

浅谈环境监测方法确认及其应用

袁力

(江苏省环境监测中心,江苏 南京 210036)

中图分类号: X830.2

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2008)05-0009-02

环境监测实验室能否向政府和社会出具准确、可靠的数据,并获得信赖和认可,是其立足及适应管理与市场需求的根本。正确应用环境监测方法是提供准确数据的重要保证,而方法确认是实验室使用新方法实施检测,对所用仪器、环境条件、人员技术等予以确认,并提供相应验证证明,以证实实验室能够正确应用新标准方法。文献 [1] 和文献 [2] 均对方法确认作出了明确要求,环境监测实验室中的方法确认主要包括新标准方法的应用确认和其他非标方法的确认,现就方法确认在环境监测实验室中实施及应用进行探讨。

1 新方法的应用确认

文献 [1] 5.4.2 条款提出“在引入检测之前,实验室应证实能够正确地运用标准方法”,文献 [2] 5.3.2 条款提出“实验室应确认能否正确使用所选用的新方法”。据此,实验室应对新开展的方法实施确认。

现指的新方法一般指有标准文本,但实验室尚未开展的检测方法,主要包括:(1)新检测项目;(2)已开展的检测项目但新增检测方法。新方法的应用确认包含两个层次,首先由技术管理层及部门对开展新方法所需的硬件条件进行事先确认,在此基础上,由检测人员按要求进行检测方法确认并提供验证数据,最终达到验证规定要求。

1.1 新方法应用的事先确认

监测实验室因工作需要应用未曾开展的新方法时,应指定技术管理部门对本实验室能否正确应用新方法事先进行相应的确认,确认内容包括:(1)是否有现行有效的标准文本;(2)相关监测人员对标准方法理解程度是否需要培训;(3)仪器设备、标准物质和试剂是否满足标准方法的要求;(4)实验室环境条件和设施是否满足标准方法的要求。

在事先确认过程中,首先要取得现行有效的新

方法标准文本;根据方法标准,承担现场采样的技术部门对采样人员的能力、有否采样设备并达到要求进行确认;承担实验室分析的技术部门对检测人员的能力、有否检测设备、标准物质及试剂并达到要求、实验室环境条件等是否满足方法进行确认;实验室管理层针对部门的确认结果,提供必要的资源和技术保障;在完全满足上述 4 条确认内容后,再对检测人员使用新方法进行确认。

1.2 使用新方法确认

检测人员按照新标准方法操作,做简易 AQC (分析质量控制) 试验^[3]。简易 AQC 试验包括:空白试验和绘制校准曲线、检出限测定、精密度测定、加标回收测定等,连续做 5 d。所做试验的检出限、精密度、加标回收均须达到方法要求,气相色谱法、色质联机法、液相色谱法、离子色谱法等大型仪器操作还需按照标准方法的质量控制要求进行确认。试验报告由部门质量监督员审核,质量监督员对其标准曲线的相关系数、截距及斜率、检出限、精密度、加标回收等试验结果进行评价,评价认可后由质量管理部门发放标准样品对检测人员考核。对没有标准样品的项目,应对检测人员做实际样品(不少于 2 个)的考核,同时做室内平行和样品加标回收试验。

上述试验结果达到方法要求的精密度和准确度并考核合格后,确认工作完成,新方法可以应用。

2 其他非标方法的确认

其他非标方法一般指超出预定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法、非标准方法等,其中环境监测实验室使用的非标准方法大多包括书籍和文献期刊公布的方法、设备生产厂家指定的

收稿日期: 2008-05-19

作者简介:袁力(1957—),女,江苏南京人,高级工程师,大专,从事环境监测工作。

方法等。超出预定范围使用的标准方法通常包括用土壤、大气等的标准方法来测定其他介质如水质中的监测因子等。其他非标方法也需进行事先确认,其确认内容与新方法应用基本一致。事先确认后,检测人员在质量监督员的指导下按以下 4 种方式中的一种对拟确认的方法进行确认试验。

2.1 使用有证标准物质进行确认

2.1.1 校准曲线与检出限计算

(1)每天绘制一根校准曲线(至少 6 个浓度点),共测 5 d,校准曲线的相关系数、斜率、截距等应达到方法要求。

(2)每天平行测定两个空白溶液,共测 5 d,计算检出限^[4]并应达到方法要求。

2.1.2 方法的精密度测定

分别配制 0.1C、0.5C、0.9C(各为方法上限的 10%、50%、90%,下同)标准溶液浓度,各平行测定 6 次,计算其相对标准偏差 RSD 并达到方法要求。

2.1.3 方法的准确度测定

使用国家有证标准物质一两种,每种平行测定 6 次,计算平均值和相对标准偏差 RSD,平均值应在标准物质准确值及不确定度范围内,相对标准偏差达到方法要求。

2.2 与标准方法比较进行确认(当监测因子没有有证标准物质时)

2.2.1 校准曲线与检出限计算

同 2.1.1。

2.2.2 方法的精密度测定

同 2.1.2。

2.2.3 方法的准确度测定

(1)用两种方法对配制的同一标准溶液进行 6 次重复测定,对两种方法的测定结果首先进行 F

检验^[4],根据 $F = \frac{S_{\max}^2}{S_{\min}^2}$,比较 F 与临界值 $F_{\alpha/2}(f_1, f_2)$,判断有无显著性差异;在得到肯定的判断后,

再对两种方法的测定结果进行 t 检验^[4],根据 $t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}} \sqrt{\frac{n_1 n_2 (n_1 + n_2 - 2)}{n_1 + n_2}}$,比较 t 与临界值 $t(f)$,判断有无显著性差异。

(2)在得到 t 检验的肯定判断后,取有代表性的样品 2 至 3 个,每个样品平行测定 6 次,并做加标回收测定,样品测定的相对标准偏差和回收率应达到方法要求。

2.3 用不同人员比对进行确认(当监测因子既无有证标准物质且无其他标准方法时)

确认试验的内容与 2.2 基本相同,只是不做 2.2.3(1),所有试验需两人分别进行,在实际样品测定时,应以两人对同一样品的测定结果评价其准确度是否达到方法要求。

2.4 利用能力验证或实验室间比对进行确认

通过参加国家或区域组织的能力验证或实验室间比对活动,获得满意的结果。

上述试验结果达到方法要求的精密度和准确度并在标准物质测定或比对合格后,确认报告经技术管理部门审批,确认工作完成,新方法可以应用。

3 方法确认中应注意的问题

(1)实施方法确认的检测人员应具备一定的监测分析基础,能对确认过程中的疑点判断和识别;确认所用的仪器设备和环境条件应满足方法要求。

(2)“其他非标方法的确认”的 4 种方法中,应首选使用有证标准物质的确认方法;用不同人员比对进行确认的方法是缺少标准参照物的一种确认方式,建议确认后的方法只用于特定委托方的检测。

(3)方法确认还应包括方法要求的现场采样环节,特别对空气和废气采样人员进行采样确认,主要从采样操作规范性上考核。

4 结语

环境监测方法确认是实验室对外提供准确数据的基本保证,目前各种先进、快速、高灵敏度的分析仪器已被广泛应用,方法确认显得更为重要。

[参考文献]

- [1] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS - CL01 检测和校准实验室能力认可准则(ISO/IEC17025:2005) [S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [2] 中国国家认可监督管理委员会. 实验室资质认定评审准则 [M]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [3] 袁力. 江苏省环境监测分析人员上岗操作考核及其管理 [J]. 环境监测管理与技术,2005,17(3):3.
- [4] 中国环境监测总站. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 2 版. 北京:化学工业出版社,1994.

本栏目责任编辑 李文峻 陈宝琳