

“2012 年上海市室内环境检测机构 技术比武暨能力验证”探讨

刘志芳

(上海闵衡建筑检测研究所有限公司, 上海 201199)

【摘要】为促进上海市室内环境检测机构能力水平, 保证室内环境检测数据的准确性和一致性, 上海市质量技术监督局开展了 2012 年上海市室内环境检测机构技术比武暨能力验证活动, 针对本次活动的特点, 对上海市 80 家机构给出的结果进行统计, 本文从技术层面对结果进行了简要分析。

【关键词】室内环境; 检测; 技术比武; 能力验证; 评估分析

【中图分类号】TU37

【文献标志码】A

【文章编号】1671-3702(2013) 10-0045-03

Discussion on “Technology Competition and Ability Validation of Indoor Environment Test Organization in Shanghai in 2012”

LIU Zhifang

(Shanghai Minheng building test institute Co., Ltd., Shanghai 201199, China)

Abstract: For improving the ability level of indoor environment test organization in Shanghai, guarantee the veracity and consistency of indoor environment test data, Shanghai quality and technology supervision office developed “technology competition and ability validation of indoor environment test organization”. For the property of this activity, the statistic result was gained from 80 organizations. The results was analyzed simply from technology in the paper.

Keywords: indoor environment; test; technology competition; ability validation; evaluation and analysis

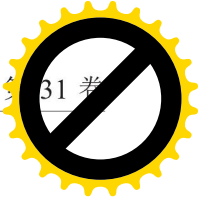
伴随着全装修的兴起和人们生活水平的提高, 室内装修越来越受到人们的重视, 与此同时, 室内装饰装修材料带来的室内污染潜移默化地影响着人们的身心健康。但由于各个开展室内环境检测的实验室检测水平不一, 所用检测设备也不尽相同, 使得检测结果存在一定差异。为了加强对室内环境检测机构的监督, 考核室内环境检测机构检测数据的准确性和一致性, 促进室内环境检测机构持续加强能力水平建设, 上海市质量技术监督局组织了 2012 年上海市室内环境检测机构技术比武暨能力验证活动。

1 此次活动要点

本次技术比武和能力验证活动分为室内空气中甲醛、TVOC 的现场采样考核和甲醛、苯、TVON 的标样能力验证两部分内容。

1) 现场考核: 考核参加单位甲醛、TVOC 的现场采样操作, 每个考核组配有 2 名专家做现场考核, 主要考核检测机构现场采样过程是否规范、正确、检测报告及原始记录信息是否符合要求。

2) 能力验证: 检测项目为标样中甲醛、苯、TVOC, 每种样品有 2 个浓度, 通过分组和 2 个浓度样品交叉配对。同时组织专家抽取 20% 的检测机构实地观察标样检测过程。



为保证各实验室操作的一致性,专门组织有关专业技术人员编写了活动实施方案并规定了依据的标准规范。分发前样品均已通过均匀性和稳定性检验。

2 统计处理结果及其评价

1) 现场采样考核初次考核结果情况(见表1)。

表1 现场采样初次考核结果

项 目	参加机构数	初测结果通过机构数	通过率
甲醛、TVOC 现场采样	79 家	71 家	89.9%

2) 能力验证初测结果(见表2)。

表2 能力验证初测结果

项目	参加 机构数	初测结果 满意机构数	初测结果 可疑机构数	满意率
甲醛	80 家	77 家	0 家	96.2%
苯	77 家	56 家	8 家	72.7%
TVOC	80 家	70 家	2 家	87.5%

3 技术分析建议

3.1 现场采样

现场采样考核主要是对检测机构甲醛、TVOC 现场采样过程的考核,重点对采样设备的选择、校准,采样人员的资质、采样过程的操作、采样信息的记录等内容进行考核。综合分析,出现不合格的因素主要有:

1) 采样器选择。未按照 GB50325—2010《民用建筑工程室内环境污染控制规范》(以下简称规范)的要求,选择适用的恒流采样器。目前市场上恒流采样器品牌很多,但大部分技术上并不成熟,有些所谓的恒流并没有针对负载变化调节补偿,不具备恒流功能,建议选择采样器时要详细了解其恒流原理,看其能否满足“流量范围包含 0.5 L/min,并且当流量为 0.5 L/min 时,能克服 5~10 kPa 的阻力,此时皂膜流量计校准流量偏差不大于 $\pm 5\%$ ”的要求,确保仪器的适用性和准确性。

2) 采样管控制。规范规定了 Tenax 采样管的装样量、活化温度以及流量为 0.5 L/min 时的阻力范围为 5~10 kPa。采样管的颗粒细度得不到控制,导致采样管阻力不稳定。在采样前进行的采样管阻力测试,发现部分采样管阻力过大,以致采样过程中造成采样器保护性采样中止。另外采样管内吸附剂有一定的寿命周期,长时间反复使用不更换,也会导致其阻力增大、吸

附效率下降等,影响分析结果。

3) 仪器有效校准和规范操作。采样时吸附管应与采样器入气口垂直连接调节好流量后用皂膜流量计校准流量,然后进行采样。少数检测人员由于培训不到位,不了解仪器工作原理或对规范的要求没有充分理解,吸附管与采样器方向接反,或不能规范准确地进行流量校准,导致结果偏差较大。

4) 管理不到位。具体体现在没有制定相应的标准查新制度,对样品的标号管理出现失误。

3.2 盲样考核

能力验证阶段考核样品为甲醛、苯、TVOC 3 项,对结果出现偏差可能的原因分析如下:

1) 进行盲样测定时,没有采用内部质控样分析,导致结果偏离。

2) 苯、TVOC 分析时,未对仪器设备进行维护以保证正常使用,比如未能定期更换气相色谱仪进样口与气化室之间的密封垫,导致漏气,产生偏差;个别检测机构色谱柱效能不好,分离效果差,导致 TVOC 组分报错,产生偏差。

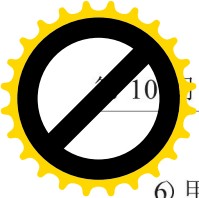
3) 标准曲线的准确制备,也是保证检测结果的重要环节,标准曲线间隔周期过长,都会导致结果出现偏差。

4) 热解析时间的影响。热解析的过程受升温速率和最终温度的影响,热解析温度低,可能会使 TVOC 样品解析不完全,回收率低,吸附管中残存量;而热解析温度太高,则会造成 TVOC 中热稳定性差的组分分解,回收率降低。规范明确规定了热解析温度,但并未规定热解析的时间,而 TVOC 各组分在一定时间解析和散失的量之间会存在一个平衡。取 1.0 mg/mL 的 TVOC 标准溶液 1 μ L,依据规范要求制备标准系列管,解析时间分别为 1, 3, 5, 8, 10 min,各组分解析率结果如表 3 所示。从表 3 中结果看出,解析时间在 5 min 左右的解析率达到 90%以上,是准确分析的最佳解析时间。

表3 各组分解析率结果

解析时间/min	1	3	5	8	10
解析率/%	70	82	92	63	58

5) 质量体系中缺乏对检测过程中异常情况的预防和纠正措施,对检测中的平行数据、偏离数据不能正确处理 and 纠正,造成结果偏差。



6 甲醛结果偏差原因分析

①显色温度的影响。我们在实验过程中发现温度对甲醛吸收液的吸光度值具有一定程度的影响,而规范中并未对该条件做出具体规定,为考察温度的影响,按规范规定的显色剂用量 0.4 mL 和显色时间 15 min,不同浓度的甲醛溶液实验结果如图 1 所示。

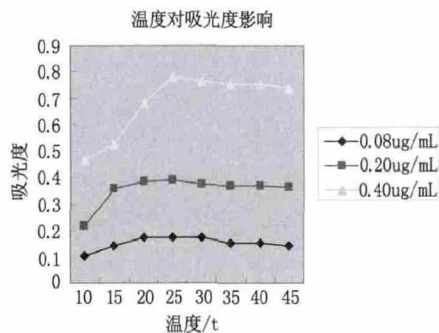


图 1 温度对吸光度的影响

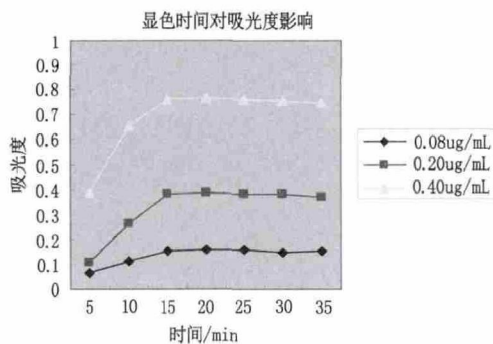


图 2 显色时间对温度的影响

从图 1 可以看出,在其它条件相同的情况下,显色温度对吸光度值有明显影响,甲醛浓度越高的溶液,其吸光度值受温度影响越明显,总体来看不论高低浓度的甲醛溶液,其吸光度都随温度的升高而增加,到达一定温度后趋于平缓,原因在于温度显色反应加快,升温到一定程度后,在规定时间内显色反应趋于完全,故吸光度随温度的变化曲线也逐渐趋于平缓。从实际应用考虑,显色温度控制在 20℃~25℃为宜,寒冷天气可采用恒温水浴加热方式进行,单纯空调调节也难以达到温度均衡。

②显色时间影响

我们通过实验研究了控制加入相同显色剂量、显色温度 25℃时,不同浓度甲醛溶液吸光度随时间变化的规律,结果如图 2 所示。从图中可以看出,无论溶液浓度高低,初始阶段吸光度值随时间的增加快速增大,

15~20 min 后趋于稳定,30 min 后略有减小,这可能是由于显色反应完全后,放置时间过长,生成的蓝绿色化合物受光照等外界条件影响有少许分解,颜色变淡,吸光度略有减小。我们认为比较合理的显色时间为 15~20 min,这与规范 GB/T18204.26-2000 中规定显色时间 15 min 基本相符。

③稀释液对吸光度的影响

GB/T18204.26-2000 中酚试剂法主要适用于低浓度甲醛含量的测定,若甲醛浓度较高,显色后色度过深,超出规范规定曲线范围,显色不准,结果失真。这时我们建议用吸收液对溶液进行稀释后再进行测定,若从经济角度考虑,也可选用去离子水进行稀释。

④标准工作曲线

标准曲线按照国家标准中配制标准系列给定的甲醛溶液及酚试剂进行配置标准系列,控制温度在 20℃~25℃,显色 15 min 测得吸光度,由归一法求得工作曲线方程。不同分析人员操作手法及熟练程度不同,标准曲线线性相关系数不尽完美,也是导致结果偏差的原因之一。

4 结 论

在此次技术比武暨能力验证活动中,甲醛检测结果满意度较高,苯和 TVOC 以及现场采样还有不少实验室结果不够理想,归结以上论述,可以从以下几方面进一步提高:

1) 管理要到位。质量体系中要有完善的内部质控、预防和纠正措施等。

2) 人员培训要到位。要有完善的人员培训机制,确保每一个持证分析人员熟练掌握并理解规范,对规范中没有明确规定的地方,能通过实验探索出最佳条件,对实验中的异常情况能很好的处理。

3) 配备高精度的检测仪器,并充分了解仪器的工作原理,严格按照规范要求熟练操作。仪器要定期保养,按时做标准曲线、期间核查,确保仪器状态完好。④

参考文献

- [1]武汉市卫生防疫站,辽宁省卫生防疫站.GB/T18204.26-2000 公共场所空气中甲醛测定方法[S].
- [2]河南省建筑科学研究院有限公司,泰宏建设发展有限公司.GB50325-2010 民用建筑工程室内环境污染控制规范[S].