

土壤有机项目检测过程的质量控制研究

吉日文¹, 张少梅^{2*}, 温 韬¹, 韦月早¹, 赵鹏鹏³

(1. 广西壮族自治区产品质量检验研究院, 南宁 530007; 2. 广西壮族自治区生态环境监测中心, 南宁 530000;
3. 桂林力源粮油食品集团有限公司, 桂林 541001)

摘 要: 本文通过对土壤样品有机项目检测过程涉及到的样品保存、制备、提取、浓缩、净化及上机等环节质量控制要点的阐述, 总结出有机项目检测过程环节应采取的具体质量控制措施, 包含具体实施细节, 具有较强的指导性和可操作性, 对检测实验室在人员培训、人员监督、质量监控等质量管理方面提供了可行方案。

关键词: 土壤; 质量控制; 质量管理

Study on quality control of soil organic project inspection process

JI Ri-Wen¹, ZHANG Shao-Mei^{2*}, WEN Tao¹, WEI Yue-Zao¹, ZHAO Peng-Peng³

(1. Product Quality Inspection and Research Institute, Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning 530007, China;
2. Environmental Monitoring of Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning 530000, China;
3. Guilin Liyuan Cereals, Oils and Foodstuffs Group Co., LTD., Guilin 541001, China)

ABSTRACT: This paper expounded the key points of quality control in the aspects of sample preservation, preparation, extraction, concentration, purification and computer operation involved in the process of soil sample organic item detection. It summarized the specific quality control measures that should be taken in the inspection process of organic projects, including specific implementation details, which had strong guidance and operability and provided feasible schemes for the quality management of inspection laboratories in personnel training, personnel supervision, quality monitoring, etc.

KEY WORDS: soil; quality control; quality management

1 引 言

对于检测时间长、样品量大的检测任务, 它不仅对检测员的检测水平有更高的要求, 且对检测实验室质量控制过程和措施的要求更高。对检测机构来说时间紧、任务重, 这不仅要求实验室有能更快、更多的提供数据的能力, 且要求提供的检测数据是准确可信的^[1]。大批量土壤检测任务中内部质量管理措施关系到检测数据的准确和高效, 无论是对于检测机构还是受检方, 都是意义重大的。对于受检方, 快速准确的得到检测数据,

可以节约时间成本, 加快项目进展, 准确无误的开展后续工作; 对于检测机构, 可以节省因检测数据质量失控而重复检测花费的人力物力成本, 提高检测效率, 承接更多业务, 同时, 检测数据的准确性体现了一个检测机构检测水平的高低, 业内声誉及影响力直接关系到检测机构的生存与发展^[2]。

土壤有机项目的检测环节多、流程长、易污染, 给检测过程的质量控制带来了许多不确定因素, 因此, 要保证检测结果的质量, 必须对过程中每个环节, 如样品保存、制备、提取、浓缩、净化及上机的质量控制要点

基金项目: 广西质监局项目 (GXKJH2018001)

Fund: Suuprted by Project of Guangxi Bureau of Quality Supervision (GXKJH2018001)

*通讯作者: 张少梅, 高级工程师, 主要研究方向为环境监测。E-mail: 6642699@qq.com

*Corresponding author: ZHANG Shao-Mei, Senior Engineer, No.32 Foziling Road, Nanning City, Guangxi 530028, China. E-mail: 6642699@qq.com

进行把控^[2]。以往的研究成果通常只是对实验室内部质量管理提出改进措施,阐述宏观层面提出管理理论,但很少会有对有机项目检测过程各环节的质控要点和细节进行的研究,本文通过对大型专业检测实验室有机项目检测过程的研究,对各个环节质量控制的难点和要点进行有针对性的总结阐述,研究成果有助于更多小型检测机构在承接大批量土壤有机检测任务时,有针对性的进行人员培训,细化后的质控要点更容易被检验人员所接受和学习,从而能快速的提升检测能力,提高检测工作效率,保证检测数据质量。

2 样品保存质量控制

用于土壤有机项目分析的样品要保存在洁净的磨口棕色玻璃瓶中,样品采集后一般放于 0~4 °C 冷藏保存,运输过程中要做到密封、避光。如果样品不能及时进行分析,应按检测标准规定的条件保存,当有不少于一种保存方法时,优先选用保存时间较长的方法,如-18 °C 冷冻避光保存,部分项目可将样品有效期延长至 6 个月^[3]。

质控要点: (1) 样品采集人员及分析人员均需熟悉分析项目的样品保存条件、要求、有效期,并严格执行标准要求; (2) 采样人员采样前要检查容器是否洁净,样品标签要规范填写,采样信息要完整,采样记录表要与样品标签对应; (3) 样品到达实验室后,要对样品的标识、包装容器、样品状态、保存环境等验收核查,并填写样品验收记录表。

若验收核查中发现问题,受理人员要及时向采样人员进行反馈核实,并且根据问题的严重程度采取相应的纠正措施,出现但不限于下列严重质量问题的,要求重新开展采样工作:

- (1) 未按规定的方法进行保存。
- (2) 未采取有效控制措施防止样品在保存过程被污染^[4]。

3 样品制备质量控制

制样场所应按半挥发性项目和挥发性项目进行物理隔离,不能混用,混匀、研磨设备要配备齐全,涉及到的容器、工具(勺子、镊子、玻璃棒)材质要符合技术要求,不能使用如塑料等会带入有机污染的器具,烧杯、勺子、镊子、托盘等设备使用后应经过多次处理,避免交叉污染。首先用自来水洗净,再过去离子水,烘干待用,使用前再用有机溶剂润洗,晾干后即可使用。

制备好的样品要做好防护措施,可采用铝箔膜覆盖等方式。制备好的样品应尽快称量,并转移回原样品瓶中。制样人员要对样品的异常情况进行记录备查,如水分较高、颜色较深、有明显油渍或气味等,并把异常信息反馈给后续环节检验人员。

4 样品提取质量控制

本文主要研究索氏提取法和加压流体萃取法

4.1 索氏提取

质量控制要点:

(1) 纸质滤纸筒使用前要先经有机溶剂抽提除杂,折叠方法正确,大小合适,高度不能超过回流弯管,滤纸套筒与样品紧密接触,不外漏样品。

(2) 温度适中,回流速度控制在每小时 4~6 次^[5]。

(3) 萃取装置安装正确,密闭性好,在通风橱里进行抽提,保持室内通风。

(4) 使用循环冷凝水冷却方式的,要注意做好萃取装置接口处,避免有水渗入影响萃取效果。

(5) 抽提完后应观察收集瓶中液面情况,如有溶液较少、液面分层等异常情况应详细记录备查。

4.2 加压流体萃取法

质量控制要点:

(1) 使用的萃取池要及时进行彻底的清洗,避免由于土壤干涸后难于清洗或损伤萃取池表面而引起的交叉污染和萃取效果。清洗时要将萃取池全部拆开,用依次用热水、去离子水和有机溶剂在超声波清洗器中清洗,再烘干备用。

(2) 玻璃仪器用清水清洗后,再用铬酸洗液浸泡过夜后用热水、去离子水依次清洗,烘干,再用有机溶剂润洗,避免待测组分残留^[6]。

(3) 萃取过程在通风条件下进行,并且保证萃取池的封闭性良好。

(4) 萃取顺序应尽量由低浓度到高浓度,要详细记录每批次样品的位置,以备出现异常数据时倒查。

5 样品浓缩质量控制

本文主要研究旋转蒸发浓缩和氮吹浓缩方法。

5.1 旋转蒸发浓缩

质量控制要点:

(1) 液体不宜装太多,真空度和温度应通过方法验证确定具体参数,旋转速度不宜过快,避免出现泡沫影响回收率。

(2) 保证整个系统的密封性,避免仪器损坏,影响实验结果。

(3) 在旋转蒸发仪接近结束时,应先打开通气阀门,使旋转蒸发仪内外气压一致,然后关闭旋转开关,避免发生倒吸污染样品。

(4) 注意不同项目使用同一仪器的交叉污染问题,如多环芳烃残留会使石油烃结果偏高。更换项目时或旋蒸高

浓度样品后, 应用空白溶剂旋蒸清洗至少 2 次, 确保消除残留污染后再使用^[7]。

5.2 氮吹浓缩

质量控制要点:

(1)开始通入氮气时, 应缓慢开启阀门, 气流不能过大, 防止样品溅起, 造成损失和污染。

(2)调节时应用手扶住通气板, 使其能平稳升降, 也避免由于通气板自身重力下降导致影响实验结果。

(3)氮吹仪每次使用后, 应及时清洗气针管, 避免造成交叉污染。

(4)氮吹过程中要用溶剂冲洗管壁 1~2 次, 必要时要进行溶剂交换。

6 样品净化质量控制

本文主要研究硅胶层析柱、硅酸镁净化小柱和凝胶渗透色谱 3 种净化方式。

6.1 硅胶层析柱净化

质量控制要点:

(1)装柱密度适度, 否则影响淋洗速度, 淋洗要均匀, 否则样品往下流时会不均匀, 影响净化结果^[8]。

(2)上样时注意沿着层析柱内壁慢慢加入, 始终保持硅胶上端表面平整, 避免造成样品没有保持均匀, 影响净化结果。

6.2 硅酸镁净化小柱

质量控制要点:

(1)净化小柱必须活化后再使用, 活化后要保持柱上方留有一层溶剂, 不能干涸^[9]。

(2)样品溶解上柱后应同时接收流出液。

(3)要润洗圆底烧瓶, 尽量将浓缩液全部转移至净化柱中。

6.3 凝胶渗透色谱

质量控制要点:

(1)由于凝胶色谱中的浓度检测范围有限, 所以试样浓度不能配置太低或太大, 试样浓度要适度, 可通过方法验证找到适合的浓度范围, 否则都会影响净化效果^[10,11]。

(2)进样前要先对试样过滤, 防止固体颗粒进入色谱柱内, 造成堵塞, 影响净化效果。

(3)确定好收集时间是关键, 可通过多次试验得到准确参数。

(4)注意凝胶色谱柱的日常维护, 长期停用要定期运转净化程序, 保持色谱柱湿润。

7 样品上机环节质量控制

质量控制要点:

(1)进样顺序由低到高, 标曲最高浓度点、质控样、加标样进完后要接 1~2 个空白溶液(不同瓶装), 查看谱图确认无影响后再继续进样品; 碰到高浓度样品, 其后第一个样品要重新进样确认是否受前一个样品污染^[12,13]。

(2)碰到需要稀释的高浓度样品, 稀释倍数要合理, 倍数不能太大或太小, 在可操作范围内吸取尽量大体积的原液, 减少稀释对结果的影响。

(3)每批样品 24 h 分析时间内或觉得仪器有异常时, 必须回测一次标准曲线中间点, 已确认仪器状态是否正常。当标准曲线中间点有组分的浓度相对偏差超出允许范围, 则要对之前所进样品的数据进行评估, 如必要则重新进样标准曲线各浓度点, 重新绘制标准曲线继续样品分析^[14,15]。

(4)如果样品批次中含有大量高浓度样品, 分析完后, 及时清洗、保养仪器进样系统。

8 结 论

综上所述, 检测机构要想做好土壤有机项目检测工作, 需要掌握土壤样品储存、制备、提取、浓缩、净化、上机检测各环节的质控要点, 执行相应质量管理体系并严格执行, 注重对各环节质量要点的把控, 同时落实监督制度和纠正改进制度, 以期在最大程度上保证检测数据质量^[2]。

参考文献

- [1] 刘向峰. 检测实验室内部质量控制方法及其适用性分析[J]. 现代测量与实验室管理, 2015, (3): 48-50.
LIU XF. Analysis of internal quality control method and its applicability in testing laboratory [J]. Mod Meas Lab Manage, 2015, (3): 48-50.
- [2] 王德宣. 浅谈环境监测实验室质量管理措施[J]. 广州化工, 2015, (10): 143-144.
Wang DX. Quality management measures of environmental monitoring laboratory [J]. Guangzhou Chem Ind, 2015, (10): 143-144.
- [3] HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范[S].
HJ/T 166-2004 Technical specifications for soil environmental monitoring [S].
- [4] [环办土壤函〔2017〕1625号]环境保护部. 农用地土壤样品采集流转制备和保存技术规定[Z]. 2017.
Ministry of Environmental Protection. Technical provisions for the preparation and preservation of soil samples for agricultural land collection and circulation [Z]. 2017.
- [5] HJ 805-2016 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法[S].
HJ 805-2016 Determination of pahs in soil and sediment by gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [6] 齐文启. 环境监测实用技术[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2006.
Qi WQ. Practical technology of environmental monitoring [M]. Beijing: China Environmental Science Press, 2006.
- [7] HJ 1021-2019 土壤和沉积物 石油烃(C10-C40)的测定 气相色谱法[S].

- HJ 1021-2019 Determination of petroleum hydrocarbons (c10-c40) in soils and sediments by gas chromatography [S].
- [8] HJ 834-2017 土壤和沉积物半挥发性有机物的测定气相色谱-质谱法 [S].
- HJ 834-2017 determination of semi-volatile organic compounds in soil and sediment by gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [9] HJ 835-2017 土壤和沉积物有机氯农药的测定气相色谱-质谱法 [S].
- HJ 835-2017 Determination of organochlorine pesticides in soil and sediment by gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [10] 王梅, 张莘民. 我国环境中有机污染物分析方法及痕量富集技术的进展[J]. 环境监测管理, 2004, (1): 66-68.
- Wang M, Zhang XM. Development of analytical methods and trace concentration techniques for environmental organic pollutants in China [J]. Environ Monit Manage Technol, 2004, (1): 66-68.
- [11] 王海娇. 高效液相色谱法分析地下水和饮用水中苯并(a)芘[J]. 岩矿测试, 2010, 29(5): 625-627.
- Wang HJ. Analysis of benzo (a) pyrene in groundwater and drinking water by high performance liquid chromatography [J]. Rock Ore Testing, 2010, 29(5): 625-627.
- [12] 傅彦斌. 环境有机污染物分析中常用的前处理技术[J]. 福建环境, 2002, (1): 88-90.
- Fu YB. Pretreatment techniques commonly used in the analysis of environmental organic pollutants [J]. Fujian Environ, 2002, (1): 88-90.
- [13] 董玉瑛, 冯霄. 持久性有机污染物分析和处理技术研究进展[J]. 环境污染治理技术与设备, 2003, (6): 55-57.
- Dong YY, Feng X. Advances in the analysis and treatment of persistent organic pollutants [J]. Environ Poll Control Technol Equip, 2003, (6): 55-57.
- [14] 胡冠九. 美国环境有机污染物监测中的质量控制技术[J]. 环境监测管理, 2003, (6): 44-46.
- Hu GJ. Quality control technology in the monitoring of environmental organic pollutants in the United States [J]. Environ Monit Manage Technol, 2003, (6): 44-46.
- [15] 赵扬. 环境有机污染物分析质量控制[J]. 福建环境, 1997, (5): 70-72.
- Zhao Y. Analytical quality control of environmental organic pollutants [J]. Fujian Environ, 1997, (5): 70-72.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



吉日文, 工程师, 主要研究方向为食品安全与环境监测。
E-mail: 316063588@qq.com



张少梅, 硕士研究生, 高级工程师, 主要研究方向为环境监测。
E-mail: 6642699@qq.com