

# 环境样品加标回收率的控制限探讨

郭晓茆

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

中图分类号: X830

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)02-0042-02

在样品中加入一定量的标准物质测定其回收率, 这是实验室常用的确定准确度的方法<sup>[1]</sup>。尽管此方法有一定的缺陷, 但目前环境监测中仍是最常见的质控方法之一。

对加标回收率合格限的判断各系统都有一定的规定, 这是一个科学性较强的问题。早期定的加标回收率合格限比较严格, 一般要求为 95% ~ 105%。但由于环境样品基体复杂、浓度差别大, 测定中容易出现超差, 故对结果的判断可能有误导。

近几年陆续出台的一些标准、规范在制定质量控制指标时已从实际出发, 放宽了加标回收率的要求, 文献[2]提出了加标回收率为 70% 的控制限; 文献[3]提出污水加标回收率可适当放宽要求; 文献[4]提出的加标回收率为 70% ~ 130%, 某些项目甚至达到 60% ~ 140% 的控制限, 这是务实的表现。但存在的问题是, 加标回收率合格控制限的放宽将监测项目之间的个性差异掩盖了, 另外, 有机物、石油类、硫化物等加标回收率也比较难做, 目前的回收合格控制限仍然难以达到。文献[5]列出了美国某合同实验室的基体加标回收率, 其中好的加标回收结果可以做到 76% ~ 125%, 差的如五氯酚的回收率却为 9% ~ 103%, 由于各监测项目回收率差别可能很大, 所以, 所有监测项目的加标回收率一律用一个合格限控制不够客观, 当测量不确定度范围较小的监测项目时, 甚至过失误差可能容留。因此, 制定科学合理、方便使用的加标回收率合格控制限是环境监测工作者颇为关注的事项。

在 HJ/T 92-2002《水污染物排放总量监测技术规范》中提出的加标回收率为 70% ~ 130%, 是一个上、下极端控制限, 因其覆盖的测量项目、范围和地区较广, 放宽较适当。文献[3]提出对一些性质复杂的水样样品, 需做监测分析方法的适用性试验, 或加标回收试验, 但未提及如何做。文献[1]提出一般要求用方法规定的水平进行判断, 或在质控

图中检验, 当二者都无依据时, 可按 95% ~ 105% 的域限判断。文献[1]提出用方法规定的水平判断有一定的参考价值, 但局限性较大, 因方法给出的只是某一二个浓度标准样品的有限几个实验室测试结果的统计数据, 一般用以衡量方法本身准确度水平, 而用在日常环境监测样品的质量控制上却失之过严。因此, 用每个项目加标回收率质控图的上下控制限作为加标回收率控制指标比较科学, 在环境监测领域较适宜。美国也鼓励各实验室通过质控图, 或其他技术建立自己的各种基体的加标样实验室和控制样评价标准<sup>[5]</sup>。

制定加标回收率合格控制限可由技术能力强、技术权威性好的省级环境监测站主持, 再由其下辖的一定数量的广泛接触不同样品种类、监测项目齐全、积累了大量质控数据的地市级环境监测站具体操作。地市级环境监测站可按照省级环境监测站要求, 将日常监测工作中一年积累的加标回收率的质控数据做成质控图, 考虑工作的覆盖性, 当超过 20 个加标回收率的质控数据时, 可选全年的代表性更强。省级环境监测站收集各地市环境监测站每个项目的加标回收率质控图, 对其进行统计分析处理, 必要时咨询、论证, 即可制定本省每个项目的质控指标, 在全省使用, 并不断充实、完善。

关于制定加标回收率合格控制限, 江苏省环境监测中心曾经对全省部分常用、稳定的分光光度法监测项目的标准曲线斜率做过统计规定, 该规定在指导基层工作的过程中效果较好。在辐射环境监测领域, 国家环境保护总局辐射环境监测技术中心在《辐射环境质量监测数据报表格式》中对各站平

收稿日期: 2004-01-16; 修订日期: 2004-03-18

作者简介: 郭晓茆(1946—), 女, 安徽凤阳人, 教授级高级工程师, 大学。

行样测量结果和加标样测量结果偏差是采取分段统计,该做法目前在考察各辐射站监测结果质控水平的同时,也间接考察了不同监测项目的质控指标的范围和边界。

随着此项工作的不断深入,国家环境监测总站也可以在此基础上制定更加适用、细致的质控指标,以指导基层监测站工作。诸如可细化至不同行业、不同浓度范围和不同方法(新方法、新仪器的不断涌现)控制方式(密码、明码)的质量控制指标。此工作不会增加监测工作量,只需对平时监测工作中积累的大量监测质控信息进行统计分析处理。并且因样本数量大,覆盖性好,制定出的指标将更科学、适用,操作性好,具备中国特色。

另一个颇受质量工程师关注的问题是在日常监测工作中,遇见超过加标回收率控制限的数据应该如何处理?不少环境监测站仅按时统计质控合格率,对加标回收率不合格数据未加分析处理,可谓监而不控,这不能说是负责任的态度。从某种角度说,发现问题而不处理,失去质控的意义。监测数据是产品,一种特殊的产品,故应该在质量监控程序上明确出现质控指标超差问题时的处理措施。参照产品检验等规定的处理方法,一般出现超过加

标回收率合格限的问题时,应该立即查找原因重新测试至合格,必要时增加测试部分样品的加标回收率,做有证标准物质和送上级权威实验室复测等,以排除监测操作上的问题。质量监督员、质量管理员必须对监测过程中出现的问题做出技术评估,方可报出数据,特殊情况应报告技术主管批准。

总之,省级环境监测站在日常质量管理工作中,应该特别注意收集基层监测站的这些特殊问题,积累、发现监测方法本身的适应性,不断加深对监测方法的认识和掌握,监测项目的质控指标才能制定得更趋合理,监测数据可靠性也会不断提高。

以上观点原则则适应监测分析平行样允差的制定及超差处理。

#### [参考文献]

- [1] 中国环境监测总站《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册[M]. 第二版,北京:化学工业出版社,1994.
- [2] NY/T 398-2000, 农、畜、水产品污染监测技术规范[S].
- [3] HJ/T 91-2002, 地表水和污水监测技术规范[S].
- [4] HJ/T 92-2002, 水污染物排放总量监测技术规范[S].
- [5] 胡冠九. 美国环境有机物监测中的质量控制技术[J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(6): 44-46.

本栏目责任编辑 张启萍

#### • 简讯 •

## 2003 年江苏省环境监测系统精神文明建设取得丰硕成果

2003 年,在业务工作取得长足进步的同时,江苏省环境监测系统精神文明建设工作也取得了丰硕的成果。截至 2003 年底,全省共有 13 个环境监测(中心)站被省文明委授予“江苏省文明单位”。获得省级文明单位称号的单位包括江苏省环境监测中心,南京、苏州、无锡、镇江、扬州、南通、淮安、连云港、宿迁市环境监测中心站,靖江、泰兴市环境监测站,宿豫县环境监测站。2003 年初,江苏省环保厅专门印发了《全省环境监测系统文明单位创建工作指导意见》,一年来,全省各级环境监测站坚持两手抓、两手硬的方针,继续狠抓文明窗口建设,完善内部管理制度,不断加强党建工作和党风廉政建设,深化内部改革,继续加强人才队伍建设,以服务于政府、服务于环境管理、服务于大众、服务于地方经济建设为指针,创造了环境监测工作的一流业绩,取得了精神文明和物质文明建设的双丰收,对全省环保系统文明行业创建工作形成了有力的推动。

摘自江苏省环境监测中心《环境监测工作通讯》2004 年第 1 期

## 温州市环境监测中心站出台“限时办结制度”

2003 年,温州市环境监测中心站为提高服务意识和市场意识,切实为民办实事、办好事,出台了“限时办结制度”。该制度对送样检测、一般委托监测、验收监测的办结时限做出了明确的规定,并以宣传栏、便民卡等方式告知委托方。该制度实施后,温州市环境监测中心站的各项工作驶上了快车道,工作效率明显提高,2003 年下半年完成一般委托监测工作量是上半年的 2.8 倍,完成验收监测工作量是上半年的 1.4 倍。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2004 年第 2 期