

湖泊环境研究的数据质量保证*

——以巢湖为例

高 锡 云

(中国科学院南京地理与湖泊研究所, 210008)

提要 本文以“巢湖富营养化研究”为例, 阐述了湖泊环境科学研究工作中监测数据质量保证工作的程序与技术要点。

关键词 质量保证 富营养化 巢湖

数据质量保证工作是指整个监测过程中的全面质量管理, 包含了保证监测数据正确可靠的全部活动和措施, 是一项十分重要的技术工作和管理工作。其目的是保证数据具有准确性、精密性、合理性、代表性和完整性^(1,2)。

环境监测数据质量保证工作 70 年代初始于美国, 当时一些环境科学家收集整理了一大批环境监测数据, 但由于其合理性差而无法使用, 由此着手研究监测数据的质量保证问题, 并于 1972 年 10 月确定了环境监测质量保证计划, 同时付诸实施。我国环境部门亦从 80 年代开始根据我国情况开展了环境监测质量保证工作。

湖泊环境科研是建立在环境监测基础上的, 监测数据的质量直接影响科研成果的质量和价值。

在巢湖富营养化研究课题中(以下简称巢湖课题), 许多研究工作, 如: 污染来源分析、营养盐平衡、氮磷迁移转化、生态模型建立无一不以监测数据为基础。如不采取有效的质量保证措施, 研究课题的各环节之间有可能无法衔接, 各子课题也可能得出相互矛盾或完全错误的结论, 甚至会使整个课题无法进行下去。因此在研究工作中只有重视数据质量保证工作, 才能保证课题研究工作质量。

一、 质量保证工作程序

质量保证工作应贯穿于整个研究工作之中, 其内容和工作程序可按图 1⁽⁴⁾。

二、 质量保证工作要点

依据图 1, 质量保证工作的主要内容如下:

* 本文得到蔡启铭研究员和顾丁锡副研究员的指导和帮助, 特此致谢。

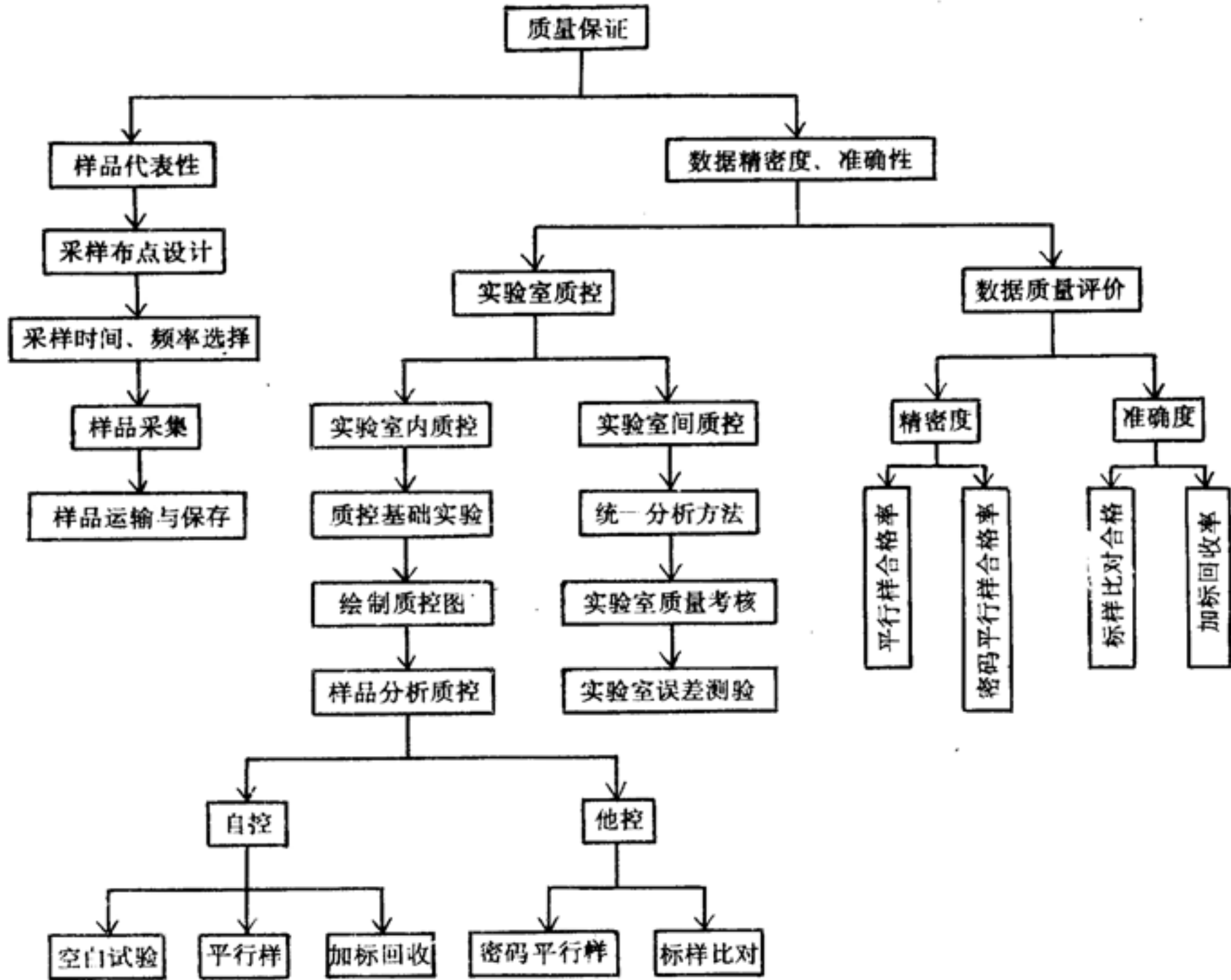


图 1 质量保证工作程序

fig. 1 The working procedure for the quality-guarantee

(一) 样本的代表性

分析结果的可靠性与样本质量有直接关系。样本是总体的这一部分，又可以是总体的另一部分，分析样本是为了得到总体的结论。样本分析过程中的总体偏差 S_0 与取样标准偏差 S_s 及分析操作标准偏差 S_a 有关，即 $S_0^2 = S_s^2 + S_a^2$ 。因此分析数据的总偏差与样本代表性有直接关系，如图 2 所示，花生中黄曲霉素的分析过程是说明取样质量重要性的极好例子，在这一分析过程中取样误差大大高于分析误差，是总体偏差的主要来源。因此采集有代表性的样品减少取样误差是质量保证工作的重要内容。

水环境监测样品的代表性是指具有代表性的时间、地点、并按规定的采样要求采集的有效样品的特性。

为此在制定研究方案时应对采样点的布设、采样时间和频率进行认真的研究和选择，并对样品的保存和运输作出明确规定。

1. 采样断面及采样点的设置

采样断面和采样点的设置原则应是选取尽可能少的样本而使获得的结果又能最大程度地反映被研究总体空间分布的特征。

① 巢湖湖区采样断面及采样点设置

湖泊布点既要考虑到湖泊面积的大小，又要注意整个采样点在反映水质空间差异上的代表性。依据上述原则，根据巢湖自然分为东、西湖两部分的特征及湖泊污染源分布状况，并分析研究历年来湖泊水质监测资料，在此基础上确定在巢湖采取南北向设断面 11 个，并在每个断面均匀设若干采样点。同时由资料分析表明巢湖最大的污染源合肥市的排污对施口湖区产生明显影响，其水质与大湖区有显著差异，所以在原均匀布点基础上该湖区增大采样密度，这样全湖共设采样点 35 个。见图 3。

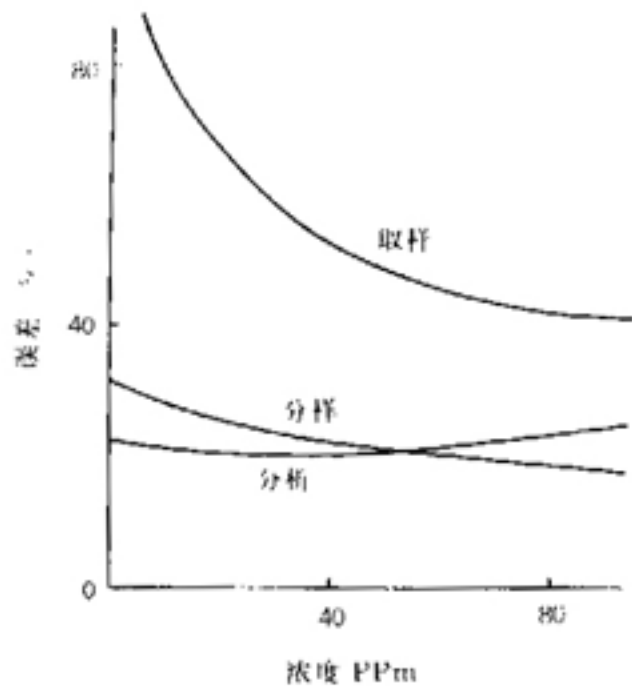


图 2 三种操作的相对标准差与浓度关系曲线

Fig. 2 The plots of relative standard deviation versus concentration for three kinds of manipulation

区产生明显影响，其水质与大湖区有显著差异，所以在原均匀布点基础上该湖区增大采样密度，这样全湖共设采样点 35 个。见图 3。

②入湖河道监测断面设置

河道监测断面设置应能全面控制湖泊来水及其纳污状况。根据水文资料分析，巢湖水量的 80% 以上来自杭埠河等七条河流，因此对这七条河流设监测断面可基本控制入湖水质、水量。另由于受长江水位影响，湖水有时会倒灌入河，倒灌距离一般在 2-3km，据此河道断面设在距河口 3km 以上，河宽 100m 以上断面设左、中、右三个采样点。

③污染源采样点设置

污染源调查应能控制入湖河道污染主要来源，为此在企业总排污沟平直段设采样点，并设有明显标志。



图 3 巢湖采样布点图

Fig. 3 The location of sampling points in Chaohu Lake

2. 采样时间的选择及采样频率的确定

为反映样本空间和时间的变化规律，必须确定合理的采样时间和频率。

合理的采样时间和频率的选择，首先应对监测对象自身的变化规律进行分析研究，分析决定变化周期的主要因素。例如作为污染源的企业排污量变化规律主要决定于生产周期，而在实际生产中一般大企业均为多套装置生产，各装置生产周期相互交叉，再加上水、电等其

它因素影响, 使排污规律复杂化, 出现大周期中又有小周期的现象。而河道由于接纳数十乃至上百个污染源, 由于各污染源排量相互补偿以及河道本身具有一定缓冲能力, 使其污染物浓度变化较污染源大为平缓, 其变化规律主要与径流量有关。

对于湖泊水体因其水容量大, 水质较稳定。其水质状况主要与水情有关, 根据资料介绍湖泊水质变化周期为一年。

基于以上对各监测对象不同特点的分析, 为取得具有代表性样品, 根据抽样周期应小于样本变化周期的原则, 确定污染源监测频率为在企业正常生产情况下每 2 小时采样, 并连续 2-5 天; 河道每月采样一次, 连续一周年, 并在暴雨前后加采; 湖区每季采样一次, 连续二年, 同时湖泊采样应避免光合作用影响, 选择日出前或阴天进行, 否则应扣除光合作用影响值^(1,2,4)。

3. 样品的采集

正确地采集样品亦是取得有代表性样品的重要环节之一, 它包括采样深度、合适的采水器和样品容器以及准确全面的现场记录。

4. 样品的保存与运输

物理、化学、生物作用均能引起水样组份的变化, 使样品失去代表性。为减少这种变化, 应在低温下保存并尽量缩短样品保存时间。在巢湖课题中除对个别项目使用冰桶低温保存外主要措施是缩短保存时间。现场调查中每天三次接样, 实验室三班工作, 使样品从采集到分析不超过 12 小时。各入湖河道亦由专人分头采样, 集中分析^(1,2)。

通过上述各项措施, 使其在最大程度上减小了取样偏差 S_s 。

(二) 实验室质量控制

在取得有代表性样品的基础上要获得可靠的样品分析结果, 仍需进行实验室质量控制, 把分析误差控制在允许的限度内, 保证分析结果有一定的精密度和准确度。

1. 实验室内质控

① 实验基础条件控制

水、试剂、仪器是分析实验的基础, 其纯度或精度对分析结果的可靠性产生直接影响, 是系统误差的主要来源。因此实验室必须首先制备合格的实验用水、选用相应级别的试剂、校正量器、检查仪器性能指标等。

② 分析人员基本操作控制

参加课题分析人员应首先完成所承担项目的质控基础实验。其内容包括:

a. 空白值实验: 要求根据空白实验值的测定结果计算 (检测下限 $L = 2\sqrt{2} S_{wb}$, S_{wb} ——空白值标准差) 出的方法检测下限 L 不高于标准方法中的规定值。否则应找出原因予以纠正。

b. 校正曲线绘制与相关系数检验: 由分析标准系列绘制标准曲线, 确定检测上限并计算相关系数 γ , 要求 $\gamma > 0.999$ 。

c. 绘制质控图: 配制与待测样品成份相近的控制样, 积累重复测定的 20 个数据绘制质控图, 并按要求检查合格与否。图 4 为某项目质控图。

为检查实验室条件及分析人员基本操作, 需对分析操作人员进行质控考核或进行方法验证。考核或验证合格后方能参加课题研究分析工作^(1,2)。

③ 样品分析质控

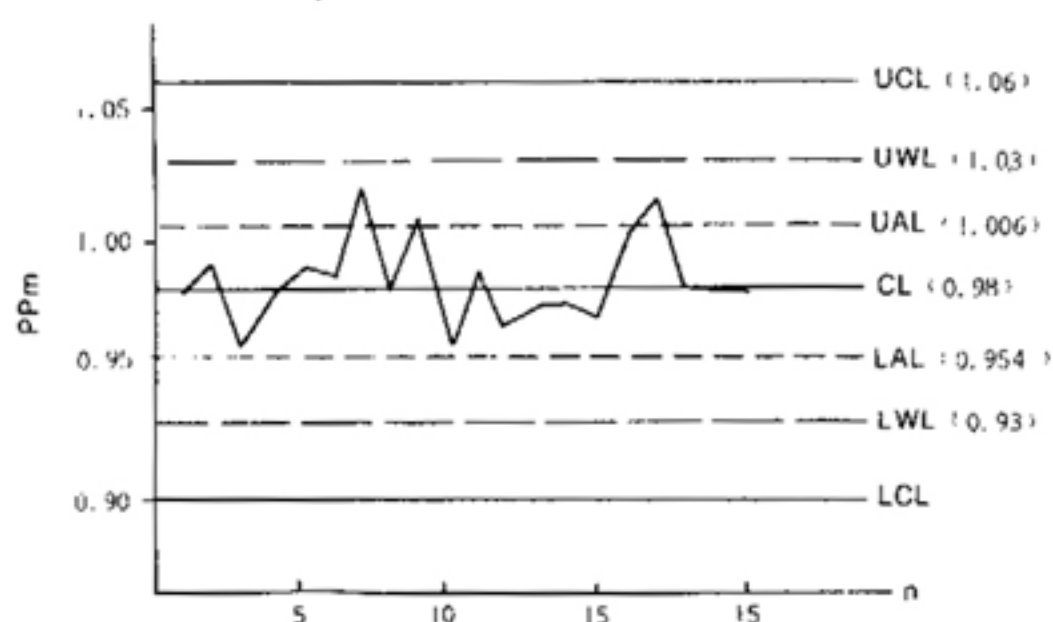


图 4 均数控制图

Fig. 4 Scheme for the controlling of mean value.

合格的实验条件、熟练的分析人员是保证分析数据质量的基本条件，但要确保数据质量的最后关键还是分析人员的认真操作。为此在样品分析过程中仍需采取一系列质控措施。

a. 空白试验：每次样品分析应至少平行测定两个空白值，其相对偏差一般不得大于 50%⁽¹⁾。

b. 平行双样测定：在测定质控样同时随机抽取 10~20% 的样品进行平行双样测定，其相对误差不大于方法规定标准差两倍，总合格率不低于 95%。

c. 密码平行样测定：每批样品除采取以上自控措施外，还由于课题负责人或质控员加采 1-2 个密码平行样，其分析结果与样品分析结果一同上报，根据平行样合格要求评判。该项措施对保证分析人员在分析样品时能认真对待每一份样品有重要意义。

2. 实验室间质控

对于由几个实验室承担分析任务的课题，除必须进行实验室内质控外，还应进行实验室间质量控制，检查各实验室间是否存在系统误差，保证数据的可比性。实验室间质控主要内容如下：

① 统一分析方法

课题组对所有测试项目规定统一方法，不可各行其事，方法应选用国家或部门所规定的标准方法。

② 实验室质量考核

由课题组委派有经验的实验室制订考核实施方案，配制或购买标样分发，收集并综合各实验数据，进行统计处理后作出评价，发现并纠正存在的问题。

③ 实验室误差测验

将两份浓度不同但很接近的样品分发给各实验室，分别对其作单次测定，并于规定日期上报结果 x_i, y_i ，由 x_i, y_i 作双样图，根据图形判断各实验室间是否存在系统误差，并估计各实验室间精密度和准确度⁽¹⁾。

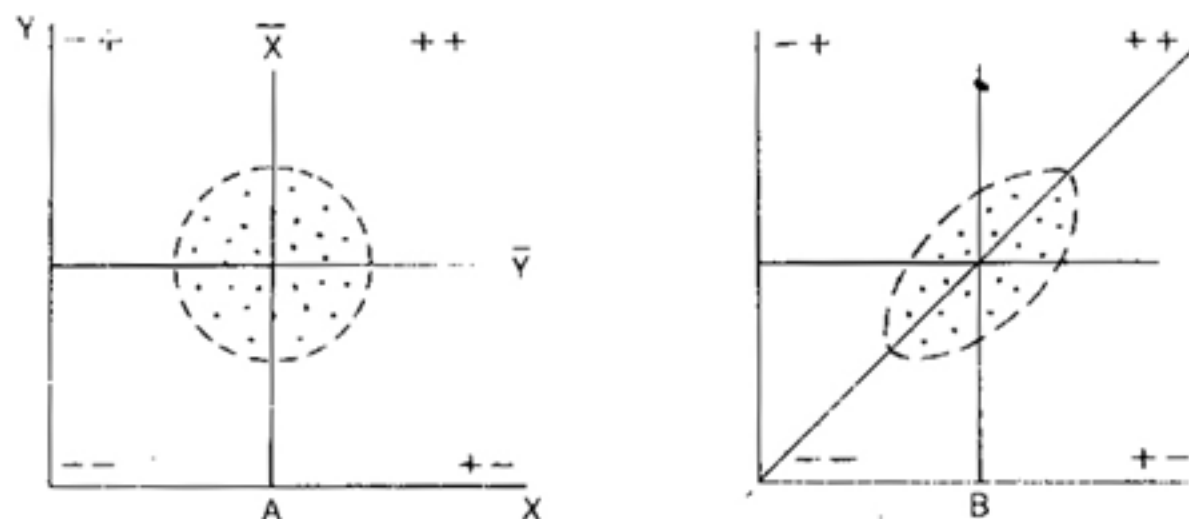


图 5 双 样 图

Fig. 5 The scheme of two samples.

3. 样品分析质量评价

实验室质控效果如何应进行质量评价, 评价主要从平行样及密码平行样合格率检查样品分析的精密度, 从加标回收率与标准样考核检查样品分析的准确度。

在巢湖课题中由于采用了系统的质控措施, 有效地保证了样品分析质量, 满足了课题研究工作的需要。现将该课题各主要项目平行样、密码平行样及标样考核结果统计列入表 1。

表 1 样品分析质控结果统计表

Tab. 1 The statistical table of quality-guarantee in the analyses of samples

分析项目	总磷	总氮	COD _{cr}	NH ₃ -N	酚	氰
样品数(个)	860	889	932	402	174	88
平行样数(个)	60	75	40	27	24	8
密码平行样数(个)	54	59	61	33	12	8
平行样合格数(个)	58	72	39	26	24	8
密码平行样合格数(个)	48	54	54	30	11	8
平行样合格率(%)	97	96	97.5	96	100	100
密码平行样合格率(%)	88.9	91.5	88.5	91	91.7	100
考核样浓度(mg/L)	0.552 ± 0.025	0.753 ± 0.028	109.42 ± 3.12	1.47 ± 0.06	0.109 ± 0.0015	0.102 ± 0.014
考核结果(mg/L)	0.559	0.755	109.56	1.467	0.0109	0.097

从上表所列数据平行样总合格率为 97.7%, 密码平行样合格率为 91.9%, 标样考核全部合格。这一结果说明在采取以上各项措施后, 自控平行样在 $\bar{C} \pm 2\sigma$ 置信区间的合格率超过 95%, 证明实验室分析不存在系统误差, 样品分析质量可靠, 密码平行样合格率略低于 95%, 整个质控工作达到了要求^(3,6)。

三、结 语

湖泊环境科研工作的数据质量保证是一项实践性、技术性和理论性都较强的工作, 它本身就是一项重要的研究工作。目前质量保证工作的理论和技术尚不很完善, 尤其是对于千变万化的各种研究对象如何取得有代表性的样品在技术上往往是有困难的。许多工作有待进一步深入研究。

本文以巢湖富营养化研究为例, 介绍了数据质量保证的一般方法和程序。巢湖课题由于采取了这样一系列的质量保证措施, 取得了明显的效果。不仅分析人员对报出的数据心中有数, 敢于负责, 研究人员使用数据也有把握。克服近年来出现的一种假数据真评价现象。同时课题的评审结果认为分析合理、结论正确, 取得了一系列有价值的成果。不仅具有较高的学术水平, 并具有很好的实用价值, 而这一切都是建立在大量准确可靠的监测数据基础之上。

参 考 文 献

- (1) 中国环境监测总站编, 环境水质监测质量保证手册, 化学工业出版社, 230-234, 291-305, 1983.
- (2) 城乡建设环境保护局, 环境监测分析方法, 建筑工业出版社, 2-17, 1986.

- (3) 戴昭华, 统计数学在环境科学中的应用, 环境科学从刊, 8 (1), 1-4, 1987.
- (4) 金相灿, 屠清瑛, 湖泊富营养化调查规范, 中国环境科学出版社, 33-51, 1990.
- (5) 蒋子刚, 毛锁道, 关于取样的质量保证, 上海环境科学, 7 (5), 29-32, 1988.
- (6) 郑绍濂, 概率论与数理统计, 上海科学技术出版社, 252-276, 1961.

ON GUARANTEE OF DATA RELIABILITY IN THE STUDY ON LAKE ENVIRONMENT ——A CASE STUDY OF CHAOHU LAKE

Gao Xiyun

(*Nanjing Institute of Geography and Limnology, Academia Sinica, 210008*)

Abstract

Based upon the case study on eutrophication of Chaohu Lake, the working procedure and key technique point about the reliability of monitor-data in the study of lake environment are discussed.

Key Words: guarantee of data reliability, eutrophication, Chaohu Lake

《湖泊科学》第一届编委会在南京召开

1991年6月3日至4日, 本刊首届编委会在南京召开。出席会议的有主编施雅风, 副主编濮培民、梁瑞驹、梁彦龄, 编委屠清瑛、蔡仁逸、崔广柏、曾昭琪、林承坤、唐渊、蔡启铭、王苏民、朱海虹、朱松泉、杨锡臣、杨益轩、叶宗秀、史惠泉和编辑部全体成员(部分编委因公请假)。中国海洋湖沼学会和《海洋与湖沼》学报代表徐鸿儒同志、《水生生物学报》编辑部熊木林同志也参加了会议。

主编施雅风主持会议, 先由中国科学院南京地理与湖泊研究所屠清瑛所长代表主办单位讲话, 对前来参加会议的编委、专家百忙中远道而来表示欢迎, 希望大家对《湖泊科学》的办刊宗旨、方针及其它问题提出宝贵意见, 齐心协力, 共同办好《湖泊科学》。徐鸿儒同志代表中国海洋湖沼学会致贺词并宣读了刘瑞玉理事长的贺信, 指出《湖泊科学》的创刊“是我国湖泊科学界的一件大事, ……”。副主编濮培民作了“办好《湖泊科学》, 发展湖泊事业”的发言, 回顾了办刊背景, 提出了办刊宗旨、方针, 以及今后工作中需要认真考虑解决的问题。编辑部汇报了试刊两年来的工作情况和1991年至1995年主要工作设想。随后, 与会编委和代表热烈、坦诚和实事求是地在获准出版后就办刊宗旨、刊物内容和表现形式、稿件质量、编辑部建设以及办刊经费、英文版出版的设想和聘请国外学者担任编委等进行了认真的讨论和落实。

会议还对本刊顾问, 我国湖泊水文科学的先驱者施成熙教授的积极热情的支持、鼓励创办本刊表示深切的缅怀! 对积极支持和关心本刊创办的其它老科学家和广大湖泊、水库工作者表示衷心的感谢和敬意!

最后, 施雅风教授总结发言指出: 这次会议开得很好。编委的发言和学会的贺词对办好本刊是很大的鼓舞, 对今后工作无疑具有重要意义。

(本刊编辑部)