

附件 3

《环境监测 分析方法标准制修订技术导则

（征求意见稿）》编制说明

《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》标准编制组

二〇一九年十月

目 录

1. 任务来源.....	1
2. 工作过程.....	1
3. 我国环境监测分析方法标准体系现状.....	1
4. 标准修订的必要性分析.....	3
5. 标准修订原则.....	5
6. 主要修订内容说明.....	6

《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》编制说明

1. 任务来源

《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)自发布实施以来在我国的环境监测分析方法标准制修订工作中发挥了重要作用,对于规范国家环境监测分析方法标准制修订程序、方法验证,确定方法检出限等特性指标的技术方法等方面提供了重要依据。但是也发现 HJ168-2010 存在未对方法的比对做出规定,某些技术要求不尽明确具体,对生物类监测分析方法适用性不足等问题。为进一步规范环境监测分析方法标准的制修订,适应最新的环境管理需求,2019年,生态环境部法规与标准司以标准项目“绿色通道”形式启动 HJ 168-2010 的修订,中国环境科学研究院环境标准研究所组织承担具体修订任务。

2. 工作过程

2017年~2018年,标准编制组结合国家生态环境监测标准技术管理工作中遇到的具体问题和需求,研究提出了 HJ 168-2010 在当前生态环境监测标准技术管理中存在的问题,形成《环境监测分析方法标准制订技术导则适用性评估报告》,提出了标准修订的具体意见和建议。

2018年11月~2019年8月,标准编制组在前期工作及资料文献查阅的基础上,就海洋、水利等部门监测分析方法标准制修订技术要求,监测分析方法的分类,检出限等特性指标的确定技术方法,方法比对,生物类以及以便携式仪器为基础建立监测方法标准制修订的适用性进行多次专题研讨,并在广泛征求全国主要环境监测机构及有关专家的意见基础上,形成标准修订征求意见稿草案及编制说明。

2019年9月,生态环境部法规与标准司主持召开标准征求意见稿审查会,会议通过审查。

3. 我国环境监测分析方法标准体系现状

1973年,我国首项环境保护标准《工业“三废”排放试行标准》(GB J4-1973)的发布是我国环保事业起步的重要标志。从1980年起,为了统一全国环境监测

分析方法，国家环境保护主管部门开展了大量工作。1980年5月，原国务院环境保护领导小组办公室组织编写了《环境监测标准分析方法（试行）》一书，以“（80）国环办字第77号”的形式发布。经过近40年的发展，我国逐步形成环境监测分析方法标准、环境监测技术规范、环境监测仪器技术要求、环境标准样品4小类环境监测类标准体系，覆盖了手工及自动监测采样、实验室分析、监测仪器基本要求以及量值溯源等质控要求的环境监测基础性工作的各个领域。

2017年发布实施的《国家环境保护标准“十三五”发展规划》（环科技〔2017〕49号）规定了“十三五”时期环境监测类标准制修订任务约400项，环境监测类标准仍将处于快速增长阶段。同时，原环境保护部出台了《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国环规科技〔2017〕第1号）等，进一步规范了国家环境监测类标准的制修订程序。截至2018年12月，我国累计发布国家环境监测类标准1271项（占环境标准总数的59%），现行有效的环境监测类标准1141项，其中环境监测分析方法标准522项。

环境监测分析方法标准是实施环境质量标准、污染物排放标准等生态环境管理工作的重要技术支撑。目前，我国环境监测分析方法标准全面涵盖了水、气、土壤与沉积物、固废、生物、噪声与振动、核与辐射等环境要素，可测定的化合物包括常规污染物、重金属，以及持久性有机污染物、挥发性有机物等有毒有害污染物，共计400余项。地表水环境质量标准与水污染物排放标准，环境空气质量标准及固定源大气污染物排放标准，农用地和建设用地土壤污染风险管控标准中控制的污染物项目基本已实现全覆盖（部分正在制修订中），可见，我国现行环境监测分析方法标准体系已基本满足生态环境监测及管理的需要。

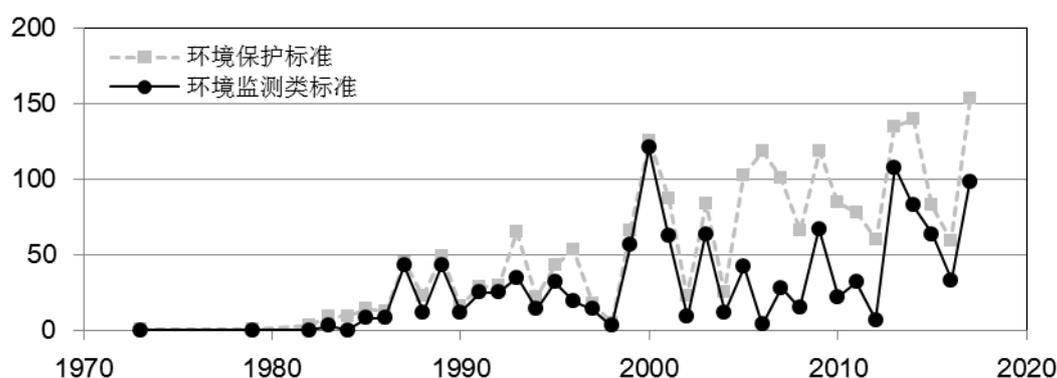


图1 历年发布的环境保护标准与环境监测类标准数量

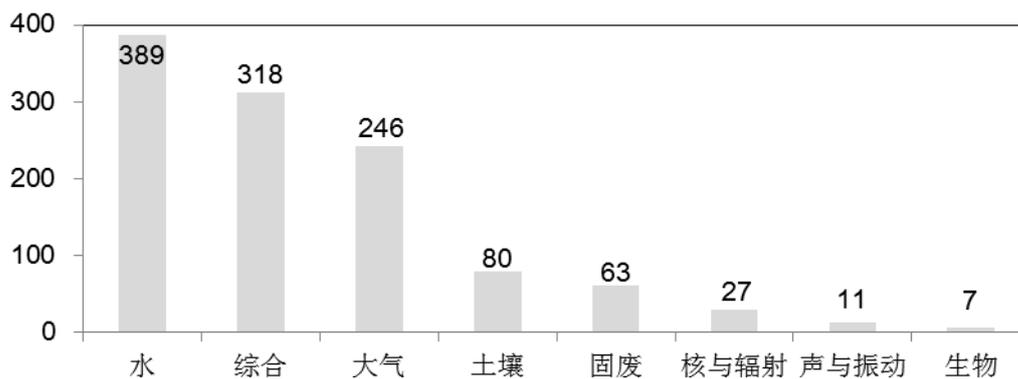


图2 不同环境介质的环境监测类标准数量

4. 标准修订的必要性分析

4.1 适应生态环境监测职能的调整，需进一步统一环境监测分析方法标准制修订技术要求

按照 2018 年国务院机构改革方案，新组建的生态环境部整合了原环保、国土、水利、农业、海洋、发改委、南水北调办等 7 部门的相关环保职责，各部门分别制定了部分有关环境监测的方法标准，有必要进行清理整合，统一标准制修订的技术要求。

自然资源部发布了《海洋监测化学分析方法标准编写导则》（HY/T 258-2018），规定了海洋监测化学分析方法标准的结构、编写要求、方法验证、验证报告的编写要求。

水利部监测类标准按照《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》（GB/T 20001.4）的规则起草，此外水利部发布了《水利标准编写规定》（SL 1—2014），主要规定水利技术标准编写总则、前引部分、正文部分、补充部分的主要内容，层次结构、编写细则和条文说明等内容。编写细则主要规定了编排格式、图、表、公式、数值、计量单位与符号、注、标点符号等格式，附录中给出了水利标准的封面样式、条文说明样式、结构层次及编号实例、条文编排示例、标准字号和字体等内容。

农业部针对不同类别的标准制定不同的工作指南。例如，《农药残留检测方法国家标准编制指南》（农业部公告 2386 号）、《转基因植物及其产品成分检测定性 PCR 方法制定指南》（农业部 2259 号公告-4-2015）、《转基因植物及其产品成分检测 实时荧光定量 PCR 方法制定指南》（农业部 2259 号公告-5-2015）等。

上述可见，各部门在制订监测标准时遵循的术语、定义、方法等均有一定差异，有必要统一环境监测分析方法标准的制修订技术方法以满足生态环境监测的需要。

4.2 环境质量标准、排放标准实施及监督执法对监测分析方法标准的适用性提出了更高的要求

以配套环境质量标准和排放标准中污染物指标的监测需求为目标，现有监测分析方法标准实现了污染物监测指标的全覆盖，基本可满足现阶段环保标准的监测需求。随着标准体系的不断发展完善，“两高”司法解释的出台以及污染物全面达标的推进，“超标即违法”的观念得到广泛认可，监测分析方法标准的准确性和公允性受到空前关注。

《国家大气污染物排放标准制订技术导则》（HJ 945.1-2018）和《国家水污染物排放标准制订技术导则》（HJ 945.2-2018）要求，样品测定引用的监测分析方法标准须通过论证确定，应全面收集每种污染物的分析方法标准，分析每种方法标准的原理及特点，逐项评估论证其适用性。评估重点包括：排放源废气、废水相关污染物是否明显干扰测定结果，目标污染物是否与排放标准中的污染物项目一致，方法检出限、测定下限等技术参数是否能够满足排放限值要求、环境监测部门是否具备实施能力等；需要进行实验验证的，可参考 HJ 168 的要求进行验证；根据对每项监测分析方法标准的论证结果，列出适用的监测分析方法标准名录。

随着达标判定及环境诉讼问题的凸显，亟需加强基于不同监测分析方法标准的结果比对，针对各类污染物，明确监测分析方法标准与环境质量标准、污染物排放标准中控制项目的配套性，明确针对同一种目标化合物不同监测分析方法测定的差异等，从而使环境监测分析方法标准的制订和实施更具科学性和适用性。

4.3 环境监测类标准分类和构成日益丰富，现行标准对各类监测分析方法标准制修订的适用性有待进一步提高

自 HJ 168-2010 发布实施以来，环境监测标准数量迅速增长，体系日益丰富完善，原标准技术内容不足以覆盖所有监测分析方法标准的类型，对各类监测分析方法标准制修订的适用性有待进一步提高。一方面，在环境应急、监督执法等

工作中，亟待建立一些适用于现场快速筛查，以及基于便携式仪器的环境监测分析方法标准，以适应不同环境管理工作的需要。然而，为适应现场快速筛查监测的需要，方法往往具有定性半定量的属性，精密度、正确度等特性指标不能完全体现，在此类方法标准的制修订过程中需要对方法标准的特性指标要求给予一定灵活性。另一方面，目前环境监测已由水、气、土、固废等传统环境要素进一步拓展到生物类（微生物监测、生物毒性测试等）等监测，而微生物监测、生物毒性测试等具有其特定的数据统计分布规律，主要适用于实验室化学分析方法标准制修订的 HJ 168-2010 对方法检出限、精密度、正确度、方法验证等的规定不完全适用于生物类监测方法标准的制修订，因此有必要对监测分析方法标准分类进行研究，提出分类指导的原则。

4.4 监测分析方法标准制修订的技术路线和要求需要进一步细化完善

HJ 168-2010 的技术内容尚需要进一步细化和完善。例如，HJ 168-2010 对监测数据的处理方面未进行统一规定，检出限、精密度、正确度数据的有效位数、数值修约等存在争议，有必要对此进行统一规范；在方法特性指标确定和方法验证过程中，需要进一步明确试验样品、浓度水平等的选择要求；方法的质控措施等需要明确通过实验室内及实验室间的验证数据确定；此外，还需进一步就方法的条件试验所需开展的工作要求进一步细化。

5. 标准修订原则

为使修订后的标准进一步为监测分析方法标准编制组提供切实有效的技术指导，满足当前环境标准工作的需要，修订工作遵循以下 4 条原则：

- 1) 适应生态环境管理新形势，满足“统一制度规范”的工作职能需求；
- 2) 进一步促进监测分析方法标准与环境质量标准、污染物排放标准等的衔接配套；
- 3) 完善监测分析方法标准的技术路线和要求，提高方法标准的科学性、适用性；
- 4) 标准科学合理，具有可操作性。

6. 主要修订内容说明

6.1 调整部分术语定义

1) 增加“正确度”术语，调整“准确度”术语定义。根据 ISO 5725 系列标准及与其等效的国内标准《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）》（GB/T6379-2004），以及《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417-2017）等相关国内标准，目前均使用“正确度”概念表示测定值与一个参考量值的一致程度，而“准确度”表示被测量的测得的量值与其真值间的一致程度，测量结果的准确度由正确度和精密度两个指标进行表征。

2) 增加“定量方法”、“定性方法”2个术语，其定义主要参考《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417-2017）确定。

3) 增加“统一样品”的术语，在 HJ 168-2010 中“统一样品”仅指由标准编制单位统一准备分发的实验样品，在具体实施过程中，对于大气样品以及部分实际样品等难以做到统一准备分发，因此，本次修订将“各验证实验室按照统一要求配制的样品”也定义为“统一样品”。

6.2 调整标准结构框架

本次修订对标准结构框架进行了调整：

1) 删除了现行标准第4节“制修订工作程序”。环境监测分析方法标准的制修订需要经历开题论证、方法条件试验研究、方法验证、征求意见稿编制、送审稿编制、报批稿编制等流程，现行标准实施的近10年中，上述流程要求已经得到较大程度的规范。同时，2017年原环境保护部发布了《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国环规科技〔2017〕1号），其中对环境监测分析方法标准的制修订工作流程进一步规范完善。

2) 增加了“环境监测分析方法分类”、“标准制修订技术路线”2个章节。

3) 增加了1个附录，即“附录B（资料性附录）方法比对：测定结果显著性差异检验”。

4) 将“方法验证”章节的内容提前至“标准制修订技术路线”章节之后（见下表），使新修订的标准第6章、第7章主要明确标准制修订的技术路线和方法，第8章和第9章主要明确标准文本的编制要求。

表 1 标准修订前后结构框架对比

现行标准	新修订标准
1.适用范围	1.适用范围
2.规范性引用文件	2.规范性引用文件
3.术语和定义	3.术语和定义
4.工作程序	4.基本要求
5.基本要求	5.环境监测分析方法分类
6.标准的结构要素	6.标准制修订技术路线
7.主要技术内容	7.方法验证
8.方法验证	8.标准的结构要素
附录 A 方法特性指标确定方法	9.主要技术内容
附录 B 开题论证报告的内容要求	附录 A 方法特性指标确定方法
附录 C 标准编制说明的内容要求	附录 B 方法比对：测定结果显著性差异检验
附录 D 方法验证报告的内容要求	附录 C 开题论证报告的内容要求
	附录 D 标准编制说明的内容要求
	附录 E 方法验证报告的内容要求

6.3 明确环境监测分析方法的分类

随着环境管理工作的不断深入发展，对各类环境监测分析方法标准的需求也日益增多。例如，现场监督执法过程中需要更多快速、便捷的方法；环境应急过程中侧重于快速、筛查类的方法；生态环境监测管理中对生物毒性测试类的方法也提出了更多的需求。但上述各类方法的分类主要基于环境管理工作，未按方法本身的属性来进行分类。

对方法进行分类的主要目的是确定各类方法建立过程中需确认的特性指标。欧盟非强制执行法案《分析方法的实施和结果表达》（2002-657-EC）中将分析方法分为定量方法和定性方法，同时两大类方法中又区分了确认方法（confirmatory methods）和筛选方法（screening methods），并给出了四类方法的特性指标要求（表 2）。《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417-2017）则主要参考了上述欧盟非强制执行方案，提出了基本与其一致的方法特性指标要求。

表 2 分析方法分类及确认参数的选择

待评估性能参数	定量方法		定性方法	
	确证方法	筛选方法	确证方法	筛选方法
检出限	+	+	+	+
定量限	+	—	+	—
正确度	+	—	—	—
精密度（重复性和再现性）	+	+	—	—

选择性	+	+	+	+
稳健度	+	+	+	+
注：+：表示正常情况下需要确认的性能参数； —：表示正常情况下不需要确认的性能参数。				

本次修订将环境监测分析方法标准分为定量方法和定性方法两类，主要基于如下考虑：1) 对于大部分已发布及正在制修订的以实验室化学分析为主的方法属于定量方法。2) 对于适用于环境应急及现场快速监测的方法，其与传统实验室化学分析方法的不同在于其准确定量可能受到限制，造成检出限较高，精密度和正确度等指标范围较宽等，但方法标准的研究过程均按定量方法的要求开展相关工作，即也要求提出方法检出限、精密度、正确度等指标。3) 对于以便携式仪器为基础建立的方法，与第2)类类似，可能准确定量受到限制，但方法研究过程也按定量方法的要求开展工作。4) 对于完全定性筛查类的方法属于定性方法。5) 目前正在制修订的标准项目中包括部分生物毒性测试的方法，由于其方法的建立显著区别于化学分析方法，有其特定的指标要求等，为此生物毒性测试方法的特性指标参照定性方法确定。可见，将方法标准分为定量方法和定性方法两类，可以覆盖我国现行及正在制修订的环境监测分析方法标准的各种类型。

在具体的特性指标确定中，我国现行环境监测分析方法标准及正在制修订的标准项目大部分为定量方法，即要求对方法检出限、测定下限、精密度、正确度等指标进行确认。在实际工作中，部分定性半定量的方法，以及部分没有目标化合物标准样品的方法，其正确度指标较难进行确认；部分筛查类定性方法各项特性指标的确认都受到限制。为适应环境监测分析方法标准的制修订需求，本次修订参考上述有关资料文献，分别提出定量方法和定性方法需确定的特性指标要求（表3）。需要注意的是，生物毒性测试方法的特性指标参照定性方法确定，可根据具体方法增加“敏感性”、“有效性”等其他指标。

表3 监测分析方法标准的分类

方法特性指标		定量方法	定性方法 ^b
检出限 ^a		√	△
测定下限		√	—
测定范围（或测定上限）		△	—
准确 度	精密度	√	△
	正确度	△	—

不确定度	△	—
注：√表示正常情况下需要确认的特性指标；—表示正常情况下不需要确认的特性指标； △表示必要时可确认的特性指标。		
^a 检出限的实际意义根据具体方法确定。		
^b 生物毒性测试方法的特性指标参照定性方法确定，可根据具体方法增加其他指标。		

6.4 提出环境监测分析方法标准制修订技术路线

本次修订增加了“标准制修订技术路线”（图3），细化了在标准制修订各个环节需要开展的具体工作和要求。在技术路线中增加了“方法比对”环节，并强调了质控措施的验证。

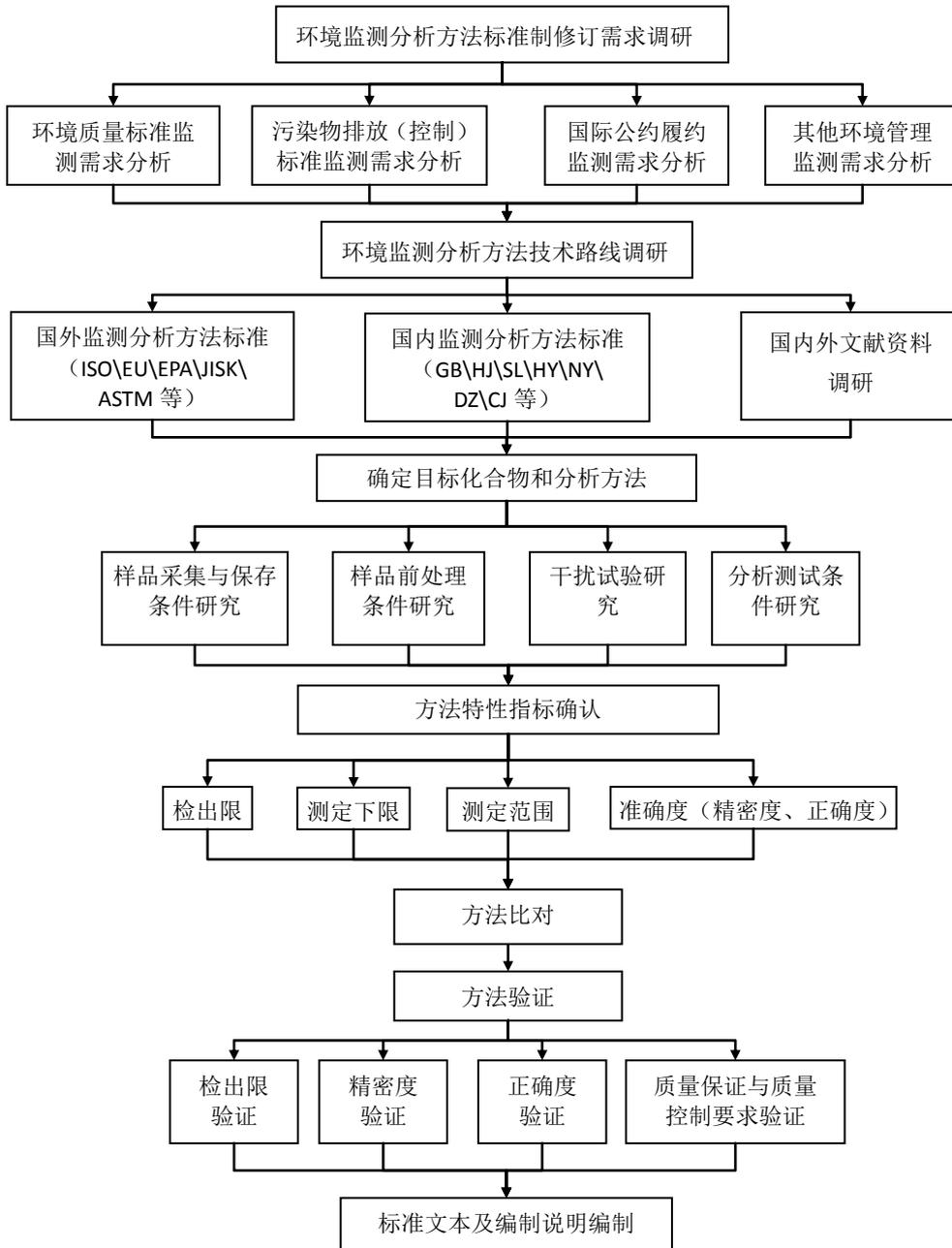


图3 环境监测分析方法标准制修订技术路线图

6.5 规定了方法比对的内容和要求

为满足新方法标准在环境质量和污染物排放标准实施中应用需求，同时进一步明确新方法与原有方法的测定差异，本次修订增加了方法比对的内容和要求。参考《化学实验室内部质量控制 比对试验》(RB/T 208-2016)、《海洋监测化学分析方法标准编写导则》(HY/T 258-2018)、《水质 比较两个微生物定量方法相对回收率要求》(ISO 17994-2014) 等文件资料，提出方法比对要求如下：

1) 新方法标准：已有现行环境监测分析方法标准的，应就新方法标准与现行标准进行比对。具有多个现行标准的，综合考虑以下原则选择 1 个标准作为比对方法标准：a) 公认的经典方法标准；b) 相关环境质量标准、污染物排放（控制）标准已引用的方法标准；c) 同类型方法标准；d) 正确度高、干扰少、选择性强的方法标准。

2) 修订标准：除按 1)的要求进行方法比对外，还应与原标准进行比对。

3) 应对适用范围内的每类环境介质各至少采集 1 种实际样品开展方法比对。适用于污染源监测的方法应至少采集 2 种不同污染源的的实际样品开展方法比对。

4) 对每类实际样品采集至少 7 个浓度水平接近的样品，分别采用新方法 with 比对方法标准进行测定，获得至少 7 组配对测定数据。当无法获得足够实际样品量时，可采用实际样品基体加标的方式获得至少 7 组配对测定数据。采用配对样本 t 检验等统计检验方法判定两种方法的测定结果是否具有显著差异，也可根据具体情况采用其他适用的统计检验方法。

6.6 完善了各类方法检出限、测定下限、精密度、正确度等的确定方法

在现行标准的基础上，本次修订进一步完善了各类方法标准的检出限、测定下限、测定范围、精密度和正确度等相关内容，主要完善的内容有：

1) 增加了微生物计数法、定性方法检出限的确定方法，同时为其他特殊方法的检出限确定给予一定灵活性。其中，微生物计数法的检出限确定方法参照《水质 微生物定量方法特性指标建立的要求》(Water quality-Requirements for establishing performance characteristics of quantitative microbiological methods, ISO 13843-2017)，采用基于泊松概率分布的统计方法建立。目前，正在制订的《水质 浮游植物的测定 显微镜计数法》(征求意见稿) 采用了这一方法确定方法

检出限。定性方法检出限主要参考《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417-2017）中提出的定性方法检出限确定方法。除列出的特殊方法的检出限确定方法之外，本次修订还提出“其他物理分析方法、生物毒性测试方法等，方法检出限的确定根据具体情况确定。”

2) 对测定下限的规定增加了“微生物计数法测定下限与检出限一致”；“其他物理分析方法、生物毒性测试方法等测定下限的确定根据具体情况确定”2条规定。

3) 增加了对“测定上限”的规定，即“有条件时，结合方法校准曲线的上限、适宜的稀释倍数以及一定条件下的吸附富集容量等因素，提出方法测定上限。”

4) 完善了对精密度和正确度的规定，对于测定数据呈偏态分布的方法（如微生物测定方法等），测定结果需经对数转换后再计算实验室内相对标准偏差和实验室间相对标准偏差，以及相对误差等，同时不再要求计算重复性限和再现性限，取而代之计算95%置信区间。

5) 增加了检出限、精密度、正确度数据有效数位的规定，进一步规范标准中的数据表达。

6.7 完善了方法研究和验证要求

根据现行标准实施中各方面反馈的意见和建议，本次修订进一步完善了方法研究和验证要求，主要包括：

1) 方法条件试验研究中，强调要研究提出对样品采集的特殊要求；要开展必要的穿透试验和稀释试验，提出适宜的采样量、稀释倍数等；提出了建立校准曲线的要求，包括浓度分布、线性相关系数等；新增了研究过程中对各阶段数据结果进行近似计算的规则。

2) 方法验证工作中，强调验证实验室的选择应兼顾地理区域（或各典型环境条件）和实验室水平等因素；新增提出了以各类便携式、集成式仪器为基础建立的方法标准，验证仪器类型的覆盖要求；对验证样品的均匀性提出原则性要求；明确了精密度验证中高、中、低浓度的具体含义要求，以及进行加标回收正确度验证中的加标浓度要求；新增了验证中对质控指标的数据验证要求。此外，本次修订不再要求必须使用统一样品，对于确无法实现开展统一样品验证的情况，各

验证实验室可以自行准备验证样品，最后数据汇总时给出相关特性指标的数值范围。

3) 标准文本编制工作中，明确标准适用范围中应说明方法的类型和适用的工作；明确标准中要说明防止样品穿透和稀释的操作要求；校准及结果表达的有效位数等要求。