

浅谈水质检测质量控制措施

胡成燕

新疆兵团勘测设计院(集团)有限责任公司

DOI:10.12238/hwr.v5i6.3873

[摘要] 实验室在开展检验检测过程中,由于系统误差、随机误差和过失误差导致检验检测结果的偏离,采取有效的质量控制措施,使误差减小到一定限度,使得检验检测结果偏离在可接受的范围内,保证检验检测结果的准备可靠。

[关键词] 质量控制; 水质检测; 硝酸盐氮; 平行双样; 留样复测

中图分类号: TV213.9 **文献标识码:** A

Discussion about the quality control measures of water quality testing

Chengyan Hu

Xinjiang Corps Survey and Design Institute (Group) Co., Ltd

[Abstract] In the process of the inspection results, the system error, random error and fault error, and effective quality control measures should be taken to reduce the error to a certain limit, make the test results deviate within the acceptable range, and ensure the reliable preparation of the test results.

[Key words] quality control; water quality detection; nitrogen nitrate; parallel duplex; sample retest

在实际工作中,采用合理有效的质量控制手段,监控检测过程,预见可能出现的问题或及时发现问题的存在,预防或减少检验检测活动中的不利影响和潜在的失败,实现管理体系持续改进。

1 质量控制计划

1.1空白实验:用实验用水代替样品,其他分析步骤及所加试剂与样品测定完全相同的操作过程所测得的值。全分析实验全部参数每批样品至少平行测定两个空白实验值,简分析实验中硫酸盐EDTA滴定法每批样品至少测定2个空白实验值、氯化物硝酸银滴定法每批样品至少测定1个空白实验值。

1.2平行双样:简分析随机抽取10%的样品进行平行双样测定,全分析对全部样品进行平行双样测定。

1.3单点对照分析:全分析每批样品中加入一个曲线上的单点并与样品同时分析,样品与曲线同时测定的项目除外。

1.4留样复测:随机抽取各个检测参数按一定数量进行留样复测,并对结果进行分析比对总结。

1.5方法比对:对水质硫酸盐的测定部分样品采用EDTA滴定法和茜素红S滴定法进行方法比对。

1.6人员比对:所有检测人员均为持证上岗、并进行能力确认人员,对水质简分析部分样品的测定可开展人员比对进行质量控制。

1.7纯水控制:定期对二级纯水、三级纯水的电导值、pH值进行测定控制,发现有临界指标或超标及时采取措施进行有效控制。

1.8加标回收率:全分析做1~2个项目的加标回收率。

1.9选择本实验室合格供应商名录中供货商,试剂经验收合格后开展试剂验证工作,验证合格后投入各项目实验中使用。

1.10标准物质控制措施

(1)pH,玻璃电极法;(2)氟化物,离子选择电极法;(3)总硬度,EDTA滴定法;(4)氯化物,硝酸银滴定法;(5)铬(六价铬),二苯碳酰二肼分光光度法;(6)铁,二氮杂菲分光光度法;(7)锰,过硫酸铵

分光光度法;(8)硝酸盐氮,麝香草酚分光光度法。

2 质量控制实施情况

2.1实验室根据《检验检测机构资质认定管理办法》和体系文件要求,年初制定了仪器设备检定/校准计划、仪器设备期间核查计划,并按计划实施了仪器设备检定/校准工作、仪器设备期间核查工作,仪器设备全部正常运行。根据项目实际工作量制定了检测计划和实验前筹备,对实验所需使用的乙二胺四乙酸二钠标准溶液、硝酸银标准溶液、氯化钡标准溶液、盐酸标准溶液、硫酸标准溶液等进行两人八平行标定,并带有有证标准物质进行验证,验证结果均在标准样品标准值不确定度范围内。标准溶液浓度值均准确可靠,重新配制了所需试剂;对分光光度法项目全部重新绘制标准曲线,部分项目带有有证标准样品进行质量控制,结果均在标准样品标准值不确定度范围内,标准曲线相关系数(r)良好、截距(a)、斜率(b)满足要求,均可带入实验样品测试过程中使用。

2.2 实验前对纯水的电导值、pH值进行测定监控, 各级纯水满足实验要求。所用试剂选自本实验室合格供应商名录中供货商, 试剂经验收合格后开展试剂验证工作, 合格后投入各项目实验中使用。所有玻璃器皿全部按要求进行洗涤工作, 满足实验要求。全分析实验全部参数每批样品平行测定两个空白实验值, 简分析实验中硫酸盐EDTA滴定法每批样品测定2个空白实验值、氯化物硝酸银滴定法每批样品测定1个空白实验值。

2.3 简分析抽取10%的样品进行了平行双样测定, 全分析对全部样品进行了平行双样测定, 平行双样测定结果均符合各检测参数标准规范要求。

2.4 全分析每批样品中加入了一个曲线单点值, 并与样品同时分析, 单点带入结果满足各参数实验要求。

2.5 本实验室策划组织实施了涉及全分析、简分析所有检测参数的留样复测, 实验结果满意。

2.6 对水质硫酸盐的测定样品电导值在600($\mu\text{S}/\text{cm K25}$)–800($\mu\text{S}/\text{cm K25}$)采用EDTA滴定法和茜素红S滴定法进行方法比对, 两种方法的测定对实验结果的准确性有了充分的保证。

2.7 所有检测人员均为持证上岗, 并进行了实验室内部能力确认, 对水质简分析部分样品的测定开展人员比对方式进行质量控制。

2.8 本项目共计带入有证标准样品pH、氯化物、总硬度、氟化物、六价铬、铁、锰、硝酸盐共计8个参数, 测定结果

均在不确定度范围内, 带入有证标准物质开展质量控制结果:

(1) 水质pH, GSB 07-3159-2014(202160), 标准值 9.04 ± 0.05 , 检测结果8.99, 结果满意; (2) 水质氟化物, GSB 07-1194-2000(201739), 标准值 $0.803\text{mg}/\text{L} \pm 0.04$, 检测结果 $0.798\text{mg}/\text{L}$, 结果满意; (3) 水质总硬度, GSBZ50007-88(200736), 标准值 $3.10\text{mmol}/\text{L} \pm 0.07$, 检测结果 $3.11\text{mg}/\text{L}$, 结果满意; (4) 水质氯化物, GSB 07-1195-2000(201839), 标准值 $95.5\text{mg}/\text{L} \pm 3.1$, 检测结果 $95.5\text{mg}/\text{L}$, 结果满意; (5) 水质六价铬, GSBZ50027-94(203346), 标准值 $44.9\mu\text{g}/\text{L} \pm 2.8$, 检测结果 $44.8\mu\text{g}/\text{L}$, 结果满意; (6) 水质铁, GSB07-1188-2000(202424), 标准值 $0.349\text{mg}/\text{L} \pm 0.021$, 检测结果 $0.330\text{mg}/\text{L}$, 结果满意; (7) 水质锰, GSB 07-1189-2000(202523), 标准值 $1.41\text{mg}/\text{L} \pm 0.06$, 检测结果 $1.41\text{mg}/\text{L}$, 结果满意; (8) 水质硝酸盐氮, GSBZ50008-88(200838), 标准值 $3.47\text{mg}/\text{L} \pm 0.17$, 检测结果 $3.46\text{mg}/\text{L}$, 结果满意。

实验室质量监督员加强检测过程质量监督, 发现不符合工作按本实验室工作程序进行纠正和纠正措施, 并形成质量监督记录及报告。

校审人员对成果校审过程中发现的问题及时反馈, 相关检测人员对反馈意见通过留样复测、实验数据查验、检测结果分析等方式进行成果复核。

3 结束语

通过有效的质量控制工作, 使得检

测过程得到了有效控制, 但是在实验运行过程中也发现了诸多问题:

3.1 硝酸盐氮的检测过程中发现空白测试结果异常, 对纯水、试剂、仪器设备、玻璃器皿、检测人员、检测过程、样品均匀性分别进行控制发现, 更换硫酸银试剂后空白值正常, 带入标准样品检测结果均在不确定范围内, 硫酸银试剂是造成该次空白测试结果异常的主要原因。

3.2 氨氮的检测过程中发现检测结果异常, 通过多次实验后发现酒石酸钾钠试剂是导致本次检测结果异常的主要原因, 更换试剂后实验正常。

3.3 水质铁检测过程中发现其再现性不理想, 通过查阅大量的标准规范, 进行实验室内部验证发现总铁包括水体中悬浮性铁和微生物体中的铁, 取样时应剧烈振摇均匀, 并立即吸取, 以防止重复测定结果之间出现较大差别。

【参考文献】

[1] GB/T 5750.3-2006, 生活饮用水标准检验方法, 水质分析质量控制[S]. 北京: 中国环境出版社, 2006.

[2] GB/T 5750.6-2006, 生活饮用水标准检验方法, 金属指标[S]. 北京: 中国环境出版社, 2006.

[3] 周心如, 杨俊佼. 柯以侃化学分析, 化验员读本, 上册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2016: 60.

作者简介:

胡成燕(1987--), 女, 重庆人, 本科, 工程师, 从事环境检测及环境污染评估工作。