

区域生态地球化学评价样品分析研讨会纪要

奚小环

(中国地质调查局, 北京 100011)

受中国地质调查局委托,由中国地质调查局区化样品分析质量检查组主办,湖南省矿产测试应用研究所协办,于 2007 年 10 月 9 ~ 11 日在湖南省长沙市召开了“区域生态地球化学评价样品分析研讨会”,参加会议的有地科院物化探所实验室、质量监控站、测试所和广东、河南、安徽、陕西、山西、福建、湖南、辽宁、黑龙江、吉林、湖北、贵州、江西、河北、山东、四川、海南、江苏省相关实验室,以及中化地质矿山总局、区化样品质量检查组等 21 个单位 55 名代表。中国地质调查局基础调查部奚小环、李敏同志参加了会议。

会议主要围绕 3 个主题进行讨论:一是生物样品标准物质定值问题;二是评价样品,特别是生物样品的分析技术要求问题;三是评价样品外检分析问题。会议讨论并通过了 2 个“技术要求”:一是《生态地球化学评价样品分析技术要求补充规定》,二是《生态地球化学评价样品分析外部检查质量控制技术要求》。会上还听取了安徽、福建、江苏、四川、物探所、测试所的 6 个实验室的情况介绍。经与会代表认真讨论,达成如下共识。

1 生物样品标准物质定值问题

(1)生物样品标准物质定值除地矿系统实验室参加定值样品分析工作,提供定值样品分析数据外,应邀请有关食品检验中心、农产品质量安全中心、防疫部门参加定值样品分析工作。

(2)生物样品标准物质定值分析方法,应以不同时间、不同实验室采用国家标准分析方法的数据为主,以经过与国家标准分析方法比对合乎要求的其他先进分析方法的数据为辅,按有关规定要求进行数据处理定值。

(3)对已经发布的生物样品标准物质,用国家标准分析方法分析进行验证,根据验证结果进行处理。

2 生物样品分析技术要求问题

2.1 前段工作中存在的主要问题

(1)生物样品中某些重金属元素含量超标率普遍偏高。

(2)生物样品中某些重金属元素分析数据,按上述“技术要求”统计的重复性和再现性合格率偏低。

(3)从部分实验室所提供的分析方法来看,在分析方法的选择方面,没有严格按照有国家标准时首选国家标准的原则执行,而是按照自己习惯方式进行选择,所选择的方法也没有经过比对,因此分析结果无法进行对照。

(4)有些分析方法的质量参数达不到国家标准要求,如生物样品中 F 的测定,采用碱溶离子电极法测定,灵敏度达不到 $1 \mu\text{g/g}$ 要求。

(5)生物样品的前处理(包括样品加工和消解)是一项既繁杂而又极其重要的工作,处理正确与否,将直接影响后续样品分析的准确性,必须统一方法统一要求。国家标准 GB5009 系列标准对不同生物样品、不同的分析元素的样品前处理方法,都作了明确规定,而我们没有完全遵照执行,如水稻烘样温度采用 50、65 $^{\circ}\text{C}$ 不等;样品有的不脱壳,有的脱壳不脱皮,有的脱壳又脱皮,造成分析结果差异。

(6)质量监控方法执行不严,监控限要求过宽。“技术要求”中规定所有生物样品必须进行 100% 内部重复性分析,在执行过程中,有的没有进行 100% 内检;有的虽然进行了 100% 内检,但没有按不同人不同时间安排内检,而采取同人同时间平行双份测定;标准物质插入数量不够且全部为高含量;没有同类型标准物

质可供选择时,没有进行加标回收。

(7)“技术要求”中规定生物样品双份分析相对双差允许限为 30%,而新国家标准中对不同元素有不同要求,分别为 10%~20%,显然比“技术要求”中规定 30%要严,而且有的实验室在执行中按 $[(A-B)/(A+B)] \times 100\% \leq 30\%$ 相对又放松了 30%,难以保证分析质量。

(8)分析结果的处理不够严谨,对于样品双份分析结果,其中一份结果超过了限量标准,而另一份结果未超过限量标准,没有进行第三份复验,以平均值或任一份结果出单。外检也存在类似问题。

(9)外部质量控制制度执行不够严格,外检比例不够,外检超差没有进行复验,外检存在明显的系统倚现象没有进行处理。

(10)分析报告没有注明样品前处理方法,元素含量单位不一致,分析方法未注明等。

(11)承担外检的实验室没有根据外检结果情况,对基本实验室分析质量写出评价意见。

2.2 解决问题具体措施

(1)增强和提高质量意识。

(2)建立和健全适合区域生态地球化学评价样品分析的实验室内部质量管理体系,实验室内部质量管理体系要建立以总工程师为主体,包括质量保证人、作业组长的三级管理体系,各施其责,总工程师对评价样品分析质量负全部责任,必须亲自审查批阅分析报告,处理分析方法、分析质量等重大问题。

(3)建立基本分析实验室、外检分析实验室、仲裁分析实验室三级质量管理,以及检查组阶段检查最终质量评级验收的外部质量管理体系,各施其责,及时沟通,共同提高。

(4)加强方法技术研究,不断提高分析测试技术,改进分析方法,熟练掌握操作技能,提高分析质量。

(5)严格遵守各种规程规范,外检技术要求。

(6)密切注意国内外动态,掌握有关信息和资料,以便改进工作。

(7)具体技术措施见《生态地球化学评价样品分析技术要求补充规定》。

3 评价样品外检分析有关要求

(1)超过限量和处于临界范围(控制限量 $\pm 10\%$)的生物样品,外检比例不低于 10%~15%。低于控制限量,外检比例不低于 5%~8%。

(2)外检样品由基本实验室或送样单位送检,外检分析样品原则上选用干基样品,干基样品一般由基本实验室送检,鲜基样品一般由送样单位送检。

(3)外检实验室分工:国土资源部武汉矿产资源监督检测中心(中南);国土资源部南京矿产资源监督检测中心(西北、西南);国土资源部合肥矿产资源监督检测中心(华东、华北);国土资源部长春矿产资源监督检测中心(东北)。

(4)外检实验室的外检样品送国家地质实验测试中心。

(5)仲裁实验室:国家地质实验测试中心。

(6)具体技术措施见《生态地球化学评价样品分析外部检查质量控制技术要求》。

4 今后需做的工作

会议认为除采取以上措施,加强实验室质量管理与质量控制,努力提高评价样品分析质量外,还需要有关部门的积极支持与配合,我们殷切希望各有关地调院、所及送样单位协助作好如下几项工作。

(1)生物样品在送样时,送样单位一定要在送样单上注明分析该批样品的目的,是对生物样品(指可食部分)进行安全性评价,还是追溯元素迁移、转化、富集规律研究(包括可食部分及植株的根、茎、叶),以便实验室根据研究目的,选用全量或某种形态量的分析方法进行检测。

(2)由于生物样品品种繁杂,分析难度较大,实验室必须具备一定条件才能承担此项工作。希望有关地调院、所及送样单位一定要委托已经取得多目标样品分析资格证书实验室承担。

(3)这次会议讨论通过的《生态地球化学评价样品分析技术要求补充规定》,加大了评价样品分析外部质量控制的力度,增加了外检分析的比例,同时规定了干基样品一般由基本实验室送检,鲜基样品一般由送样单位送检,请有关地调院、所及送样单位一定接此规定及时进行外检,并承担外检所发生的费用。