

参加室内环境检测能力验证工作初探

贾祥焱, 张庆松, 顾永松

(江苏省建筑工程质量检测中心有限公司, 江苏 南京 210008)

摘 要: 对检测实验室参加的 4 次能力验证结果进行分析,将满意结果进行经验总结,按照质量管理体系的要求,对检测过程的各个环节进行全面分析控制,并对实验室需注意的检测细节进行探讨,以此来提高室内环境检测能力验证水平,提高实验室检测工作质量。

关键词: 能力验证; 室内环境检测; TVOC; 甲醛

中图分类号: 8

文献标识码: B

文章编号: 1674-4829(2009)S2-0125-004

Preliminary Study of Proficiency Testing of Indoor Environment Detection

JIA Xiang-yan, ZHANG Qing-song, GU Yong-song

Abstract: Based on the results of proficiency testing for 4 times and according to quality management system, each link in test was analyzed and controlled, and detection details that should be considered in laboratory were discussed. The study is to improve the proficiency testing level of the indoor environment detection and the quality of detection work in laboratory.

Key words: Proficiency testing; Indoor environment detection; TVOC; Formaldehyde

0 引言

能力验证是认可机构判定实验室能力的重要技术手段,也是实验室内部质量控制的补充措施,用于实验室性能评价和分析人员的技术评定。由于能力验证是一种第三方组织并实施的测试活动,是通过测试数据来评判的,因此其结果也就更能够得到人们的信任。中国实验室国家认可委员会将这些能力验证结果作为判定已认可实验室技术能力的重要依据,也作为实验室认可资质持续有效性保持的有力证据。实验室通过能力验证活动,可以更多地了解其他实验室的检测能力及发展状况,提高自己的检测能力和检测水平,确保检测报告的质量。2003 年江苏省建筑工程质量检测中心通过了中国国家实验室认证,在之后的工作中进行了大量的实验室内人员仪器比对,以及实验室间的盲样比对,通过这些活动,大大提高了实验室检测能力。在 2006 年之后参加的 4 次全国和江苏省的能力验证比对,均取得了满意结果。

1 能力验证结果分析

1.1 能力验证结果 1

2006 年 9 月,中国合格评定国家认可委员会组织了 139 个实验室进行编号为 CNAS T0315 室内环境污染检测能力验证,对该实验室提供的苯、甲苯和十一烷的检测结果如表 1 所示。

表 1 室内环境污染检测能力验证结果测试 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$

类别	样品	$\rho(\text{苯})$	$\rho(\text{甲苯})$	$\rho(\text{十一烷})$
检测值	A	0.67	0.60	0.58
	B	0.23	0.53	0.39
中位值	A	0.66	0.59	0.59
	B	0.23	0.53	0.40
标准化	A	0.022 2	0.029 7	0.029 7
	B	0.014 8	0.033 4	0.018 5
ZB		0.20	0.19	-0.33
ZW		0.46	-0.03	0.04

注:表中 ZB 为实验间 Z 比分数;ZW 为实验室内 Z 比分数,无单位。下表 2~表 3 同。

从表 1 看出,江苏省建筑工程质量检测中心实验室(下文简称实验室)首次参加 CNAS 组织的能力验证,3 个测试项目均获得满意结果。由于首次参加全国能力验证,实验室检测人员态度重视,准备充分,使用 Agilent6890 和内置式热解吸仪进行多次平行测试,取得了较为满意的结果。

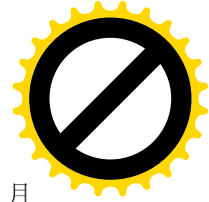
1.2 能力验证结果 2

2007 年 7 月,中国国家认证认可监督管理委员会

收稿日期:2009-07-29

修回日期:2009-09-28

作者简介:贾祥焱(1980-),男,江苏泰州人,大学,工程师,主要从事室内环境检测工作。



会组织进行编号为 CNCA - 07 - 01B 中、高密度纤维板中甲醛释放量检测能力验证, 对本实验室提供的甲醛检测结果如表 2 所示。

表 2 中、高密度纤维板中甲醛释放量检测能力验证结果

类别	$\omega(\text{甲醛})/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$	
	A	B
检测值	0.074 6	0.071 2
中位值	0.072 0	0.066 4
标准化 IQR	0.007 1	0.006 0
ZB	0.46	0.46
ZW	-0.62	-0.62

从表 2 看出, 实验室严格按照《人造板及饰面人造板理化性能试验方法》^[1]中穿孔法测定中密度纤维板甲醛释放量的方法进行多次测试, 同时还进行了标准曲线的绘制, 此次能力验证结果满意。

1.3 能力验证结果 3

2008 年 11 月, 中国合格评定国家认可委员会组织进行编号为 CNAS T0400 木器涂料中苯、甲苯和二甲苯的检测专项能力验证。对实验室提供的苯、甲苯、二甲苯检测结果如表 3 所示。

表 3 苯、甲苯和二甲苯的检测专项能力验证结果 %

类别	样品	$\omega(\text{苯})$	$\omega(\text{甲苯})$	$\omega(\text{二甲苯})$
检测值	A	0.17	11.6	7.6
	C	0.88	7.9	11.9
中位值	A	0.17	11.2	7.7
	C	0.88	7.4	11.9
标准化 IQR	A	0.015	0.70	0.70
	C	0.37	0.37	0.67
ZB		0.00	0.70	-0.17
ZW		-0.17	-0.22	0.21

从表 3 看出, 本实验室严格按照专项能力验证计划作业指导书以及《室内装饰装修材料 溶剂型木器涂料中有害物质限量》^[2]中的技术要求参数进行检测, 通过对配置的系列标准溶液进行标准曲线绘制, 并对对比样品进行重复实验, 比照标准曲线得出检测结果。此次能力验证结果满意。

1.4 能力验证结果 4

2008 年 11 月, 江苏省建设工程质量监督总站组织了全省建筑工程室内环境检测能力比对验证, 对本实验室提供的甲醛、苯、甲苯、正十一烷检测结果如表 4 所示。

表 4 江苏省建筑工程室内环境检测能力比对验证结果 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$

类别	样品	$\rho(\text{甲醛})$	$\rho(\text{苯})$	$\rho(\text{甲苯})$	$\rho(\text{十一烷})$
检测值	A	0.89	0.79	0.83	0.77
	B	0.68	0.55	0.67	0.53
中位值	A	0.90	0.77	0.82	0.76
	B	0.68	0.55	0.66	0.52
标准化 IQR	A	0.015	0.022	0.022	0.030
	B	0.015	0.022	0.022	0.022
Z 比分数		-0.67	0.90	0.34	0.34
		0.00	0.00	0.45	0.45

从表 4 看出, 实验室通过严格的按照国家标准和作业指导书进行操作测试以及实验室不同层次人员的多次测试, 统计出的最后结果均非常接近中位值, 省内实验室 Z 比分数较小, 充分说明此次能力验证结果满意。

2 讨论

江苏建筑工程质量检测中心实验室通过这 4 次参与全国及省内兄弟单位的能力验证比对, 充分认识到要保证实验室内的检测质量, 必须严格按照质量管理体系的要求对检测过程的每个环节进行全面细致的控制, 包括检测人员、设施与环境条件、检验方法、仪器及设备、试剂、标准物质、标准曲线、样品处理、检测结果及报告等。将检测工作的全过程中影响质量的各个环节有效的加以控制, 才能搞好实验室间的能力验证比对工作圆满成功。

2.1 人员素质

培养一支业务技术过硬的检测队伍是必要的先决条件, 因为一切的检验活动都是通过专业检验人员实现的。检测人员必须受过专业教育、培训, 取得上岗证, 能够正确使用检测设备。检验人员的业务能力, 操作的熟练程度, 将直接影响结果的准确性和可靠性^[3]。工作中首先应选择责任心强、作风严谨、善于总结、经验丰富, 具有较强的分析问题和解决问题能力的人作为主检人员, 尽量避免偶然误差发生。我们省内检测机构的现状, 绝大多数的检验人员都是专业学校毕业的, 专修化学分析或应用化学等专业, 这些检测机构的检测人员具备系统的专业理论知识和实践能力, 通过在单位学习《质量手册》以及上岗人员培训, 均能具备较高的检测水平。但也有很多检测机构的检测人员是非专业学校毕业, 在学校修学的也是跟化学分析无关的专业, 即使这样的人员通过上岗培训以及平时的自学, 也很难达到专业的水平。通过江苏省能力验证比对工作, 我们就能发现, 由非专业检测人员从事的检测机构, 获得能力比对验证满意结果的几率比较小。在参加能力验证项目时, 应请公司实验室内有经验的检测人员共同参加, 这样既减少因人员知识水平而产生的差异, 同时也可作为对实验室内部人员的考核。参加能力比对验证, 检测人员必须树立责任心, 以及增强对对比试验的重视态度。通过这样的能力验证, 可以折射出在我们平时的工作中, 必须树立技术服务于人民和技术为经济建设服务的职业道德观念。

2.2 设施与环境条件

实验室环境条件必须符合规定的实验要求。包括室内温度、湿度和空气中的粉尘等周围环境是否



会对样品的分析结果产生影响,若有影响应及时采取相应措施加以纠正,认真阅读能力验证计划以及样品说明,找出可能影响本次样品分析的特殊实验环境和条件要求,协同相关部门及时解决,确保本次分析样品环境条件能符合分析测试要求,并保证样品在保存期内完成本次能力验证。环境有差异,不仅对比对样品有影响,而且对检测试剂和设备均会产生较大的影响,因此,在分析样品时,必须综合考虑实验室内设施与环境条件的影响,控制环境条件符合能力验证测试要求。

2.3 检测方法

在实验室参加的 4 次能力验证中,组织方基本上都提供了作业指导书,明确了检测方法,我们只需按照提供的方法进行测试。但有些组织方只明确国家标准,不限定具体的某个检测方法。在不确定测试方法的情况下,选择合适的测试方法是十分必要的。例如,涂料中苯、甲苯、二甲苯的测试,《室内装饰装修材料 溶剂型木器涂料中有害物质限量》中规定的是填充柱测试,内标为正庚烷,但是其中也注明可采用正庚烷为内标等等。通过查阅资料,以及咨询行业专业人士,公司实验室确定了以正庚烷为内标,SE-30 毛细管柱进行测试,经过实验证明,样品中苯、甲苯、二甲苯、内标物分离效果好,精确度高,检测结果准确。2008 年江苏省室内环境能力比对验证,组织方只要求按照《民用建筑工程室内环境污染控制规范》^[4]附录 E 来测试样品中的苯、甲苯、正十一烷,而附录 E 中包含气体外表法和液体外表法,又分为热解吸后直接进样和手工进样等多种方法,不同的检测方法精度完全不一样。因此,实验室要针对检验结果的检测精确度来确定检测方法。

2.4 仪器及设备

为了尽量减少系统误差,实验中所有的计量器具都应经计量检定部门进行检定,校准合格后才能使用。在做室内环境检测能力验证中常用的玻璃器皿有容量瓶、移液管、刻度吸管、比色管、微量进样器等,都应经过校正,在使用过程中应注意各种量器的配套使用,以减少误差。使用到的仪器如气相色谱仪、电子天平、分光光度计等均属于强制检定仪器,并在仪器检定有效期内使用,同时,气相色谱等主要设备在日常使用时会发生偏差和出现异常,应对其进行期间核查,核查其重复性准确性等,以保证技术指标符合要求才可使用,确保在使用期间达到最佳测试能力。测定甲醛项目与人员的关系相对较大,但在实验过程中,需严格控制所用玻璃器皿的准确性;TVOC 则与气相色谱关系较大,通过江苏省建筑工程室内环境检测能力的验证,我们发现,大多采用国

产气相色谱的单位,由于仪器稳定性、重复性较差,加之所用的国产微量进样器性能较差,导致比对结果偏差严重。我们推荐有实力的检测机构购买先进的进口气相色谱仪进行室内环境检测分析。

2.5 试剂

如果试剂纯度不够会严重影响分析结果。在甲醛的实验中,所用试剂均应按照《公共场所空气中甲醛测定方法》^[5]中所规定的试剂规格,大部分为分析纯,所用试剂最好是新开瓶的,避免使用过程的污染。化学分析过程中离不开蒸馏水,蒸馏水的使用也必须符合国家标准规定的要求。而测试涂料中苯、甲苯、二甲苯时,包括内标物在内所使用的试剂均为色谱纯。

2.6 标准物质

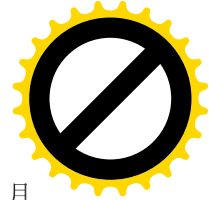
甲醛和 TVOC(苯、甲苯、正十一烷)所使用标准物质为国家环境保护总局标准物质研究所提供,标准物质的保存必须符合要求,甲醛在常温下保存,TVOC(苯、甲苯、正十一烷)在冰箱中冷藏,并且均须在证书标明的有效期内使用。购买标准物质时标准物质部门(供应商)必须提供标准物质的证书,这样就能保证标准物质使用的可靠性,可溯源性,使用标准物质始终处于受控状态。同时也需购置一定量的甲醛标准样品,用来单点校正,标准样品的使用也需受控。

2.7 标准曲线

标准曲线的绘制在化学检测过程中是至关重要的一个环节,应严格按照国家标准中规定的浓度系列来绘制标准曲线。标准曲线应在做考核样之前完成,并应验证标准曲线的线性是否良好,在已知盲样浓度范围的情况下,应在该范围内取 3~4 个浓度验证曲线的回归系数,很多实验室配置的是国产低档色谱仪,对低浓度的标样响应不好,很多实验室以此浓度的数据修正标准曲线,反而造成最后结果的偏离。我们发现在江苏省建筑工程室内环境检测能力验证比对中,有部分检测机构测试苯、甲苯、正十一烷采用单标法进行检测,在考核样与标准物质浓度相差较大的情况下,会产生较大的系统误差,使得最终结果可疑或者离群。建议在平时的工作中应采用标准曲线法进行样品分析。

2.8 样品处理

在完成以上实验室内部质量控制的基础上,开始进行盲样的检测。通常由于规定的测试分析时间有限以及样品的易挥发性,盲样开瓶后必须立即检测,同时应采用如顶空瓶等密封保管。苯、甲苯、正十一烷盲样须经过 Tenax 吸附管进行分析,涂料样品须使用溶剂进行溶解稀释。甲醛盲样应严格按作业



指导书中规定的稀释方法进行稀释,如果盲样没有规定的稀释方法,选择合适的稀释浓度就尤为重要,稀释尽可能将盲样测定值落在标准系列的范围内,通常组织方会告知浓度范围,我们根据这个范围即可计算出大概的稀释倍数。盲样需进行平行测试,并对所有结果进行统计分析,根据统计结果对数据进行取舍,如果盲样的测定值落在标准的某一点附近,应在附近多做几个标准点,以求证盲样值的准确性。

2.9 检测结果及报告

原始记录书写规范,详细记录试剂配制、样品稀释、结果计算等有关数据,以便日后复查。测定分析结果的有效数字修约应严格遵照《数值修约规则》来进行。按所要求的有效数字位数舍取并进行离群值检验,剔除离群值后计算均值、标准偏差、相对标准偏差,检查无误后上报分析结果及原始记录。同时原始记录还应附上标准曲线、标准谱线、盲样谱线等,将其结果填入原始记录中,通过原始谱线、标准曲线能清晰明了的核查整个比对测试过程。检测报告是盲样检验的最终产物,也是最后结果的体现,应严格审查法定计量单位、计算公式是否正确规范,原始记录和最终的检验报告是否一致,避免不必要的差错发生。

3 结论

检测实验室的质量保证涉及许多环节,更多地

参与实验室间能力验证比对,是实验室内部质量控制、提高检测质量和检测人员素质的有效手段。公司实验室从起步到参与国家组织的能力验证,实验室的检测质量逐步提升,在平时工作中,能严格按照以上各方面进行实验室全面质量控制,参加的这4次能力验证以及平时参加的实验室间比对、盲样考核的结果都在规定的范围内。通过多次的比对工作,锻炼了检测队伍,提升了检测实验室的整体实力,同时也能发现实验室一些深层次的不足,通过改进,不断提高实验室的检测工作质量,确保检测数据公正、科学、准确、及时。

[参 考 文 献]

- [1] 中华人民共和国林业部. GB/T 17657 — 1999 人造板及饰面人造板理化性能试验方法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.
- [2] 中国石油和化学工业协会. GB 18581 — 2001 室内装饰装修材料 溶剂型木器涂料中有害物质限量[S]. 北京: 中国标准出版社, 2002.
- [3] 杨学峰, 丁 勇, 董自清. 县级防疫站检验工作管理浅探 [J]. 中国公共卫生管理, 2000, 8 (4A): 199.
- [4] 河南省建设厅. GB 50325 — 2001 民用建筑工程室内环境污染控制规范[S]. 北京: 中国计划出版社, 2006.
- [5] 中华人民共和国卫生部. GB/T 18204. 26 — 2000 公共场所空气中甲醛测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.

(责任编辑 胡燕荣)

(上接第 124 页)

3.6 生活燃料的补充

秸秆历来是如东县农民生活用能的主要来源,近年来,随着农民生活水平的提高,秸秆直接用作燃料已逐渐退出舞台,但通过技术改造,着力发展秸秆沼气工程、秸秆炭化、气化等项目,秸秆仍将可以成为农村生活燃料有效的补充。

4 结论

治理秸秆焚烧污染工作是一项长期、系统的工程,不能依靠罚两下可以了事,也不能指望一两次大会就解决问题,必须通过广泛宣传,大造舆论氛围,发动群众,形成共识,多想办法,努力把秸秆综合利用工作真正做深、做细、具体化,从根本上解决秸秆

的出路问题,变农民“想烧”为“舍不得烧”,从而获得广大群众支持、理解、配合。

[参考文献]

- [1] 江苏省人民代表大会常务委员会. 江苏省人民代表大会常务委员会关于促进农作物秸秆综合利用的决定[J]. 江苏农机化, 2009(3): 4 - 5.
- [2] 郁桂林, 姚军. 浅析秸秆综合利用技术推广的制约因素及对策[J]. 环境科技, 2009, 22(S1): 90 - 92.
- [3] 张跃江. 推广机械化秸秆还田技术存在的问题 [J]. 农村牧区机械化, 2009(3): 14 - 15.
- [4] 姚 岚, 王成端, 徐 灵. 秸秆与污泥混合好氧堆肥研究 [J]. 江苏环境科技, 2008, 21(3): 9 - 11.

(责任编辑 曹恩伟)