

环境检测中检测方法验证研究

袁华岩

高唐县环境监控中心

[摘要] 为了保证在环保工作中数据信息的准确性, 确保顺利开展检测验证工作, 就必须对环保检测工作中应用的检测方法 & 程序进行科学的验证, 从准备阶段、检测实验阶段到报告阶段进行入手, 明确提出各程序的工作方法和重点, 确保顺利开展环境保护检测工作, 为相关人员提供参考和借鉴, 科学指导环保工作的开展。

[关键词] 环境检测; 检测方法; 验证工作

【DOI】 10.12252/j.issn.2096-6261.2021.09.636

验证环保检测方法是专业检测机构在工作中出具准确的计量认证检测报告的重要前提条件, 对检测机构来说验证工作极为重要。目前, 我国的专业检测机构使用的检测设备仪器品种较多, 要求从事检测工作的人员必须具有很高的专业素质和实际操作水平。因此, 环保检测机构要高度重视完成检测验证工作, 才能保证具体开展环保检测业务。

1 对环保检测方法进行验证的作用

环境检测机构必须经过政府管理部门对其检测能力和可靠性的认证和评价, 由政府部门为其颁发计量检测认证合格证书后, 才能在工作中出具具有准确性、可靠性和法律效力的检测报告。检测机构的检测资质是由省级计量管理部门对其检测方法实施验证, 主要从申请检测资质机构的专业人员、设备、实验室环境、试验方法、实验材料几方面进行验证, 申请资质的结构还需要提供可查找的实验数据信息记录等具有可溯源性的证明材料, 对检测机构能够准确应用新的检测标准以及检测方法进行验证^[1]。

2 环境检测验证的分类及数据指标

2.1 验证的分类

根据检测方法的不同性质, 可将其划分为验证检测方法和确认检测方法两大类。对环保检测方法进行验证是指在实验室首次应用标准化的检测方法前, 就需要对新的检测方法进行的验证。对检测方法进行确认是指在还没有可采用的标准化检测方法, 只能采用非标检测技术手段, 需要在应用非标技术方法检测前的确认, 主要是验证采用的检测方法能否完全满足检测的实际要求^[2]。目前, 我国在环境检测中大多采用标准化的检测方法, 许多实验室还没有能力完成非标检测方法的确认。

2.2 对检测方法进行验证的数据指标

对检测方法进行验证需要验证标准化的检测方法中所有特性指标, 环境检测的特性指标主要有检测极限、检测精度、检测准确度以及不确定度等。检测极限指在标准规范的环境要求下, 在完全满足置信水平的情况下, 定性检测环境样品中的最小浓度。检测精度是指在规定的标准方法检测条件下, 每次检测结果的相同程度。包括再现性和重复性两方面。对采用标准方法检测验证只需要重复性, 对非标检测方法验证则要同时考虑两方面特性。检测精度是指样品理论值

以及实际值与实际检测结果之间存在的误差, 验证应用标准方法检测的准确度必须满足具体的回收率要求, 也能再要求采用标准样品进行核查满足对准确度进行验证的要求。

2 环境检测方法的验证程序

2.1 准备阶段

开展检测方法验证时, 需要编写作业指导书, 编制报告模板、原始的记录表单、质控方法以及频率, 并制定执行合理的质控计划。编写的作业指导书内容包括检测方法名称、适用范围、检测使用的设备仪器(包括具体的技术性能和参数要求)、需要的标准参考物质、检测样品管理要求、测定的参数、量值及范围、检测需要的环境设施条件、步骤描述、安全设施遵守、检测要求和准则, 需要的数据记录分析和具体表达方法^[3]。

负责检测方法的验证责任人首先要明确自身的职责, 对提交的检测方法验证资料进行深入研究, 通过仔细阅读检测方法及相关标准, 搜索并归纳检测相关信息, 确定具体的操作流程, 了解和掌握检测方法的方法原理、适用范围、使用的设备仪器以及耗材试剂、具体实验步骤, 要严格按照规定的程序开展验证工作。准备好使用的用到的设施和设备, 严格把关标准物质及试剂等。明确设备仪器的工作条件, 确保其工作状态正常。此外, 校正容积等同样是关键问题, 保证试验检测过程中使用的试剂、水纯度达标, 符合实验要求。验证检测方法时, 使用的物质和溶液处于有效期内并合理使用, 设施环境条件必须符合检测要求。要求检测人员具备较高的实践能力, 在落实验证时要经过专业技术培训, 符合检测工作要求, 取得资质证书后方能从事检测工作中。

2.2 实验阶段

2.2.1 制作标准曲线

根据验证检测方法的基本要求来进行标准曲线的制作。按照标准曲线的样品情况和线性范围, 做好浓度或者是含量范围的预估工作, 明确标准曲线浓度点的合理范围, 在规定的范围内对标准曲线各浓度点进行确定。在浓度范围内均匀布置不少于6个的标准浓度校准点(包括空白或着一个低浓度的标准点), 要求最低浓度的校准点远离检出下限, 日常检测的浓度平均水平为中间点, 工作范围最高点或者接近点为最高浓度点^[4]。按照校准标准要求每个浓度点的重复测定次

数不少于2次。

2.2.2 仪器的检出限实验

在校准曲线中浓度界限内采取平均设置的方式涵盖有低浓度点和空白点等多个指标校准点, 设置的低浓度点应为检测极限值的3~5倍, 能够分析出技术标准与验证系数要求的数值。在上述的验证试验符合标准和相关要求后, 还要连续5d进行反复检测和验证, 获得验证分析法需要的0.8倍与0.3倍两种标准上极限值液体, 然后与标准曲线母液对比, 为避免影响具体的对比结果, 应注意不能同时稀释, 最终对比结果还需要进行5d的反复检测和验证。

2.2.3 检出限实验

准备好空白溶液, 按样品分析步骤, 重复进行7次测定, 再将每次测定的结果换算成样品浓度, 并算出7次测定后的平均偏差, 设定4倍的检出限浓度为测定下限。在验证检测方法时, 需要在规定的有效期内按照要求使用溶液和物质, 检测人员要经过严格的专业知识、技能培训和操作技术训练, 完全符合岗位标准要求^[5]。

2.2.4 精密度实验

检测的精密度能够代表检测方法最终获取稳定的检测结果水平。配置好系列标准检测溶液, 取中间浓度点, 反复7次测定, 计算出精密度。严格按检测方法要求制备样品、前处理、仪器检测分析、数据处理的程序步骤, 计算出与标准的偏差。在测试精密度阶段, 要使用最可靠的实验方式, 保证取得的相关结果符合检测方法的预期目标, 取得理想效果。

2.2.5 准确度实验

检测方法准确度也叫方法正确度, 通过测定样品的加标回收率表示出方法准确度。验证时将定量的标准物质加入样品中, 测定加标样回收率, 一般至少需要测试7次, 记录测试的结果, 从测定结果中扣除空白后的测定值, 计算出回收率。

2.2.6 数据记录

在实验方法过程中需要对检测全过程进行详细记录, 包括制备样品、注意事项、检测环境与参数、分析结果等。其中数据记录对开展环保工作具有关键性的指导作用, 因此, 要注意数据记录的可靠性和真实性。要对方法验证中产生的各种数据信息进行整合, 只有将试验的数据信息详细记录并科学分析, 如使用的非标准物质情况、样品检测的处理数据等, 才能保障测试结果具有可溯源性, 最后要严格按照管理规定妥善保存记录, 保存期限为6年以上^[6]。

2.3 报告阶段

2.3.1 结果评价

校准曲线和检测限等必须符合相关要求, 才能满足环保的基本要求和实际情况, 促进相关工作能够顺利开展。检测限不能大于方法中的检测极限, 若超出一定范围后, 就会影

响落实后续工作, 还会对制定环保政策造成影响。对校准曲线中的截距值进行验证分析后的结果要与标准方法的规定要求相对应, 符合采用斜率截距的标准规定, 保持与规定标准值一致。方法验证的精度结果、误差以及标准误差符合验证方法的精度要求, 如检测方法中没有明确规定时, 应执行行业标准中明确的技术规定。

2.3.2 确认编写验证报告

验证报告中通常包括确认检测人员的专业技能及能力, 现有设备仪器的适应性评价, 是否有标准参考物, 对设施环境的评价, 使用的试剂材料验证, 检测方法的性能指标验证, 主要包括检出限、正确性、重复性等, 标准中的相关要求^[7]。验证检测方法实验完成后, 项目主管人员要严格按照相关规定编制确认检测方法实际验证情况报告信息。完成报告编制后, 严格执行相关规程, 履行审批报告程序。在明确报告审核方案后, 由项目主管人员组织成立审核小组, 由专业技术人员参与实际工作, 完成具体工作指标。审核报告时, 要从仪器设备和实验室环境状况等多个因素和角度进行分析, 包括人员、设备仪器、试剂耗材等方面情况, 审核完成后, 由审核小组确认签字, 经过上级批准后实施。

3 结语

验证检测方法是环境检测工作中的重要内容之一, 是专业检测结构开展检测工作并出具质量报告的前提条件。由于检测机构应用的仪器设备较多, 因此要求检测人员必须具备较高的专业技术水平和丰富的操作实践技能, 在检测实践中灵活运用专业理论知识。环境检测机构应注意稳步推进核查工作, 确保能够顺利开展检测业务, 为环保工作提供指导和保障。

参考文献

- [1] 刘美玲, 王春荣. 浅谈环境检测中检测方法的验证工作[J]. 当代化工研究, 2017, (11): 55-56.
- [2] 黄艳. 环境检测领域能力验证工作的组织及评价方法[J]. 环球市场信息导报, 2016, (14): 125.
- [3] 张红君. 环境检测领域能力验证工作的组织及评价方法[J]. 管理观察, 2016, (04): 61-63.
- [4] 刘炜杰. 环境监测在环境影响评价中的作用分析[J]. 资源节约与环保, 2015, (03): 148.
- [5] 邢小茹, 马小爽, 刘涛, 等. 环境检测领域能力验证工作的组织及评价方法[J]. 环境监测管理与技术, 2014, 26, (4): 1-4.
- [6] 严威, 张明. 基于自动化分析的风险检测验证技术在环境自动监测中的应用探讨[J]. 农村经济与科技, 2020, 31(16): 15-16.
- [7] 孙剑. 环境检测领域能力验证的统计方法及发展趋势[J]. 卷宗, 2016, 6(2): 273.