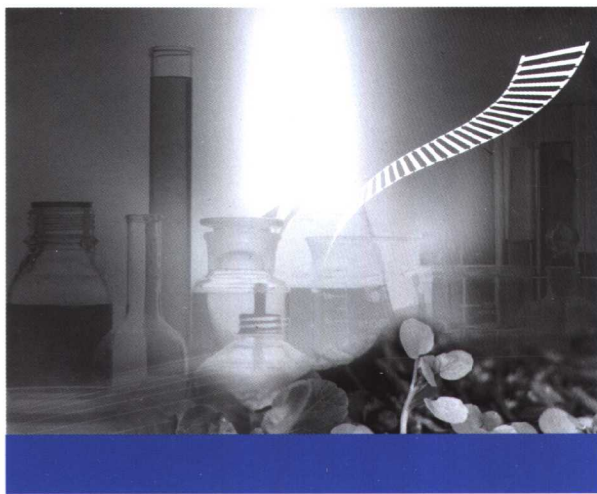


李素梅 主编

碘缺乏病 实验室工作手册



Chemical Industry Press



化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

碘缺乏病实验室工作手册

李素梅 主编

化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

·北京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

碘缺乏病实验室工作手册/李素梅主编. —北京: 化学工业出版社, 2004.3
ISBN 7-5025-5241-3

I. 碘… II. 李… III. 碘-营养缺乏病-实验室-手册 IV. R591.1-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 016817 号

碘缺乏病实验室工作手册

李素梅 主编

责任编辑: 杨立新

文字编辑: 何 芳

责任校对: 顾淑云 吴 静

封面设计: 郑小红

*

化学工业出版社 出版发行

化学与应用化学出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

北京市彩桥印刷厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 6 $\frac{1}{4}$ 字数 172 千字

2004 年 4 月第 1 版 2004 年 4 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-5241-3/R·197

定 价: 20.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

《碘缺乏病实验室工作手册》

编写人员名单

主 编 李素梅

顾 问 王立英 叶 雷 孔 文

编 者 李素梅 谷云有 李秀维 王建强

周志荣 李淑华

序

自 1995 年实行全部食用盐加碘为主的综合性防治策略以来，中国受碘缺乏病威胁人口从原来总人口的 60% 下降到 10% 左右。取得这一显著成绩的主要原因之一是中国建立了一套完善的监测体系，包括 1995 年开始的在居民户水平上的日常碘盐监测，这是消除碘缺乏病策略和措施的重要部分。国家碘缺乏病参照实验室的建立和运行是完善这一监测体系的重要进展之一。迄今，该实验室已经在两方面为消除碘缺乏病做出了重要贡献：一是通过常规的人员培训和技术支持建立和巩固了实验室网络；二是通过这一网络，提高了全国省、地市、县的尿碘、盐碘实验室的检测能力，保障了各级实验室为碘缺乏病监测和消除碘缺乏病目标进程评估所出具的检测数据的可信性。国家参照实验室在几年实践中所建立的、与国际接轨的、具有良好操作性的质量管理体系是成功的经验，将其编撰成实验室手册将是开展全面培训和质量控制所必需的。中国碘缺乏病实验室网络已经被证明是国际上运转成功的和独一无二的，这一体系将在今后的工作中继续对碘缺乏病消除发挥重要作用。可以肯定地说，中国取得最后消除碘缺乏病的成功需要这样一个具有良好服务的、支持性的实验室体系。同时，这一模式已经成为一些国家学习的范例，并必将为更多的国家提供成功的经验。

中国-美国疾病控制合作项目办公室主任

联合国儿童基金会营养与健康特别顾问

叶雷

2004 年 1 月

前 言

国家碘缺乏病参照实验室是 2000 年底通过 ISO/IEC 导则 25 (ISO 17025 的前身) 实验室认可的, 当时全国卫生系统通过认可的实验室还寥寥无几。从那时候起, 一整套比较完善的、文件化的质量管理体系不仅规范着国家实验室的各项工作, 而且也为全国各级实验室培训提供了很实用的教材。2001 年, 国家碘缺乏病参照实验室作为亚洲-西太平洋地区的中心实验室, 参与了国际碘缺乏病实验室网络技术手册的编写工作。在实际工作中, 我们深感有责任和义务将几年来在实际工作中积累的经验, 以及国际上同行们对碘缺乏病实验室管理和技术的贡献, 进行总结、归纳、编撰成册, 并希望它能够成为我国各级碘缺乏病实验室人员手头常用的参考书, 对他们的日常工作有所帮助。

在本书的编写过程中得到了卫生部王立英处长、联合国儿童基金会叶雷先生和孔文先生的指点和帮助, 在此深表感谢。同时, 我们还要感谢美国疾病控制中心和国际实验室网络的同仁们对中国碘缺乏病实验室网络所给予的关注和支持。

为了使全国各级碘缺乏病实验室人员尽早看到本书, 编著者通力合作, 辛勤工作, 终于完成书稿编写工作。但由于时间仓促, 难免会有纰漏, 请读者, 特别是各级碘缺乏病专业人员予以指正。

编著者

2004 年 1 月 27 日

内 容 提 要

全书共分八章，从实验室一般要求到质量体系和管理、内部质控、空间比对、微量碘检测法及方法学评价、实验室设备期间核查及自检规程、碘缺乏病实验室质量保障网络进行了较为详细地阐述。

书后附录分别介绍了不确定度的评定、有效数字和数字修约、国际计量单位、实验室环境保护和常见废弃物处理、化学试剂管理的内容。涵盖广泛，所编内容多引自标准及 ISO 准则，权威可靠。

本书可作为国家及省、地市、县碘缺乏病实验室工作人员的参考用书。

目 录

1 碘缺乏病实验室的一般要求	1
1.1 房屋和设施以及仪器设备	1
1.1.1 房屋和设施	1
1.1.2 仪器设备	2
1.1.3 人员及培训	5
1.2 实验室碘检测常规	5
1.2.1 检测前	5
1.2.2 检测中	7
1.2.3 检测后	8
1.3 实验室安全和急救	9
1.3.1 实验室安全	9
1.3.2 实验室急救	10
1.3.3 实验室灭火方法	11
主要参考文献	12
2 实验室质量体系和管理	13
2.1 组织管理和职责	13
2.1.1 各级碘缺乏病实验室的职责	13
2.1.2 碘缺乏病实验室的内部组织结构、岗位和职责	14
2.2 质量体系、内审和管理评审	19
2.2.1 质量体系文件	19
2.2.2 实验室内部审核	19
2.2.3 实验室评审	20
2.3 人员	20
2.3.1 关键岗位人员任职要求	20
2.3.2 人员培训	21
2.4 设施和环境	21
2.4.1 设施和环境的要求	21

2.4.2	实验室安全要求	22
2.4.3	污物处理	22
2.5	设备和标准物质	22
2.5.1	仪器设备的管理	23
2.5.2	标准物质的管理	25
2.5.3	标准溶液的配制	26
2.6	量值溯源和校准	26
2.6.1	量值溯源的工作程序	27
2.6.2	期间核查	28
2.7	检测	28
2.7.1	确定检验任务	28
2.7.2	制定检验计划	28
2.7.3	抽样	28
2.7.4	样品接收和管理	30
2.7.5	组织实施检验活动	30
2.7.6	数据控制	30
2.7.7	编制和签发检验报告	31
2.7.8	发送报告和事后处理	31
2.8	样品管理	32
2.8.1	样品接收	32
2.8.2	样品标识和编号	32
2.8.3	样品的处置和保存	32
2.9	记录和检测报告	33
2.9.1	检测记录	33
2.9.2	检测报告	33
2.10	外部协助和供给	34
2.11	抱怨的处理	34
	主要参考文献	35
3	实验室内部质量控制	36
3.1	常用术语和定义	37
3.2	实验室误差的分类和来源	39
3.2.1	误差的来源	39
3.2.2	误差的分类和特点	41

3.2.3	误差的表示方法	42
3.2.4	随机误差的正态分布和质控图	42
3.2.5	误差与精密度、准确度的关系	43
3.2.6	提高检测精密度和准确度的方法	44
3.3	实验室内质控前的准备	45
3.3.1	人员、仪器和操作规程准备	45
3.3.2	质控品的准备	45
3.4	实验室内质控方法	48
3.4.1	检测限的确定	48
3.4.2	精密度测试	49
3.4.3	标准曲线相关和回归	50
3.4.4	加标回收率	51
3.4.5	标准物质	52
3.4.6	批质控品和质控盲样的使用	54
3.4.7	实验室内比对	57
3.4.8	过程控制	57
3.5	实验室质控的管理	64
3.5.1	失控原因分析	64
3.5.2	室内质控数据的管理	66
	主要参考文献	67
4	实验室间比对和能力验证	68
4.1	术语	68
4.2	实验室间比对和能力验证的目的	69
4.2.1	实验室间比对目的	69
4.2.2	能力验证的目的	69
4.3	能力验证的类型	70
4.3.1	测量比对计划	70
4.3.2	实验室间检测计划	70
4.3.3	分割样品检测计划	71
4.3.4	部分过程计划	71
4.4	能力验证的组织设计、运作和报告	71
4.4.1	计划	71
4.4.2	运作	72

4.4.3	报告	72
4.4.4	保密和道德考虑	73
4.5	处理能力验证数据的统计学方法	73
4.5.1	确定指定值以及不确定度	73
4.5.2	能力统计量的计算——Z 比分值	74
4.5.3	实例	75
4.6	YOU DEN 图	76
4.6.1	发送样品	76
4.6.2	绘制双样图	76
4.6.3	图形判别	77
4.6.4	误差分析	77
	主要参考文献	78
5	检测方法	79
5.1	尿中碘含量检测	79
5.1.1	尿碘的砷铈催化分光光度测定方法	79
5.1.2	过硫酸铵消解尿样测定尿碘	83
5.1.3	快速检测试剂盒法	86
5.1.4	电感应耦合等离子体质谱仪法测定尿中碘的含量	89
5.1.5	微波消解法	94
5.1.6	微板法	96
5.2	饮用水中碘含量检测	96
5.2.1	生活饮用水中碘化物的检测方法	96
5.2.2	水碘快速定量检测试剂盒法	99
5.3	奶中碘含量检测	102
5.4	粮食、蔬菜中碘含量检测	104
5.4.1	方法一	104
5.4.2	方法二	107
5.5	土壤中碘含量检测	107
5.5.1	方法一	108
5.5.2	方法二	109
5.6	食用盐中碘含量检测	110
5.7	食盐加碘所用碘酸钾质量的实验室评价	116
5.7.1	试剂和溶液	116

5.7.2	食盐加碘所用碘酸钾	118
5.7.3	砷盐检查法	120
5.7.4	含量测定	123
5.8	甲状腺相关激素的检测	123
5.8.1	促甲状腺激素 (TSH) 检测	123
5.8.2	血清中总 T_3 (TT ₃) 和总 T_4 (TT ₄) 的测定	127
5.8.3	血清中游离 T_3 (FT ₃) 和游离 T_4 (FT ₄) 的测定	127
5.8.4	人血清甲状腺激素结合球蛋白 (TBG) 的测定	128
	主要参考文献	128
6	微量碘检测的方法学评价	130
6.1	尿碘国标法与过硫酸铵法分析测试误差的评价	130
6.1.1	材料与方法	130
6.1.2	结果与讨论	130
6.2	水碘试剂盒法与规范方法分析测试误差的评价	133
6.2.1	材料与方法	134
6.2.2	结果与讨论	134
6.2.3	结论	139
6.3	尿碘国标法方法学评估及与其他方法的比较	140
6.3.1	国标法与国际、国内方法测定条件的比较	140
6.3.2	检测条件的选择	141
6.3.3	线性范围及标准曲线	143
6.3.4	检测限	144
6.3.5	精密度	144
6.3.6	准确度	144
6.3.7	干扰实验	145
6.3.8	样品稳定性实验	145
6.3.9	验证实验	146
	主要参考文献	146
7	实验室设备期间核查和自检规程	148
7.1	仪器设备的期间核查	148
7.1.1	什么是期间核查	148
7.1.2	为什么要进行期间核查	148
7.1.3	如何开展期间核查	149

7.2 期间核查的方法	150
7.2.1 分析天平	150
7.2.2 消解仪	150
7.2.3 恒温水浴	151
7.2.4 分光光度计	152
7.2.5 微量加样器	154
7.2.6 碘量仪自检方法	154
主要参考文献	155
8 碘缺乏病实验室网络	156
8.1 中国碘缺乏病实验室质量保障网络	156
8.1.1 碘缺乏病实验室网络的构成	156
8.1.2 碘缺乏病实验室网络的运行	158
8.2 国际碘缺乏病实验室网络	159
附录	161
附录1 测量不确定度的评定	161
主要参考文献	175
附录2 有效数字和数字修约	175
附录3 国际计量单位	180
附录4 实验室环境保护和常见有毒有害废弃物质的处理	189
主要参考文献	192
附录5 实验室化学试剂的管理	192
主要参考文献	196

1 碘缺乏病实验室的一般要求

1.1 房屋和设施以及仪器设备

1.1.1 房屋和设施

碘缺乏病实验室主要包括微量碘（尿、粮食、奶等中碘含量）检测实验室、常量碘（盐碘）检测实验室和以检测甲状腺激素、促甲状腺激素为主的生化实验室。和许多其他实验室一样，碘缺乏病实验室需要具有远离振动源、噪声源，保持实验室阴凉、通风良好、不潮湿、避免粉尘和有害气体侵入等一般实验室的共同特点。除此之外，碘实验室还有一些特殊和具体的要求。

① 微量碘分析要有单独的实验室，实验室的位置应选择在靠内侧的相对清洁区，避开人多的过道或与本实验室无关人员必经之路。必须与盐碘实验室隔开，远离其他可能存在碘污染的区域，如放射性碘同位素治疗室、注射室、消毒或采血室、碘试剂或制剂存放室和人员出入频繁的区域。

② 碘缺乏病实验室要有足够的空间。尿碘实验室最好用隔断分成样品处理间和检测操作间，检测用的精密仪器不要放在样品处理间，以防止通风橱密封不严使消解产生的腐蚀性气体外泄损坏仪器。如果实验室的空间限制不能相隔，应尽量安装密闭性好的通风橱。如果在同一楼层设置样品处理室和样品检测室，应尽量避免两间微量碘实验室相距太远，以防消解后的样品通过清洁度不确定的通道时增加被污染的风险。

③ 微量碘实验室要有通风橱，橱内安装电动或机械排风装置，以排除有害气体，同时要有新鲜空气供给通道。

④ 实验室内要配备给水和排水设施，以便操作人员接触有毒

有害物质时能够及时清洗。

⑤ 碘检测是一个不间断的动力学过程，一旦中途断电就会造成测试的失败和试样的损失，所以实验室的供电应避免与大功率的用电设备共线，以减少电压波动和突然断电。供电的线路应给出备用容量。配备三相和单相供电线路，以满足不同电器的要求。每个实验室应设置电源总开关以方便各实验室的供电线路，但要注意一些必须长期运行的电器如冰箱、冰柜等应有专线供电，而不受各实验室开关的控制。对特别要求的仪器要增加二级稳压装置，以保证仪器工作的稳定性。在实验室的四周墙壁、实验台旁配备足够的、方便的电源插座。

⑥ 微量碘检测的精度要求高，所以保持实验室的高清洁度很重要，因此不宜采用自然通风和机械通风方式。好的做法是安装单独的具有高效空气过滤功能的空调以调节室温、净化空气。在普通空调的实验室中安装超净工作台，也可以获得局部的高清洁度的工作空间。

⑦ 室内采光宜用柔和自然光或人工照明。

⑧ 避免使用含铅量较高的油漆装修，因为痕量的铅能抑制催化反应。地板要选用表面光滑、吸附性小的材料，以减少表面污染物的吸附并容易清洗。装修完之后，整个实验室应该彻底清洁，并用 0.5% 硫代硫酸钠溶液擦洗。

1.1.2 仪器设备

1.1.2.1 微量碘实验室

微量碘实验室所需必要的仪器设备列于表 1-1 中。

表 1-1 微量碘实验室仪器设备

仪器设备名称	精度技术指标	规 格	价格范围 (人民币)/元
消解仪	孔间温度 $<1^{\circ}\text{C}$	60 孔	5000~6000
超级恒温水浴	温度不均匀性 $<0.2^{\circ}\text{C}$	室温 -100°C ，体积 20L	4000~5000
分光光度计(带打印输出)	波长准确性 $\pm 0.5\text{nm}$ 波长重复性 $\leq 0.2\text{nm}$	波长范围 190~1100nm	8000~9000
电子天平	0.1mg	$>50\text{g}$	7000~8000

续表

仪器设备名称	精度技术指标	规 格	价格范围 (人民币)/元
纯水仪	电导率 $\leq 1.0\mu\text{S}/\text{cm}$		2.5 万~3.0 万
加样器	0.1 μl	10~100 μl	1000~1200
	1.0 μl	100~1000 μl	1200~1400
	5.0 μl	1000~5000 μl	1300~1500
连续加样器	0.1~5 μl	2~5000 μl	2500~3000
涡流混合器			1000~3000
冰箱	1 $^{\circ}\text{C}$	普通冰箱	2000~3000
干燥箱	$\pm 0.5^{\circ}\text{C}$	40~200 $^{\circ}\text{C}$	1500~2000
秒表	0.1s		100~200
温度计	分度值 1 $^{\circ}\text{C}$	-30~50 $^{\circ}\text{C}$	20~30
	分度值 0.1 $^{\circ}\text{C}$	0~50 $^{\circ}\text{C}$	20~30
	分度值 0.1 $^{\circ}\text{C}$	100~150 $^{\circ}\text{C}$	20~30
计算机			8000~10000
消耗品			
氯酸钾	分析纯		
高氯酸	优级纯		
硫酸	分析纯		
碘酸钾	基准试剂		
碘化钾	分析纯		
氯化钠	优级纯		
硫酸铈	分析纯		
三氧化二砷	分析纯		
耐热试管			
加样器头			

1.1.2.2 盐碘实验室

盐碘实验室所需必要的仪器设备列于表 1-2 中。

表 1-2 盐碘实验室仪器设备

仪器设备名称	精度技术指标	规 格	价格范围 (人民币)/元
电子天平	0.1mg	>50g	7000~8000
普通天平	±0.2g	0~200g	1000~1200
电磁炉			
加样器	0.1 μ l	10~100 μ l	1000~1200
	1.0 μ l	100~1000 μ l	1200~1400
	5.0 μ l	1000~5000 μ l	1300~1500
消耗品			
碘酸钾	基准试剂		
碘化钾	分析纯		
硫代硫酸钠	分析纯		
淀粉	分析纯		
碘量瓶		250ml	10~15
滴定管	0.1ml	50ml	50~60

1.1.2.3 促甲状腺激素检测实验室

促甲状腺激素检测实验室所需必要的仪器设备列于表 1-3 中。

表 1-3 促甲状腺激素检测实验室仪器设备

仪器设备名称	精度技术指标	规 格	价格范围 (人民币)/元
酶标仪	0.0007A	400~570nm	10 万~12 万
洗板机	液量差别<10%	八道、十二道	3 万~4 万
温浴振荡器	温差范围±0.3℃	0~1500r/min, 14~40℃	4 万~5 万
加样器	0.1 μ l	10~100 μ l	1000~1200
	1.0 μ l	100~1000 μ l	1200~1400
	5.0 μ l	1000~5000 μ l	1300~1500
八道加样器		50~300 μ l	2500~3000
计算机			7000~10000
消耗品			
检测试剂盒	最低检出限	960 人份/盒	5000~6000
加样器吸头			