

全国高等院校医学实验教学规划教材

# 预防医学实验

主编 王春平 张利平



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

# 预防医学实验

主 编 王春平 张利平  
副主编 唐云锋 邢 杰 吕军城 秦 浩  
编 委 (按姓氏笔画排序)  
王 飞 王在翔 石福艳 任艳峰  
刘成凤 孙广宁 李万伟 李兰花  
李金坤 李望晨 李清华 杨淑香  
吴学谦 吴洪涛 张光成 邵丽军  
周 健 崔 群 蔡 晓 翟 强  
翟庆峰

科学出版社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

## 内 容 简 介

本书是编者在多年讲授预防医学课程基础上完成的,系统阐述了预防医学的实验原理与技能。本书既包括预防医学实验的基本知识和技能,也包括创新和综合能力的培养。本书由上下两篇构成,上篇为预防医学基础验证性试验,涵盖第一章到第七章,重点培养学生的基本实验知识和技能;下篇为预防医学综合应用性实验,涵盖第八章到第九章,着眼于综合能力和综合素质的培养。

本书是针对各类医学院校的临床医学专业、护理专业、口腔专业等非预防医学专业本科生的预防医学教学需要而编写的,也适合教学、科研人员自学参考之用。

### 图书在版编目(CIP)数据

预防医学实验 / 王春平,张利平主编. —北京:科学出版社,2015.3

全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-043454-8

I. ①预… II. ①王… ②张… III. ①预防医学-实验-医学院校-教材

IV. ①R1-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第036295号

责任编辑:胡治国 杨鹏远 / 责任校对:张怡君

责任印制:李利 / 封面设计:范璧合

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

三河市骏杰印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2015年3月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015年3月第一次印刷 印张:14 1/4

字数:335 000

定价:38.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

# 全国高等院校医学实验教学 规划教材编委会

主任委员	管英俊			
副主任委员	王玉良	梁淑娟	李 伟	李 群
委 员	(按姓氏笔画排序)			
	王玉良	邓爱军	卢国华	成 敏
	孙业全	李 伟	李 群	陈 峰
	胡温庭	隽兆东	高志芹	高佃军
	梁淑娟	程乐森	管英俊	

## 前 言

医学是一门实验性极强的科学,医学实验教学在整个医学教育中占有极为重要的位置。地方医学院校承担着培养大批高素质应用型医学专门人才的艰巨任务,但目前多数地方医学院校仍然采用以学科为基础的医学教育模式,其优点是学科知识系统而全面,便于学生理解和记忆,该模式各学科之间界限分明,但忽略了各学科知识的交叉融合;实验教学一直依附于理论教学,实验类型单一,实验条件简单;实验教材建设落后于其他教学环节改革的步伐,制约了学生探索精神、科学思维、实践能力、创新能力的培养。

近年来,适应国家医学教育改革和医疗卫生体制改革的需要,全国大多数医学院校相继进行了实验室的整合,逐步形成了综合性、多学科共用的实验教学平台,从根本上为改变实验教学附属于理论教学、实现优质资源共享创造了条件。经过多年的探索和实践,以能力培养为核心,基础性实验、综合性实验和设计创新性实验三个层次相结合的实验课程体系,逐步得到全国高等医学院校专家学者的认可。

要实现新世纪医学生的培养目标,除实验室整合和实验教学体系改革外,实验教材建设与改革已成为当务之急。为编写一套适应于地方医学院校医学教育现状的实验教材,在科学出版社的大力支持下,“全国高等院校医学实验教学规划教材”编委会组织相关学科专业、具有丰富教学经验的专家教授,遵循学生的认识规律,从应用型人才培养的战略高度,以《中国医学教育标准》为参照体系,以培养学生综合素质、创新精神和实践创新能力为目标,依托实验教学示范中心建设平台,在借鉴相关医学院校实验教学改革经验的基础上,编写了这套实验教学系列教材。全套教材共八本,包括《人体解剖学实验》、《人体显微结构学实验》、《细胞生物学实验》、《医学机能实验学》、《分子医学课程群实验》、《临床技能学实训》、《预防医学实验》和《公共卫生综合实验》。

本套系列教材力求理念创新、体系创新和模式创新。内容上遵循实验教学逻辑和规律,按照医学实验教学体系进行重组和融合,分为基本性实验、综合性实验和设计创新性实验等3个层次编写。基本性实验与相应学科理论教学同步,以巩固学生的理论知识、训练实验操作能力;综合性实验是融合相关学科知识而设计的实验,以培养学生知识技能的综合运用能力、分析和解决问题的能力;设计创新性实验又分为命题设计实验和自由探索实验,由教师提出问题或在教师研究领域内学生自主提出问题并在教师指导下由学生自行设计和完成的实验,以培养学生的科学思维和创新能力。

本系列教材编写对象以本科临床医学专业为主,兼顾预防医学、麻醉学、口

腔医学、影像医学、护理学、药学、医学检验技术、生物技术等医学及医学技术类专业需求。不同的专业可按照本专业培养目标要求和专业特点,采取实验教学与理论教学统筹协调、课内实验教学和课外科研训练相结合的方式,选择不同层次的必修和选修实验项目。

由于医学教育模式和实验教学模式尚存在地域和校际之间的差异,加上我们的理念和学识有限,本套系列教材编写可能存在偏颇之处,恳请同行专家和广大师生指正并提出宝贵意见。

“全国高等院校医学实验教学规划教材”编委会

2014年7月

# 目 录

## 上篇 预防医学基础验证性试验

<b>第一章 实验室管理与质量控制</b> .....	(1)
第一节 实验室管理 .....	(1)
第二节 质量控制 .....	(3)
<b>第二章 样品的采集、保存和处理</b> .....	(11)
第一节 样品采集、保存与运输的原则 .....	(11)
第二节 空气样品的采集与处理 .....	(13)
第三节 水样的采集、保存与处理 .....	(17)
第四节 土壤样品的采集与处理 .....	(20)
第五节 食品样品的采集、保存与处理 .....	(22)
第六节 生物材料的采集与处理 .....	(28)
<b>第三章 环境卫生评价</b> .....	(34)
第一节 大气中二氧化硫的测定 .....	(34)
第二节 室内空气中甲醛的测定 .....	(36)
第三节 气象条件的测定 .....	(38)
第四节 饮水消毒 .....	(48)
第五节 水中“三氮”的测定 .....	(49)
第六节 化学需氧量和五日生化需氧量( $BOD_5$ )的测定 .....	(53)
第七节 水的细菌学检验 .....	(59)
<b>第四章 营养与食品卫生</b> .....	(63)
第一节 食物中总氮的测定 .....	(63)
第二节 食物中还原性抗坏血酸的测定 .....	(65)
第三节 食物中核黄素的测定 .....	(66)
第四节 食物中脂肪、脂肪酸的测定 .....	(69)
第五节 食物中钙、铁、锌、铅、砷的测定 .....	(71)
第六节 食品中合成色素的测定 .....	(78)
第七节 食品中亚硝酸盐的测定(可见分光光度法) .....	(80)
第八节 食品中有机磷农药残留量的测定 .....	(84)
第九节 白酒中甲醇和杂醇油的测定 .....	(85)
<b>第五章 职业卫生评价</b> .....	(91)
第一节 尿铅含量的测定(二硫脲分光光度法) .....	(91)
第二节 生产环境空气中苯系物的测定 .....	(92)

第三节	粉尘浓度及分散度测定	(96)
第四节	尘肺 X 线胸片阅读	(102)
第五节	噪声测量及听力测定	(106)
第六节	振动的测量及评价	(110)
第七节	射频辐射的测量	(116)
第六章	社区预防保健策略和技能	(119)
第一节	社区诊断实例分析	(119)
第二节	临床实践中健康传播技能模拟实验	(123)
第三节	冠心病健康危险因素的收集、评估与干预案例讨论	(127)
第四节	健康教育项目设计、实施及评价	(129)
第五节	健康促进策略与社区健康管理实践与评价	(131)
第七章	医学统计分析方法与技术	(134)
第一节	数值变量资料的统计分析	(134)
第二节	分类变量资料的统计分析	(139)
第三节	秩和检验	(142)
第四节	直线相关与回归	(144)
第五节	常用统计软件应用简介	(146)
第六节	SPSS 软件实例演示	(153)

## 下篇 预防医学综合应用性实验

第八章	预防医学应用性实验	(158)
第一节	城市交通对大气环境质量影响的调查与评价	(158)
第二节	住宅室内空气质量调查与评价	(164)
第三节	生活饮用水水质检测和卫生学评价	(171)
第四节	地方性氟中毒防治实践案例分析	(173)
第五节	碘缺乏病防治实践案例分析	(176)
第六节	食谱编制	(179)
第七节	膳食调查	(184)
第八节	作业环境粉尘的测量与评价	(187)
第九节	城市公交车噪声及细菌污染情况检测	(189)
第九章	公共卫生危机管理	(191)
第一节	突发公共卫生事件的现场调查与处置	(191)
第二节	临床医生在突发公共卫生事件应急处置中的职责与自我保护	(195)
第三节	环境污染案例分析	(199)
第四节	食物案例讨论	(201)
第五节	职业中毒案例讨论	(202)
附录		(205)
附录一	实验报告的撰写与格式	(205)
附录二	食物成分表	(207)



# 上篇 预防医学基础验证性试验

## 第一章 实验室管理与质量控制

实验室是专门从事检验检测工作的实体,是负责质量检验工作的专门技术机构,承担着各种检验检测任务。实验室出具的检测报告事关国计民生,因此,检测结果始终保持真实性和准确性。这就要求实验室检测的全过程严格执行国家颁布的各类检测技术规范和分析方法标准、遵守分析检测程序和质量管理要求。实验室要建立起相应的实验室管理与质量控制制度,建立质量管理体系,通过国家实验室认可委员会认可的实验室是实现上述要求的可靠保证。预防医学的实践性强,预防医学专业学生在学习各项操作技能的同时,要了解实验室管理与质量控制方面的知识,养成良好的实验室工作习惯。

### 第一节 实验室管理

#### 一、实验室质量管理体系

实验室应建立完善的实验室质量管理体系,根据实验室质量方针和质量目标,建立、实施和保持与其活动范围相适应的管理体系,将其政策、制度、计划、程序和指导制订成文件,并达到确保实验室检测和(或)校准结果质量所需的要求。所谓实验室质量管理体系可理解为:把影响报告/证书质量的各技术、管理、资源等因素在质量方针指导下,进行系统性的优化整合,成为相互协调的有机整体,为达到质量目标而努力。

完善的实验室质量管理体系由组织机构、程序、过程和资源四部分组成。

1. 组织机构 是指某单位为实施其管理而设置的组织结构。实验室的组织结构要按其工作范围、工作方式、工作量、资源配备、管理要求等情况进行设置。设置组织结构时要明确实现目标所需工作的管理职能,明确管理的层次,根据工作范围、工作方式及资源配置情况,明确各部门职能构成,明确各部门职、责、权及部门的隶属关系和协作联系方式。实验室在组织结构设置时要设立专职的质量管理部门(或岗位),落实质量职责,确保职责文件化,明确与检测/校准有关的各项质量活动(直接/间接)及控制要求。

2. 程序 是指完成某项活动所规定的方法。程序应加以文件化。实验室要对影响报告质量的各项质量活动(直接和间接)规定相应的程序。程序文件的描述要按质量手册中有关要素(一个或一组)所确定的原则加以展开。相关的程序文件之间要处理好协调和衔接关系。

3. 过程 是指将输入转化为输出的一组相关联的资源 and 活动。质量管理体系建立过程中要明确体系所涉及的所有过程及相互间的关系。

4. 资源 包括技术资源、物质资源、组织资源、人才资源、信息资源等。实验室在充分

利用各类资源时,应考虑到:人员素质提高;设备、仪器、设施维护、添置和更新;测试技术、测试方法、标准发展动态的有关信息跟踪研究。

## 二、实验室计量认证和认可

为保障实验室检测分析结果的准确性和可靠性,要求实验室进行计量认证、实验室认可等。计量认证是资质认定的一种形式,是指国家认证认可监督管理委员会和各省、自治区、直辖市人民政府质量技术监督部门,依据《中华人民共和国计量法》对实验室的基本条件和能力是否符合法律、行政法规规定以及相关技术规范或者标准实施的评价和承认活动。经计量认证后的实验室出具的检测分析数据,在贸易、产品质量评价和成果鉴定等方面具有法律效应。计量认证是实验室各种资质认证的前提条件。实验室认可是指权威机构对实验室有能力进行规定类型的检测和(或)校准所给予的一种正式承认。实验室认可,全称是 ISO/IEC17025《检测和校准实验室能力的通用要求》。简称“ISO17025”中国实验室国家认可委员会(CNAS)是我国唯一的实验室认可机构,承担全国所有实验室的 ISO17025 标准认可。所有的校准和检测实验室均可采用和实施 ISO17025 标准,按照国际惯例,凡是通过 ISO17025 标准的实验室提供的数据均具备法律效应,得到国际认可。实验室通过 ISO17025 标准认证,通过标准的贯彻,提高了实验数据和结果的精确性,扩大了实验室的知名度,从而大大提高了经济和社会效益。ISO17025 标准主要包括:定义、组织和管理、质量体系、审核和评审、人员、设施和环境、设备和标准物质、量值溯源和校准、校准和检测方法、样品管理、记录、证书和报告、校准或检测的分包、外部协助和供给、投诉等内容。该标准中核心内容为设备和标准物质、量值溯源和校准、校准和检测方法、样品管理,这些内容重点是评价实验室校准或检测能力是否达到预期要求。

## 三、实验室安全管理

实验室安全管理是实验室工作正常进行的基本保证。各个实验室会根据具体情况制订实验室安全管理制度。大体包括以下基本要点:

(1) 进入实验室工作时,必须穿工作服,离开实验室时应脱下。工作服应经常保持整洁,禁止穿工作服进入公共场所。在进行任何有可能碰伤、刺激或烧伤眼睛的工作时,必须戴防护眼镜。经常接触浓酸、浓碱的工作人员,应戴胶皮手套及工作帽。试样加工操作时不得戴手套。

(2) 禁止在实验室内吸烟及吃东西。不准用试验器皿作茶杯或餐具,不得用嘴尝味道的方法来鉴别未知物。工作完毕后离开实验室时应用肥皂洗手。

(3) 实验室停止供电、供水时应将水源、电源开关全部关上,以防恢复供电、供水时由于开关未关而发生事故。离开实验室时应检查门、窗、水、电、气是否安全及关闭,并做好安全检查记录。

实验室要做好防火、防触电等工作,配备灭火器等消防器材;加强安全保卫工作,非工作人员不得进入实验室内。使用电器设备要防止用湿润的手去开启电闸和电器开关。定期检查电器、电线路,防止漏电、触电。

(4) 实验室内的试剂必须贴有明显的与试剂相符的标签,并标明试剂名称、浓度及配制日期或标定日期。

(5) 开启易挥发的试剂瓶(如乙醚、丙酮、浓硝酸、浓盐酸、浓氨水)时,尤其是在夏季或室温较高时,应先用流水冷却后盖上湿布再打开,切不可将瓶口对着自己或他人,以防气液冲出发生事故。

(6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅到皮肤和衣服上。用浓硝酸、盐酸、高氯酸等应在通风柜中操作。

(7) 使用易燃有机溶剂(乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等)时,要远离火焰和热源,且用后应倒入回收瓶中回收,不准倒入水槽中,以免造成污染。

(8) 使用毒性较大的汞盐、钡盐、铬盐、三氧化二砷、氰化物以及硫化氢气体时,要特别小心。由于氰化物与酸作用,放出的HCN气体有剧毒,因此,严禁在酸性介质中加入氰化物。

(9) 使用易燃易爆气体(如氢气、乙炔等)时,要保持室内空气流通,严禁明火、火星。严防敲击电器的开关等所产生的火花,有些机械搅拌器的电刷产生火花。禁止在此环境内使用移动电话。

(10) 取下正在加热至近沸的水或溶液时,应用玻璃棒进行搅拌,驱除气泡,或用烧杯夹将其轻轻摇动后方可取下,防止突然产生大气泡并飞溅伤人。煮沸有大量沉淀的液体时应用玻璃棒不断搅拌,以免发生爆沸。

(11) 高温物体(例如刚由高温炉中取出的坩埚和瓷盘要放在干净的耐火石棉板)上或瓷盘中,附近不得有易燃物。需称量的坩埚待稍冷后方可移至干燥器中冷却。

(12) 从橡皮塞上装拆玻璃管或折断玻璃管时,必须包上毛巾,并着力于靠近橡皮塞或折断处。

(13) 定期检查,发现不安全因素,及时向有关部门反映,及时整改。实验室要制定安全事故应急预案,如发生事故,按规程进行应急处理。

(邵丽军)

## 第二节 质量控制

检测/校准结果的质量是实验室始终关注的重点,实验室建立管理体系并使之有效运行,其目的就是为了确保检测/校准的质量。但影响检测报告质量的因素又是很多的,在检测/校准过程中由于诸多因素的变化会使得检测质量不可能始终是恒定的,检测质量可能发生突然变化或渐渐发生变化,这种变化如超出标准、规范的要求限度,将会给检测/校准质量带来风险。对检测质量的这种变化如没有以有效的手段进行控制,只能在这种变化发生很久以后才会被发现,而这时可能已经给检测/校准带来较大影响或损失。因此,必须采取适时监控的方法,发现突变或渐变的质量下降。其控制方法可以通过对数据的监视和分析,连同纠正措施,包括使用核查标准,控制图或其他等效内容,使测量过程能连续地保持在准确度受控的规定范围之内。

在实验室的管理中,强调对各个过程处于受控状态,但受控不等于没有变异,即使在相同条件下的每次测量也有差异,所以变异是客观存在的。变异有其统计规律,一般分正常变异(即受控状态下的变异)和异常变异。正常变异是不可避免的,尽管多种因素控制得很好,检测结果也有离散。正常变异是找不出原因的,也没有必要去找,可以用不确定度来表

示其变化区间;异常变异是人、机、样、法、环、溯的一个或几个因素发生变化引起的,这正是质量控制的对象。在检测过程中,不是不允许出现变异,而是要控制它,强调找出原因,针对原因采取改进措施(纠正和预防措施)。

为确保检测结果的有效性,实验室应有质量控制程序和质量控制计划,以监控检测/校准工作的全过程。实验室质量控制是指为将分析测试结果的误差控制在允许限度内所采取的控制措施。它包括实验室内质量控制和实验室间质量控制两部分内容。实验室间质量控制包括分发标准样对诸实验室的分析结果进行评价、对分析方法进行协作实验验证、对加密码样进行考察等。它是发现和消除实验室间存在的系统误差的重要措施。它一般由通晓分析方法和质量控制程序的专家小组承担。本章节重点介绍实验室内质量控制。

## 一、质量控制的基本要素

1. 人员 实验室人员(操作设备、从事检测、质量监督、复核)必须经过培训并考核合格,确保其有相应的能力。使用在培人员时,应对其安排适当的监督。对从事特定工作的人员,应按要求取得资格证。

2. 仪器设备 实验室应配备正确进行检测所要求的所有检测设备。检测设备要有唯一性编号。对于关系到检验结果的仪器设备要求定期进行检定/校准,包括天平、温度计、各种分光光度计、气相液相色谱仪、酶标仪等等。计量仪器要贴相应的三色标志。绿色代表检定合格,黄色代表准用或者限制使用,红色表示停用。标志的内容包括仪器编号、检定日期、下次检定日期等。在两次检定/校准周期之间至少进行一次期间核查。核查项目有零点检查、灵敏度、准确度、分辨率、测量重复性、标准曲线线性、仪器内置自校检查、标准物质或参考物质测试比对等。仪器应由专人保管和使用,制定仪器的维护计划,定期校正和维护,填写维护记录,及时发现仪器设备出现的故障,并进行维修,使之处于正常工作状态。

3. 玻璃量具 实验室应定期对实验用玻璃量器进行随机抽检。一般从外观和容量允差两方面检查。

(1) 外观:外观无缺陷(气泡、结石、节瘤)、破损;分度线和度量数值清晰、完整、耐久;玻璃量器应具有厂家或商标、标准温度(20℃)、型式标记(量入式用“*In*”,量出式用“*Ex*”,吹出式用“吹”或“*Blow out*”)、等待时间、总容量和单位、准确度等级(A或B,未标注的按B级处理)等标记。

(2) 容量允差:一般采用衡量法,检查原理是称量一定体积水的重量,根据当时温度查表得到修正值,水的重量和修正值的积与已知体积相比,看误差是否在允许范围内。详见《JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程》介绍。

4. 实验室用水 实验室用水分三级,一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验,如高效液相色谱分析用水。二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。三级水用于一般化学分析试验。具体要求和检验方法见《GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法》。微生物要求不是很高,三级水(蒸馏水)或无菌水就可以。

5. 检测方法 实验室使用的检测方法必须是以国家发布的标准方法为首选。质量管理部门和实验室应随时对标准跟踪查新,确认使用现行有效的方法。使用其他检验方法,必须通过质量管理部门评审通过才能使用。

6. 实验室环境条件控制 实验室的标准温度为  $20^{\circ}\text{C}$ , 一般温度应在  $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。实验室内的相对湿度一般应保持在  $50\% \sim 70\%$ 。实验室的噪音、防震、防尘、防腐蚀、防磁与屏蔽等方面的环境条件应符合在室内开展的检测项目和所用检测仪器设备对环境条件的要求, 室内采光应利于检测的进行。理化实验室要防止易挥发试剂对实验项目的污染, 如氨水-空气中氨的测定。微生物实验室还需定期监测空气中的颗粒物和细菌等。

7. 试剂 化学试剂的质量是直接影响实验质量的因素之一。实验室所用试剂要符合国家标准和化工部行业标准。试剂标签上应注有名称(包括俗名)、类别、产品标准、含量、规格、生产厂家、出厂批号(或生产日期); 有的试剂还应标明保质期。检验人员要定时检查, 以保证试剂包装完好、标签完整、字迹清楚。固体试剂应无吸湿、潮解现象; 液体试剂应无沉淀物, 否则, 就应检查试剂的密封情况。生物试剂一般要求低温保存, 而且要注意保质期。

试剂溶液的配制一般根据标准检测方法中的要求进行配置, 另外还可以按照《GB/T 601-2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备》、《GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备》、《GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备》标准配置。标准滴定溶液和杂质测定用标准溶液在常温 ( $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$ ) 下, 保存期一般为两个月。所有溶液出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时, 应重配。

8. 标准物质 在预防医学领域, 大部分分析检测工作采用的是化学分析法, 通常的检验由取样、样品处理和测定组成。其中的称量、定容涉及定值的准确性; 样品浓缩、消化、分离、萃取、掩蔽等操作, 涉及反应是否完全和被测物形态是否改变。除了重量法、容量法和库仑法外, 大部分仪器分析都采用相对比较法测量, 在建立校准曲线时可能会引进误差, 同时还必须注意由于标准溶液与样品溶液基体不同引起的分析误差, 即基体效应。这些因素的改变都可能引起化学测试中被测物质量值溯源链的破坏。用具有良好溯源性的已知量值的标准物质, 可起到传递标准的作用。

实验室要定期对标准物质进行核查。实验室的标准物质大多指开了封正在使用的标准溶液, 未开封的不用核查。用新开封的标准溶液和正在使用的标准溶液同时对已知浓度  $C$  的有证质控样进行测量。新开封的标准溶液测量值  $C_1$  在  $C$  的不确定度范围内说明该测量操作过程正确无误。正在使用的标准溶液测量值  $C_2$  在  $C$  的不确定度范围内, 说明该标准使用液合格; 否则就弃用该标准使用液, 使用新的标准溶液或配制标准溶液。

9. 样品的采集、管理和检测 按照国家标准编制样品采集、封存运输、交接验收、留样保存的程序。每一个过程要有详细记录, 如采样地址、现场环境条件、采样布点示意图、采样容器、采样介质、采样数量、样品唯一性标志、样品运输时间和条件、样品交接和验收记录以及样品保留数量、入库时间和保存条件等。采样人员必须经培训考核, 持证上岗。现场采样设备在领用前或用毕返回时必须对其性能是否满足检测要求进行核查或校准, 并有详细记录。实验室应配备符合样品保存要求的样品库, 以避免样品在检验或保存过程中发生丢失、变质、损坏或交叉污染。

采集的样品要在保质期前完成检测。检测人员在检测样品前, 要检查样品的性状是否合格。样品检测过程严格按照标准进行。

## 二、质量控制的常用方法

实验室内质量控制的常用方法包括空白试验、平行试验、校准曲线的核查、加标回收试

验以及使用质量控制图等。它是实验室分析人员对测试过程进行自我控制的过程。

1. 空白试验 每次测定样品时必须同时进行空白试验。空白试验又称空白对照试验,是指采用与正式试验相同的器具、试剂和操作分析方法,对一种假定不含待测物质的空白样品进行分析。空白试验测得的结果称为空白试验值。在进行样品分析时所得的值减去空白试验值得到最终分析结果。空白试验值反映了测试仪器的噪声、试剂中的杂质、环境及操作过程中的沾污等因素对样品测定产生的综合影响,直接关系到测定的最终结果的准确性。空白试验值低,数据离散程度小,分析结果的精度随之提高,它表明分析方法和分析操作者的测试水平较高。当空白试验值偏高时,应全面检查试验用水、试剂、量器和容器的沾污情况、测量仪器的性能及试验环境的状态等,以便尽可能地降低空白试验值。

2. 平行试验 每次测定样品时必须同时进行平行试验。平行试验是同一批取两个以上相同的样品,以完全一致的条件(包括温度、湿度、仪器、试剂,以及试验人)进行试验,看其结果的一致性,两样品间的误差是有国标或其他标准要求的。其作用是防止偶然误差的产生,是判断检测精密度和同批检测稳定性的常用方法。

3. 校准曲线 每次测定样品时必须做校准曲线。校准曲线包括工作曲线和标准曲线。如果模拟被分析物质的成分,并与样品完全相同的分析处理,然后绘制的校准曲线称为工作曲线。工作曲线是曲线和样品的测定步骤完全一样,即需要预处理。标准曲线不需对样品做预处理,是用已知的不同浓度标准液,测量其对应的信号值,根据浓度与信号值绘制标准曲线,如常用的光密度-浓度标准曲线。在制备标准曲线时,标准液浓度的选择一般应能包括待测样品的可能变异最低与最高值,一般可选择5种浓度。比色时,读取光密度至少2~3次,求其平均值,以减少仪器不稳定所产生的误差;一般应做2次或3次以上的平行测定。重复性良好曲线方可应用。绘制好的标准曲线只能供以后在相同条件下操作测定相同物质时使用。当更换仪器、移动仪器位置、调换试剂及室温有明显改变时,标准曲线需重新绘制。

校准曲线应与样品测定同时进行,求出校准曲线的回归方程式,计算相关系数( $r$ )。相关系数 $r$ 应大于或等于0.999,否则应找出影响校准曲线线性关系的原因,并尽可能加以纠正,重新测定及绘制新的校准曲线。利用校准曲线的响应值推测样品的浓度值时,其浓度应在所作校准曲线的浓度范围内,不得将校准曲线任意外延。

4. 加标回收试验 加标回收试验是分析测试中常用的实验方法,也是重要的质控手段。在样品检测过程中,同时取2份样品,一份加入定量的标准物质进行平行检测。加标回收率( $P$ )是判定分析结果准确度的量化指标。按下式计算:

$$\text{加标回收率}(P) = \frac{\text{加标试样测定值} - \text{试样测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%$$

加标回收率通常要求在90%~110%,回收率越接近100%表示方法越准确。加标回收试验应掌握的基本原则:

(1) 平行原则:样品与加标样同时按同一操作步骤和方法测定,保证实验条件一致。为提高准确度,样品和加标样可分别进行平行测试。

(2) 可比原则:加标样中原始样品的取样体积、稀释倍数及测试体积,尽可能与样品测试时一致。

(3) 相近原则:加标量应与样品中相应待测物含量相近,一般为试样含量的0.5~2倍,加标后的总量不超过测定上限,如含量小于检出下限时,可按检出限量加标。

(4) 不变原则:加标物的浓度宜高,加标体积宜小,一般不超过原始试样体积的 1%,保持样品的基体不变。

(5) 适用原则:容易实施,便于回收率计算。

5. 实验室内质量控制图 实验室内质量控制图是监测常规分析过程中可能出现误差,控制分析数据在一定的精密度范围内,保证常规分析数据质量的有效方法。质量控制图的基本理论由 Shewhart 建立,并于 20 世纪 30 年代初发表了专著。控制图的基本建设认为每个分析方法过程都存在着随机误差和系统误差。收集某一指标的标准样多次分析数据,以实验结果为纵坐标,实验次序为横坐标,均值为中心线。以均值的标准差定出警告限(WL)和控制限(CL),其基本形式如图 1-1 所示。一般认为,如果分析结果位于警告限或控制限之内,说明分析工作处于控制状态,否则就是失去控制。使用控制图时,偶尔有一个测定结果越出警告限(如在 20 次内仅有 1 次),仍可认为测定误差正常。频繁的越出警告限,说明分析系统的随机误差变大,有时分析结果虽未越出警告限,但结果连续分布在均值的一侧,由于正常误差应随机分布在均值两侧,这说明分析中存在着系统因素的影响。

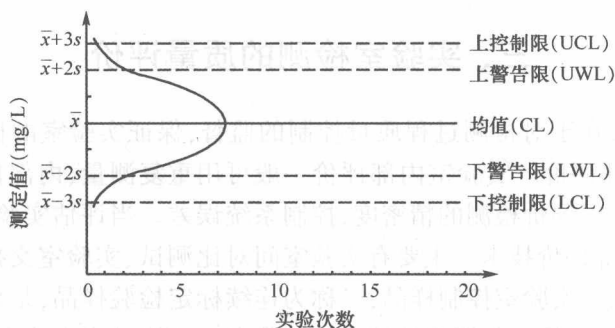


图 1-1 质量控制图基本形式

控制图的绘制和使用,需要一个相应的标准溶液或标准样品,它的浓度和稳定性都应经过证实。

精密控制图有平均值控制图、均数-极差控制图、多样控制图等。以水分析平均值控制图为例。

(1) 对质量控制水样的要求如下:①组成应与分析样品相似,通常是模仿样品的基本组成,以纯化学试剂加入纯水中配制而成;②有良好的均匀性和稳定性,质量控制水样一般要调整 pH,加保存剂,灭菌,封存,稳定时间一般要求半年以上;③质量控制水样中待测成分的浓度应尽量与分析样品相近,当分析样品的浓度波动不大时,可配制一个中等浓度的控制样品,如果分析样品中浓度变化范围很宽,则可配制高浓度和低浓度两种或两种以上的控制样品。

(2) 使用质量控制水样的要求如下:①分析方法应与分析样品的相同;②与分析样品同步(同时)分析;③绘制控制图,至少需累积控制水样 20 次重复实验数据,但不应同时一次完成,应在短期内间断进行(如每天分析 1~2 次)。

平均值控制图是一种最简单的控制图,它根据质量控制水样 20 次以上单次测定值算出均值  $\bar{x}$  和标准差  $s$ ,然后作图。在测量样品时,同时测定一个质量控制水样,将此单次测定值画在控制图上,以判断分析过程的稳定性,如图 1-2 所示。

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (n \geq 20)$$

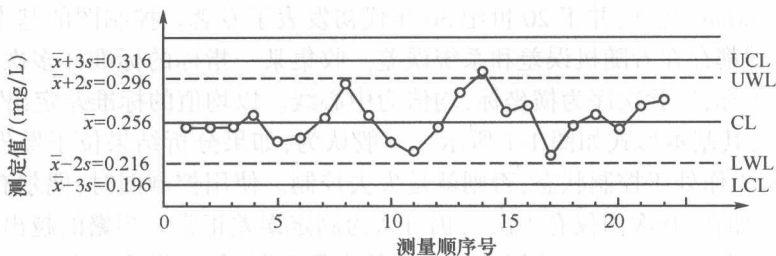


图 1-2 水样精密度控制图

### 三、实验室检测的质量评价

质量评价的意义在于对检测过程质量控制的监督,保证实验室的检测数据的准确性。包括内部评价和外部评价。实验室内部评价一般可用重复测量、内部控制样品、交换操作者、交换仪器等方法,以评价检测的精密度,控制系统误差。当评估实验室内部系统误差出现困难时,可采用外部评价技术。主要有实验室间对比测试、实验室交换样品测试,分析外部标准品或控制样品。实验室控制样品,又称为连续标定检验样品,是可重复测定的试剂、水或其他空白物质,用以检查仪器系统校正控制状态。应用时应在浓度接近校正范围的中点附近选择实验室控制样品用于仪器分析,尤其怀疑仪器漂移时使用。

#### (一) 测量误差评价

测量结果与真实值的差值称为测量误差,简称误差。误差越小,其测量结果越准确。但在实际检测过程中,不可避免地存在影响检测结果的因素,因而,测量误差是客观存在的,实验室通过质量控制将误差减少到允许范围内。误差又分为随机误差和系统误差。

1. 随机误差 又称偶然误差,是指测量结果与同一待测量的大量重复测量的平均结果之差。它的特点是大小和方向都不固定,也无法测量或校正。随机误差的性质是:随着测定次数的增加,正负误差可以相互抵偿,误差的平均值将逐渐趋向于零,因此可以通过增加平行测定次数取平均值的方法来减少随机误差。

2. 系统误差 又称做规律误差。它是在一定的测量条件下,对同一个被测值进行多次重复测量时,误差值的大小和符号(正值或负值)保持不变;或者在条件变化时,按一定规律变化的误差。系统误差是分析过程中某些固定原因引起的一类误差,它具有重复性、单向性、可测性。即在相同的条件下,重复测定时会重复出现,使测定结果系统偏高或系统偏低,其数值大小也有一定的规律。例如,测定的结果虽然精密度不错,但由于系统误差的存在,导致测定数据的平均值显著偏离其真值。如果能找出产生误差的原因,并设法测定出其大小,那么系统误差可以通过校对的方法予以减少或者消除,系统误差是定量分析中误差主要来源。



定量分析中根据误差的来源可分为方法误差、仪器误差、试剂误差以及操作误差等。

(1) 方法误差:方法误差是由分析方法本身不完善或选用不当所造成的。如重量分析中的沉淀溶解、共沉淀、沉淀分解等因素造成的误差;容量分析中滴定反应不完全、干扰离子的影响、指示剂不合适、其他副反应的发生等原因造成的误差。

(2) 试剂误差:试剂误差是由试剂不符合要求而造成的误差,如试剂不纯等。试剂误差可以通过更换试剂来克服,也可以通过空白试验测知误差的大小并加以校正。

(3) 仪器误差:仪器误差是由于仪器不够准确造成的误差。例如,天平的灵敏度低,砝码本身重量不准确,滴定管、容量瓶、移液管的刻度不准确等造成的误差。因此,使用仪器前应对仪器进行校正,选用符合要求的仪器;或求出其校正值,并对测定结果进行校正。

(4) 操作误差:由于分析者操作不符合要求造成的误差叫操作误差。例如,检验者对滴定终点颜色改变的判断有误,或未按仪器使用说明正确操作等所引起的误差。

## (二) 精密度评价

精密度是指在相同条件下,同一试样的重复测定值之间的符合程度,它是反映随机误差大小的一个量,测定值愈集中,测定精密度愈高;反之,测定值愈分散,测定精密度愈低。精密度常用偏差来表示,包括绝对偏差、相对偏差、平均偏差、相对平均偏差、标准差、相对标准差等。

## (三) 准确度评价

准确度是定量测定的必要条件,因此涉及定量测定的检测项目均需要验证准确度,如含量测定、杂质定量试验等。准确度是指测得值与真实值之间相符合的程度。准确度的高低常以误差的大小来衡量,即误差越小,准确度越高,误差越大,准确度越低。在实际工作中,通常用标准物质或标准方法进行对照试验,在无标准物质或标准方法时,常用加入被测组分的纯物质进行回收试验来估计和确定准确度。在误差较小时,也可通过多次平行测定的平均值作为真值  $\mu$  的估计值。

提高分析结果准确度的方法有:

1. 选择合适的分析方法 根据组分含量及对准确度的要求,在可能的条件下选择最佳的分析方法。

2. 增加平行测定次数 增加平行测定次数可以抵消偶然误差。在一般分析测定中,测定次数为3~5次,基本上可以得到比较准确的分析结果。

3. 减小测量误差 分析天平引入 $\pm 0.0002\text{g}$ 的绝对误差,滴定管完成一次滴定会引入 $\pm 0.02\text{ml}$ 的绝对误差。

当被测量的差值大小相近时,常用绝对误差进行比较;当被测量的差值较大时,通常用相对误差才能进行有效比较。但由于偶然误差情况不确定,即数据不一定都集中于真实值附近,可能是分散的。故测量的准确度高不一定代表测量的精密度高。准确度高要求精密度也要高,精密度是保证准确度的先决条件。对于一个理想的分析方法与分析结果,既要求有好的精密度,又要求有好的准确度。

## (四) 精确度评价

测量的精确度是指测量数据集中于真实值附近的程度。测量的精确度高,说明测量的平均值接近真实值,且各次测量数据又比较集中,即测量的系统误差和精密度偶然误差都