

环境监测实验室重要试剂及耗材的质量验收方法

唐访良,刘奕梅

(杭州市环境监测中心站,浙江 杭州 310007)

摘要: 阐述了对环境监测实验室重要试剂及消耗性材料进行质量验收的必要性,以实验用水、过硫酸钾、活性炭采样管和滤膜等典型的试剂及消耗材料为例,介绍了常用的重要试剂及消耗性材料质量验收的程序、范围、方法、要求与结果讨论。

关键词: 化学试剂;消耗性材料;质量验收方法;环境监测实验室

中图分类号: X830.5 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2014)02-0004-03

Methods of Quality Acceptance for Important Reagents and Consumable Materials in Environmental Monitoring Laboratory

TANG Fang-liang, LIU Yi-mei

(Hangzhou Environmental Monitoring Center, Hangzhou, Zhejiang 310007, China)

Abstract: This paper expounded the necessity of quality acceptance for important reagents and consumable material in environmental monitoring laboratory. Taken the experimental water, potassium persulfate, activated charcoal tube and filter membrane as examples, the procedures, scope, methods, requirements and results of quality acceptance for important reagents and consumable materials were introduced.

Key words: Chemical reagents; Consumable materials; Methods of quality acceptance; Environmental monitoring laboratory

环境监测实验室所用的试剂及消耗性材料种类繁多、用量大,其质量优劣直接影响测定结果的准确度。因此,必须对环境监测实验室所用的试剂及消耗性材料进行质量验收。

根据《实验室资质认定工作指南》中“实验室资质认定评审准则”4.5条款“实验室应建立并保持对检测和/或校准质量有影响的服务和供应品的选择、购买、验收和储存等的程序,以确保服务和供应品的质量”^[1],《检测和校准实验室能力认可准则》(CNAS-CL01)4.6.1条款中“实验室应有选择和购买对检测和/或校准质量有影响的服务和供应品的政策和程序”,《检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明》(CNAS-CL10)4.6.2条款中“采购的试剂和标准物质应检查标签、证书或其他证明文件的信息,必要和可行时应通过适当的检测手段,以确保满足检测方法的要求。特别是痕量分析,应关注试剂空白对检测结

果的影响”的要求,实验室应确保直接参与样品分析、对监测质量有影响的试剂及消耗性材料达到规定的质量要求。结合环境监测化学分析实验室常用的试剂及消耗性材料的使用,就其质量验收的程序、范围、方法和结果评价等进行阐述,并以实验用水、过硫酸钾、活性炭采样管和滤膜等典型的试剂及消耗性材料质量验收过程为例进行说明。

1 质量验收方法与要求

1.1 质量验收程序

为确保试剂及消耗性材料的质量,实验室通常在制定服务和供应品采购的相关程序中包含了试剂及消耗性材料的质量验收要求,也可单独制定试剂及消耗性材料的质量验收程序,用于指导和规范实

收稿日期:2013-11-29;修订日期:2014-02-28

作者简介:唐访良(1963—),男,浙江平湖人,教授级高级工程师,学士,从事环境监测与科研工作。

实验室试剂及消耗性材料的采购、供应商的选择、质量验收等工作。质量验收程序主要包括实验室内各部门的分工及职责、试剂及消耗性材料供应商的选择、评估、质量验收范围、需进行质量验收的试剂及消耗性材料名录、质量验收方法及选择、质量验收评价标准、质量验收结果和结论、记录要求等内容。只有经过验收合格的试剂及消耗性材料才能投入使用。

1.2 质量验收范围

对监测质量有影响的试剂及消耗性材料,特别是分析方法中有明确要求的、空白值较高或波动较大、本身不稳定或存放后易变质的试剂和消耗性材料必须进行质量验收。如实验用水是实验室使用最广和使用量最大的试剂和消耗性材料,必须进行质量检验和验收。实验用水^[2]是指用于器皿的最后冲洗、样品稀释和试剂配制等的水。其他如测定水中总氮用的过硫酸钾^[3-5],其空白值可能较高或波动较大;用于空气和废气中苯系物测定的二硫化碳和活性炭采样管^[6],其空白值可能较高;用于测定空气中铅采样用的滤膜^[7],不同生产厂家或批次,空白值可能相差较大,导致结果的误差,必须进行质量检验和验收。因此,实验室应根据所开展的检测项目、分析方法要求和实际工作需要,筛选出

对测定结果有较大影响的试剂和消耗性材料,列出名录,按要求验收。

1.3 质量验收方法

通常采用试剂空白或样品空白进行试剂和消耗性材料的质量验收。环境监测中要求直接配制标准溶液的实验用水应为《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682-2008)^[2]中规定的二级以上纯水,应按文献[2]表1中二级水的要求验收,其他特殊用水应根据实验用水的用途验收。如测定水中氨氮用的无氨水,测定挥发酚用的无酚水,测定水中化学需氧量(COD)、五日生化需氧量(BOD₅)用的不含耗氧有机物的水,测定重金属用的不含重金属的水,可通过空白试验、测定实验室空白值进行质量验收。过硫酸钾、测定空气和废气中苯系物用的活性炭采样管、测定空气中铅用的滤膜等试剂和消耗性材料,可根据分析方法要求,测定待测物含量或空白值进行验收。

1.4 质量验收结果评价

试剂空白或样品空白值的大小是衡量试剂和消耗性材料质量的重要指标。空白值或其含量是否合格,一般按标准要求判别;若无规定,一般以测定结果小于方法检出限为合格,见表1。

表1 试剂和消耗性材料的质量要求

Table 1 The quality requirement of reagents and consumable materials

试剂或耗材名称	质量验收项目	评价标准	备注
实验用水	电导率	≤0.10 mS/m	25℃
	可氧化物质质量浓度(以O计)	≤0.08 mg/L	溶液的粉红色不得完全消失
	吸光度值A	≤0.01	254 nm, 1 cm光程
	蒸发残渣质量浓度	≤1.0 mg/L	105℃±2℃
	可溶性硅质量浓度(以SiO ₂ 计)	≤0.02 mg/L	
过硫酸钾	含氮质量分数(以N计)	≤0.000 5%	二者满足其一即可
	空白试验的校正吸光度值A ₀	≤0.030	
活性炭采样管	苯系物	不得存在干扰峰	
滤膜	铅	试样溶液测定值<0.001 mg/L,且空白值稳定	制成试液后的测定值

1.5 质量验收记录

在实际工作中,存在未进行试剂和消耗性材料质量验收,或验收方法不正确,或只做不记,或记录不完整、不规范等情况,导致无法溯源。试剂和消耗性材料质量验收后,应认真填写质量验收记录。验收记录分为两部分,一部分是将待验收试剂或消耗性材料作为样品进行检验,填写实验原始记录;另一部分是将验收的试剂或消耗性材料的相关信息如名称、生产厂家、级别、规格、批号、数量、用途、

质量要求、检验结果、评价结果/结论等记入质量验收记录表中,根据质量验收要求,作出评判。合格使用,不合格时应提纯或更换,再按规定验收,直至合格。对采样用的滤膜、滤筒、采样管等消耗性材料,尤应关注。

2 结果与讨论

2.1 实验用水的质量验收

实验用水按文献[2]中二级水的要求进行验

收。二级水 pH 值不作要求。电导率的测定: 用配备电极常数为 $0.01 \text{ cm}^{-1} \sim 0.1 \text{ cm}^{-1}$ 的“在线”电导池进行测定, 需具有温度自动补偿功能; 实验用水可氧化物质含量测定: 量取 1 000 mL 水样注入烧杯中, 加入 5.0 mL 硫酸溶液(20%) 混匀, 加入 1.0 mL 高锰酸钾标准溶液 [$c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$] 混匀, 盖上表面皿, 加热至沸并保持 5 min; 吸光度值的测定: 将水样分别注入 1 cm 和 2 cm 的石英吸收池中, 于 254 nm 处, 以 1 cm 石英吸收池中水样为参比, 测定 2 cm 石英吸收池中水样的吸光度值; 蒸发残渣和可溶性硅的测定可按文献[2]中给出的测定方法和步骤进行。按表 1 中各项目的评价标准对测定结果进行评价, 合格后使用。

2.2 过硫酸钾的质量验收

通常用实验室的空白值或过硫酸钾的含氮量(以 N 计) 表征过硫酸钾质量。

2.2.1 空白值的测定

用 10.00 mL 实验用水代替试样, 按文献[3]中 9.2 步骤进行测定, 按表 1 中的要求评价。若空白试验的校正吸光度值(A_b) ≤ 0.030 , 则说明过硫酸钾等试剂的质量合格和测定过程符合要求; 若空白试验的校正吸光度值(A_b) > 0.030 , 则应检查实验用水、试剂(主要是氢氧化钠和过硫酸钾) 纯度、器皿和高压蒸汽灭菌器的污染状况。首先检查过硫酸钾和氢氧化钠质量, 即进行含氮量测定, 合格后再逐一检查实验用水、器皿和高压蒸汽灭菌器的污染状况、实验环境等因素, 消除影响, 直至空白试验的校正吸光度值(A_b) ≤ 0.030 。

2.2.2 过硫酸钾的含氮量测定

按文献[3]附录 A 中过硫酸钾含氮量测定方法的步骤对过硫酸钾含氮量进行测定, 过硫酸钾含氮量 $< 0.0005\%$, 说明质量符合要求, 否则应纯化, 经再次检验合格后使用。

2.3 活性炭采样管的质量验收

随机选取用于测定空气和废气中苯系物的活性炭采样管 3 支, 用经气相色谱仪鉴定不存在干扰

峰的二硫化碳解吸, 按文献[6]样品分析步骤测定, 在苯系物出峰处不存在干扰峰, 说明活性炭采样管合格, 否则不合格。

2.4 空气测定中铅采样滤膜的质量验收

随机选取用于空气中铅采样的空白滤膜 3 张, 按文献[7]中试样的制备及测定步骤进行试样制备和测定, 按表 1 中滤膜评价的标准评价。试样溶液测定值若 $< 0.001 \text{ mg/L}$, 且 3 张滤膜测定值之间相差不大, 空白值稳定, 则说明滤膜质量符合要求, 否则不合格。

3 结语

试剂及消耗性材料的质量验收是检测工作中必不可少的环节, 是保证检测工作质量的重要组成部分, 应将试剂及消耗性材料质量验收作为实验室一项重要的日常工作。根据实验室所开展的检验项目和分析方法, 对照“实验室资质认定评审准则”等要求, 建立和完善试剂及消耗性材料的质量验收工作程序, 确保检测数据准确、可靠。

[参考文献]

- [1] 国家认证认可监督管理委员会. 实验室资质认定工作指南[M]. 2 版. 北京: 中国计量出版社, 2012.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [3] 环境保护部. HJ 636-2012 水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2012.
- [4] 苏晓燕. 过硫酸钾氧化-紫外分光光度法测定水中总氮的几点体会[J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(50): 45.
- [5] 曹群, 孙鸿燕, 许士雄. 水样总氮测定空白值偏高的探讨[J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20(3): 60-61.
- [6] 环境保护部. HJ 584-2010 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2010.
- [7] 环境保护部. HJ 539-2009 环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法(暂行)[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2010.

本栏目责任编辑 陈宝琳 姚朝英

启 事

本刊已许可中国学术期刊(光盘版)电子杂志社在中国知网及其系列数据库产品中, 以数字化方式复制、汇编、发行信息网络传播本刊全文。该社著作权使用费与本刊稿酬一并支付。作者向本刊提交文章发表的行为即视为同意上述声明。