

浅谈环境检测中检测方法的验证工作

李媛媛

(阿克苏地区新地矿产资源开发有限公司 新疆 阿克苏 843000)

[摘要]环境检测是一项比较复杂的工作,并且离不开实验室,需要对外开具准确的数据,所以环境检测工作意义重大,在当前社会与科学技术的不断发展下,环境检测实验室需要完成各项工作,并且做好检测方法确认工作,这样方可开展环境检测业务,实现环境检测的有效性 & 全面性。

[关键词]环境检测;检测方法;验证工作

【DOI】10.12252/j.issn.2096-6288.2021.06.1213

1、环境检测过程中检测方法确认的基本概述

1.1 检测方法确认的主要类别

一般而言,对于检测方法确认,要根据检测方法的性质将其划分,并将其分为两种,第一种是方法验证实验,是在采取标准方法之前对其展开验证;第二种是方法确认,实验室在采取非标准方法超出其预算使用的时候,需要对其进行确认,并且这种验证方法适用于预期途径。就目前而言,国内环境检测以标准方法为主,对于非标准方法而言,大多数实验室没有足够的力量完成确认工作,并且申请检测能力资质时无法提供有效的证明,所以为进一步提高其有效性,本文主要对标准方法的验证展开论述。

1.2 检测方法特性指标

检测方法特性指标涉及到的内容众多,包括了方法的检出限、精密度、准确度,并且在进行环境检测的时候,标准方法的验证需要对方法的特性指标进行逐一验证,第一是方法检出限:主要是指使用方法在检测条件下需满足基本要求,并且从样品中检测出物质的最低浓度以及最小量;第二是精密度:是在方法给定检测条件之下,独立检测结果具备一致性,主要采取的方式包括了方法重复性与及方法再现性;第三是准确度:检测结果与样品的理论实际之间具有一致性,其中包括使用有证标准样品核查、参与能力验证、加标回收率的测定,并且在标准方法准确度进行验证的时候,只有回收率满足要求才可提高其准确性,并且还需要增加有证标准样品,做好核查工作,从根本上提高其准确性与精确度。

2、环境检测方法的验证程序

验证工作的开展,主要需要从申请单位的人、机、料、法、环等方面开进行验证,以确保申请单位具备足够的力量以及可满足检测方法的要求。

2.1 验证前准备

在验证工作开始前,验证人员应当首先对验证工作开展所需要的材料进行收集,并要充分熟悉检测方法的适用范围、步骤以及应当注重的内容等,同时还应当准确齐全验证所需的仪器设备以及试剂量具等,同时还应当做好对相关仪器设备的调整,确保其符合工作要求。其次则是应当对所使用的仪器设备以及测量器具等进行校准及矫正,且还应当确保所用试剂及用水都符合实验要求。凡是验证过程中所应用的溶液都应当其在正常有效期内,且操作人员也应当具备一定的专业知识和操作技能,只有操作人员获得相关资质证书后,才能持证上岗。

2.2 验证工作所需实验

2.2.1 仪器法验证

结合验证工作的具体要求,在使用仪器法进行验证时主要可采用空白试验法以及校准曲线验证法。验证过程中,首先在校准曲线的浓度界限之内设置多个校准点,通常以6个为标准,可多于6个,也可在6以内。校准点主要有空白点和低浓度点,其中低浓度点通常为检测极限浓度的3-5倍之间,在此条件下以确保验证系数符合标准要求。当如上验证试验满足标准要求后,则应当进行反复检测验证,时常通常为5天,此时应当分别以上述分析方法的上极限值为基准,分别获取其0.3倍

及0.8倍浓度的标准液。当获取到两种液体后,与校准曲线的母液分别在不同时间内进行稀释,而这两种后获取的标准液的自控样、最终所验证的样本以及加标回收后的样本都需要再进行为期5天的反复检测。

2.2.2 容量法验证

若在验证过程中不采用校准曲线,则可使用容量法进行验证。此时需要首先分别配制出验证方法要求下的上限极值的0.3倍以及0.5倍浓度的两种不同溶液,之后再使用不同溶液的自控样进行精度验证试验。试验周期同样为5天。也即以化学需氧量验证试验为例,应当在检测浓度界限之内,分别选取最高级最低的浓度都进行验证检测,之后再依据测定出的结果来对两种自控样的精度进行推演,此时,若试验合格,则其相对偏差及标准差都应当在标准规定的范围之内。

2.2.3 检测极限的计算方法

以空白试验验证为例,若验证过程中出现了期望的物质,则应当在既定的检测程序下继续进行重复试验,通常重复次数需超过7次,之后再每次试验的结果都演算至样品内的溶度以及其应用的成分含量,之后再对全部检测过程的平均误差进行推演后,结合检测样品的不同指标因素等演算出检测方法以及检测极限等。而若空白试验验证过程中未能出现期望物质,则同样依据验证程序,首先预测验证检测极限的样品为匹配样品,之后再继续进行超过7次的反复测定以及误差演算,直至试验中出现期望物质,并得出检测极限。

2.2.4 检测方法验证的数据记录

在验证工作开展过程中,应当对全程中的所有数据都进行记录,如试验样品的处理过程、仪器设备的使用、试验环境、检验参数、试验结果以及数据处理等等,以确保所有结果都具备可追溯性,并且还应当将所有数据都按照规定保留至6年以上。

2.2.5 方法确认报告

要想保证方法确认报告的完善性,则需要做到两点:第一是填写方法确认报告,一般而言,在实验结束之后,项目的负责人需要编写方法确认报告,并且在方法确认报告编写过程中不可出现误差;第二是要对方法确认报告进行审核与批准,当方法确认报告完成之后,需要由技术负责人组织评审,评审的内容包括了仪器设备的配置、设施、环境、人员培训等等,只有保证评审通过才可继续实施。

结束语:

对于检测单位而言,检测方法的验证工作至关重要,其不仅是实验室对外出具准确数据的根本保证,同时也是环境检测工作开展的重要前提。因此,环境检测单位必须要充分重视此项工作,并严格管控实验室人员及仪器设备,确保验证工作的顺利实施。

参考文献:

- [1] 吴新源. 环境检测中的检测方法验证探讨[J]. 化工中间, 2018, 000(002): 104-105.
- [2] 冯胜. 浅谈环境检测实验室新方法验证[J]. 污染防治技术, 2018, 31(06): 72-75.