均匀的, 因此测试用样品的代表性非常关键。严格按照采样规范^[2]采集的样品完全能够反映 POPs 的残留状况, 此环节的不确定度不在评定范围内。

样品中共测出 α-666、六氯苯、β-666、γ-666、δ-666、七氯、trans-氯丹、o, p'-DDE、cis-氯丹、p, p'-DDE、o, p'-DDD、p, p'-DDD、o, p'-DDT、p, p'-DDT 和灭蚊灵 15 种 POPs, 由于篇幅限制, 以 p, p'-DDT 为例进行不确定度评定。

2.1 制样过程引入的不确定度

样品的瓶间均匀性反映制样过程的不确定度。一般而言, 采样制样环节的不确定度较小, 而土壤中 POPs 分析环节的不确定度又较大, 前者往往被后者所掩盖, 而通过相对容易测定的重金属均匀性来反映土壤中 POPs 的均匀程度是一个解决途径。按照标准分析方法^[3], 对随机选取的 10 瓶样品中的 Cu 各测定 3 次, 计算样品的瓶间均匀性不确定度 u_{bb} 。

表 1 10 瓶土壤样品中 Cu 的 3 次测定结果 μg/g

瓶号	测定结果			平均值 \bar{X}_i
	1	2	3	
1	41.8	45.6	40.3	42.6
2	40.7	38.6	36.5	38.6
3	40.6	40.3	39.3	40.1
4	40.3	40.3	40.1	40.2
5	40.3	40.5	41.9	40.9
6	41.1	39.3	42.6	41.0
7	40.2	38.8	41.1	40.0
8	37.7	40.2	39.4	39.1
9	39.5	41.0	38.2	39.6
10	38.2	37.4	42.4	39.3

通过对表 1 中的数据计算得:

$$\text{总平均值 } \bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^m \bar{X}_i}{m} = 40.14;$$

$$SS_{\text{间}} = \sum_{i=1}^m (\bar{X}_i - \bar{X})^2 \cdot n;$$

$$SS_{\text{内}} = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2;$$

$$\text{瓶间均方差 } MS_{\text{间}} = \frac{SS_{\text{间}}}{m-1} = 3.888;$$

$$\text{瓶内均方差 } MS_{\text{内}} = \frac{SS_{\text{内}}}{N-m} = 2.799;$$

瓶间均匀性不确定度:

$$u_{bb} = \sqrt{\frac{MS_{\text{间}} - MS_{\text{内}}}{n}} = 1.14 \mu\text{g/g}$$

式中: m 为样品瓶数; n 为每瓶的测定次数; X_{ij}

为第 i 瓶第 j 次的测量值; $N = \sum_{i=1}^m n_i$ 为总测量次数;

\bar{X}_i 为第 i 瓶的平均值。

用重金属 Cu 来衡量, 非均匀性不确定度约占测量结果的 2.9%。

2.2 保存过程引入的不确定度

干燥的土壤样品中 POPs 相对稳定, 采取避光、低温、抑菌保存后可有效抑制样品的水解、光解和微生物降解等作用。制样后短期内完成样品分析可不考虑保存过程中样品浓度改变带来的不确定度。当样品不能及时测定或保存运输条件不能满足要求时, 样品稳定性引入的不确定度就不容忽视了。土壤中 POPs 的浓度与时间成负相关, 假设这种负相关是线性的, 线性的斜率反映了样品浓度变化的快慢。按照先密后疏的原则, 在 1 年时间范围内, 对土壤中 POPs 进行分析, 每次平行分析 3 次, 取平均值, 得到的数据 Y 和时间 X 可以用线性方程 $\bar{Y} = b_0 + b_1 \bar{X}$ 进行拟合^[4]。

$$b_1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}$$

$$b_0 = \bar{Y} - b_1 \bar{X}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - b_0 - b_1 X_i)^2}{n-2}}$$

$$s(b_1) = \sqrt{\frac{s}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}}$$

土壤中 p, p' -DDT 稳定性测试结果见表 2。

表 2 土壤中 p,p' -DDT 稳定性测试

时间/月	0	0.5	1	2	4	8	12
浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$	584	573	594	581	568	575	578

样品不稳定引入的不确定度计算公式为:

$$u_{\text{稳}} = s(b_1)t$$

根据表 2 中的数据计算得:

$$b_0 = 581 \mu\text{g}/\text{kg}$$

$$b_1 = -0.815 \mu\text{g}/(\text{kg} \cdot \text{月})$$

$$s(b_1) = 0.85 \mu\text{g}/(\text{kg} \cdot \text{月})$$

从 b_1 可以反映出 p,p' -DDT 等 POPs 的降解是非常缓慢的, 大约以每月 $0.815 \mu\text{g}/\text{kg}$ 的速度降解, 1 年后浓度为 $571 \mu\text{g}/\text{kg}$, 其中不稳定性带来的不确定度为 $10.2 \mu\text{g}/\text{kg}$, 约为测量结果的 1.8% 。

2.3 前处理引入的不确定度

有机污染物分析过程的前处理主要包括萃取(提取)、浓缩和净化 3 大主要步骤。不同的萃取手段有着不同的萃取效率, Stephen A. Wise 等人使用美国国家标准与技术研究院(NIST)的标准物质 SRM1649a 和 SRM1650a 对不同的萃取方法比对后发现, 快速溶剂萃取和索氏抽提的效率较高^[5]。由于目标化合物不可能从基质中完全提取出来, 加上浓缩和净化过程中的损失, 造成了前处理过程的不确定度较大。该不确定度可以通过标准替代物的回收情况来反映。6 个土壤样品中分别加入 $100 \text{ ng C}^{13}-p,p'$ -DDT, 其回收率分别为 $85.6\%、88.0\%、80.6\%、94.2\%、89.7\%、87.6\%$, 平均值为 87.7% , 标准偏差 $s = 4.5\%$, 前处理引入的不确定度 $u_{\text{前}} = t_{(\alpha,n-1)}s = 8.7\%$ 。

2.4 分析和数据处理引入的不确定度

(1) 标准物质引入的不确定度

用微量移液器($20 \sim 200 \mu\text{L}$, 精度 $\pm 0.8\%$)移取 $125.0 \mu\text{L} p,p'$ -DDT 标准溶液 [$c_{\text{标}} = (200 \pm 10) \mu\text{g}/\text{mL}$], 用正己烷稀释至 10 mL 容量瓶中(A 级, $\pm 0.03 \text{ mL}$, 20°C), 稀释后标液浓度 $c_{\text{标}} = 2.50 \mu\text{g}/\text{mL}$, 取包含因子 $k = 1.96$ ^[6], 标准溶液的不确定度:

$$u_c(c_{\text{标}}) = \frac{U}{k} = \frac{10}{1.96} = 5.10 (\mu\text{g}/\text{mL})$$

忽略定容温度的影响^[7], 按均匀分布计算微量移液器和容量瓶的不确定度:

$$u_c(V_{\text{移}}) = 125 \times 0.8\% / \sqrt{3} = 0.577 (\mu\text{L})$$

$$u_c(V_{\text{容}}) = 0.03 / \sqrt{3} = 0.0173 (\text{mL})$$

$$u_c(c_{\text{标}}) = c_{\text{标}} \sqrt{\frac{u_c(c_{\text{标}})^2}{c_{\text{标}}} + \frac{u_c(V_{\text{容}})^2}{V_{\text{容}}} + \frac{u_c(V_{\text{移}})^2}{V_{\text{移}}}}$$

$$= 2.50 \times \sqrt{\frac{5.10^2}{200} + \frac{0.0173^2}{10.00} + \frac{0.577^2}{125}} \\ = 0.065 (\mu\text{g}/\text{mL})$$

(2) 外标法单点校准引入的不确定度

上机样品中 p,p' -DDT 的浓度($2.9 \mu\text{g}/\text{mL}$)和稀释后标准物质的浓度($2.50 \mu\text{g}/\text{mL}$)接近, 可直接进行单点比对。样品浓度计算公式为:

$$c_{\text{样}} = c_{\text{标}} \frac{A_{\text{样}}}{A_{\text{标}}}$$

式中: $c_{\text{样}}$ —— 样品浓度;

$A_{\text{样}}$ —— 样品峰面积;

$A_{\text{标}}$ —— 稀释后标液峰面积。

根据标准不确定度的传播公式:

$$\frac{u_c(c_{\text{样}})^2}{c_{\text{样}}} = \frac{u_c(c_{\text{标}})^2}{c_{\text{标}}} + \frac{u_c(A_{\text{样}})^2}{A_{\text{样}}} + \frac{u_c(A_{\text{标}})^2}{A_{\text{标}}}$$

标准物质和待测样品色谱峰面积的不确定度:

$$u_c(A_{\text{样}}) = u_c(A_{\text{标}}) = \frac{s_x}{\sqrt{n}}$$

表 3 GC-MS 单点校准测定 p,p' -DDT

测定次数 n	$A_{\text{标}}$	$A_{\text{样}}$	$A_{\text{标内标}}$	$A_{\text{样内标}}$	$Q_{\text{标}}$	$Q_{\text{样}}$
1	41031	48776	11404	11598	3.5979	4.2056
2	40287	47655	11122	11432	3.6223	4.1686
3	41739	46654	11488	11086	3.6333	4.2084
4	40230	46753	11107	11098	3.6221	4.2127
5	40524	47980	11409	11515	3.5519	4.1667
6	40700	47762	11241	11103	3.6206	4.3017

$$\bar{A}_{\text{标}} = 40751, u_c(A_{\text{标}}) = \frac{s(A_{\text{标}})}{\sqrt{n}} = \frac{565}{\sqrt{6}} = 230$$

$$\bar{A}_{\text{样}} = 47597, u_c(A_{\text{样}}) = \frac{s(A_{\text{样}})}{\sqrt{n}} = \frac{796}{\sqrt{6}} = 325$$

$$c_{\text{样}} = c_{\text{标}} \frac{\bar{A}_{\text{样}}}{\bar{A}_{\text{标}}} = 2.50 \times \frac{47597}{40751} = 2.92 (\mu\text{g}/\text{mL})$$

$$\frac{u_c(c_{\text{样}})}{c_{\text{样}}} = \sqrt{\frac{u_c(c_{\text{标}})^2}{c_{\text{标}}} + \frac{u_c(A_{\text{样}})^2}{A_{\text{样}}} + \frac{u_c(A_{\text{标}})^2}{A_{\text{标}}}} \\ = \sqrt{\frac{0.065^2}{2.50} + \frac{325^2}{47597} + \frac{230^2}{40751}} \\ = 0.028$$

$$u_c(c_{\text{样}}) = 0.080 \mu\text{g}/\text{mL}$$

6 次平行测定平均值结果表示为 $(2.92 \pm 0.080) \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

标准和样品只测定一次时, $u_c(c_{\text{样}}) = 0.10 \mu\text{g}/\text{mL}$, 随进样次数越多, 结果的不确定度越小, 多次测量可降低仪器分析过程中产生的不确定度, 但在 $n = 3$ 时, 测量次数与不确定度曲线出现拐点, 再

增加测量次数对不确定度的减小效果变弱(见图 1),因此色谱分析平行进样 3 次已足够。

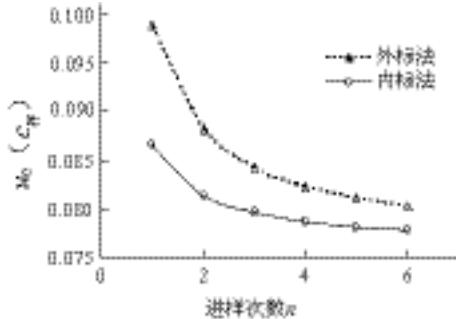


图 1 进样次数 n 和 GC/MS 测量不确定度的关系

(3) 内标法单点校准引入的不确定度

除平行进样外, 使用内标化合物也是降低 GC-MS 分析不确定度的有效手段之一。

$$c_{\text{样}} = \frac{c_{\text{标}} A_{\text{样}} A_{\text{标内标}}}{A_{\text{标}} A_{\text{样内标}}}$$

式中: $A_{\text{样内标}}$ —样品中内标峰面积;

$A_{\text{标内标}}$ —稀释后标液中内标峰面积。

由于内标物和目标化合物之间是非独立变量, 因此设:

$$\begin{aligned} Q_{\text{样}} &= \frac{A_{\text{样}}}{A_{\text{样内标}}}, Q_{\text{标}} = \frac{A_{\text{标}}}{A_{\text{标内标}}}, c_{\text{样}} = c_{\text{标}} \frac{Q_{\text{样}}}{Q_{\text{标}}}, \text{则:} \\ \frac{u_c(c_{\text{样}})}{c_{\text{样}}} &= \sqrt{\frac{u_c(c_{\text{标}})^2}{c_{\text{标}}} + \frac{u_c(Q_{\text{样}})^2}{Q_{\text{样}}} + \frac{u_c(Q_{\text{标}})^2}{Q_{\text{标}}}} \\ &= \sqrt{\frac{0.065^2}{2.50} + \frac{0.0200^2}{4.211} + \frac{0.0122^2}{3.608}} \\ &= 0.0266 \end{aligned}$$

6 次测量的不确定度 $u_c(c_{\text{样}}) = 2.92 \times 0.0266 = 0.078 (\mu\text{g}/\text{mL})$ 。

内标法单次测量的不确定度 $u_c(c_{\text{样}}) = 0.087 \mu\text{g}/\text{mL}$, 通过使用内标可有效减低单次测量带来的不确定度。

(4) 工作曲线内标法引入的不确定度

由于实际样品中各 POPs 的浓度差异会超过 2 个数量级, 因此使用工作曲线校准就十分必要。

表 5 p,p' -DDT 的工作曲线

浓度 $c/\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	$A_{\text{标}}^*$	浓度 $c/\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	$A_{\text{标}}^*$
0.01	6795	0.50	140789
0.05	11989	1.00	301023
0.25	56261	2.50	700654

注: * 为经内标校正。

工作曲线经最小二乘法拟合后, 线性方程为 $A = B_0 + B_1 c$, 6 点工作曲线各测定 1 次经内标校正后, 曲线的标准偏差:

$$\begin{aligned} s_r &= \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 [A_i - (B_0 + B_1 c_i)]^2}{n - 2}} = 12.259 \\ u(c_{\text{样}}) &= \frac{s_r}{B_1} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{(c_{\text{样}} - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^6 (c_i - \bar{c})^2}} \\ &= 0.049 \mu\text{g}/\text{mL} \end{aligned}$$

可见, 工作曲线内标法引入的不确定度最小。

2.5 土壤中 POPs 的不确定度

土壤中 POPs 含量的计算公式如下:

$$c_{\text{土壤}} = \frac{c_{\text{样}} VP}{W}$$

式中: $c_{\text{土壤}}$ —土壤中 POPs 的浓度, $\mu\text{g}/\text{g}$;

$c_{\text{样}}$ —上机样品的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V —样品定容体积, mL;

P —前处理回收率;

W —土壤称样量, g。

百分之一天平(精度 0.01 g)的不确定度 $u(W)$

$= 0.01/\sqrt{3} = 0.0058 \text{ g}$ 。定容用 1.0 mL 刻度试管不属于量器, 没有出厂精度和不确定度数值。使用超纯水(998.774 mg/cm³)和万分之一电子天平(感量 0.01 mg), 在 20.0°C 对定容后的 6 只刻度试管称量后计算其体积的不确定度 $u(V) = 0.06 \text{ mL}$, 则土壤中 POPs 的不确定度为:

$$\begin{aligned} u(c_{\text{总}}) &= c_{\text{总}} \sqrt{\frac{u(c_{\text{样}})^2}{c_{\text{样}}} + \frac{u(V)^2}{V} + \frac{u(P)^2}{P} + \frac{u(W)^2}{W}} \\ &= 584 \times \sqrt{\frac{0.049^2}{2.92} + \frac{0.06^2}{1.0} + \frac{0.087^2}{0.877} + \frac{0.058^2}{5.00}} \\ &= 68.4 (\mu\text{g}/\text{kg}) \end{aligned}$$

表 6 各不确定度分量对合成不确定度的贡献

不确定度分量	量值	贡献率/%
非均匀性不确定 u_{bb}	16.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$	5.4
不稳定性不确定度 $u_{\text{稳}}$	10.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$	2.1
样品前处理和分析不确定度	68.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$	92.5
其中: 仪器分析值及不确定度	$(2.92 \pm 0.05) \mu\text{g}/\text{mL}$	1.9
定容体积及不确定度	$(1.00 \pm 0.06) \text{ mL}$	24.0
样品回收率及不确定度	$(87.7 \pm 0.9)\%$	65.7
土壤称样量及不确定度	$(5.00 \pm 0.06) \text{ g}$	0.9

2.6 合成不确定度和扩展不确定度

$u_{\text{稳}}$ 和时间有关, 在 12 个月的周期内, 对土壤和沉积物中 POPs 分析的合成不确定度为:

$$\begin{aligned} u &= \sqrt{u_{\text{bb}}^2 + u_{\text{稳}}^2 + u^2(c_{\text{总}})} \\ &= \sqrt{\frac{1.14}{40.14} \times 584^2 + 10.2^2 + 68.4^2} \end{aligned}$$

$$= 71.1 \text{ } (\mu\text{g}/\text{kg})$$

置信区间为 95%, 扩展因子 $k = 1.96$, 则扩展不确定度为:

$$U = ku = 1.96 \times 71.1 = 139 \text{ } (\mu\text{g}/\text{kg})$$

3 结论

土壤和沉积物中 POPs 的分析不确定度来源于样品制备、样品的稳定性、样品前处理和上机分析。通过严格的制样过程和均质化处理可将样品不均匀带来的不确定度降低。对于半衰期较长的 POPs, 短时间内分析产生的稳定性不确定度可忽略。采用工作曲线内标法测定可有效降低 GC - MS 测试过程产生的不确定度, 但仪器分析不确定的主要贡献来源于标准物质的不确定度。土壤和沉积物 POPs 测定过程中不确定度主要来源于样品的前处理。有效降低扩展不确定度的措施是减小不确定度分量中最大的一个, 即样品前处理产生的不确定度。可通过平

行分析取平均值, 优化样品前处理技术路线, 提高分析者的操作技巧等方法来降低该不确定度分量。

参 考 文 献

- [1] Frank Wania, Konald Mackay. Tracking the distribution of persistent organic pollutants[J]. Environmental Science and Technology, 1996, 30(9): 390 - 396.
- [2] HJ/T 166 - 2004 土壤环境监测技术规范[S].
- [3] GB/T 17138 - 1997 土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法[S].
- [4] Guide 35: Reference Materials – General and statistical principles for certification[S].
- [5] Stephen A Wise, Dianne L Poster. Standard reference materials (SRMs) for determination of organic contaminants in environmental samples[J]. Anal Bioanal Chem, 2006, 386: 1153 - 1190.
- [6] JJF1059 - 1999 测量不确定度的评定与表示[S].
- [7] 杨小宁, 郭靓, 但德忠. 环境监测中仪器分析方法不确定度的评估(Ⅲ)[J]. 四川环境, 2007, 26(6): 49 - 53.

EVALUATION OF UNCERTAINTY IN PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS ANALYSIS OF SOIL AND SEDIMENT

Dong Liang, Zhang Ting, Shi Shuangxin, Zhou Li, Zhang Lifei, Huang Yeru

(National Research Centre for Environmental Analysis and Measurement,

State Key Laboratory for Dioxin Pollution Control, Beijing 100029, China)

ABSTRACT There were four necessary steps in persistent organic pollutants analysis of soil and sediment, which was: sampling, transportation and preservation, preparation, and analysis. The sources of uncertainty in the entire course of the determining p,p' -DDT in soil and sediment with qual, homogeneity, ASE, multi-layer column cleaning, GC - MS were evaluated. The predominant uncertainty of 90.6% was from sample preparation, the others from sampling, transportation and preservation, and analysis were 5.4%, 2.1% and 1.9% respectively.

KEYWORDS persistent organic pollutant, uncertainty, soil, sediment, evaluation

《宇航计测技术》简介

《宇航计测技术》创刊于 1981 年, 是国家科委批准的国家级技术性刊物。《宇航计测技术》曾荣获国家、北京市和航天系统优秀科技期刊奖;为我国首批中文核心期刊、计量核心期刊和国家统计用刊;目前, 本刊已成为《中国学术期刊》(光盘版), 《中国导弹与航天文摘》(CAMA) 与《中国期刊网》全文收录用刊。

中国标准刊号为 ISSN1000 - 7202/CN11 - 2052/V, 全国各地邮局均可订阅, 邮发代号 18 - 123。

广告经营许可证:京丰工商广字第 0013 号。

主 编:孙海燕

电 话:010 - 88528714

通信地址:北京市 142 信箱 408 分箱

邮 编:100039

《宇航计测技术》2011 年第 1 期目次

毫米波单脉冲测角中幅相不一致的影响及补偿
合成仪器体系架构与关键技术研究
Ka 波段 MEMS 分布线式移相器特性的仿真研究
取样示波器时基抖动的修正
基于 PC/104 总线的拖靶指令接收机设计
无人机仿真测试系统设计应用研究
基于功能建模的含 FPGA 电路板测试方法研究
脉冲星时间尺度的相关研究
智能电网框架下高级测量系统软件的多层结构设计

三同轴屏蔽效能测试装置的研制
对“俄交变中磁标准装置”的剖析
电池内阻测量系统设计
基于光电延时法的激光测距精度测试系统
低本底 α 、 β 测量仪效率校准研究
被动活塞式气体流量主标准器
基于 CMMI 的软件测量与分析的研究与应用
信息化条件下航空装备计量保障管理系统研究