



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材

供卫生检验与检疫专业用

卫生检验检疫实验教程： 卫生理化检验分册

主编 高 蓉

副主编 徐向东 邹晓莉



人民卫生出版社



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材

供卫生检验与检疫专业用

卫生检验检疫实验教程： 卫生理化检验分册

主编 高 蓉

副主编 徐向东 邹晓莉

编者 (以姓氏笔画为序)

王 丽(包头医学院)

刘国良(吉林大学)

李永新(四川大学)

杨慧仙(南华大学)

肖 琴(中山大学)

吴 磊(武汉科技大学)

邹晓莉(四川大学)

陈漫霞(广东药学院)

周 颖(复旦大学)

赵鸿雁(南京医科大学)

贾 燕(重庆医科大学)

徐向东(河北医科大学)

高 蓉(南京医科大学)

燕小梅(大连医科大学)

秘书 赵鸿雁(兼)

人民卫生出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

卫生检验检疫实验教程：卫生理化检验分册/高蓉

主编. —北京：人民卫生出版社，2015

ISBN 978-7-117-20220-6

I. ①卫… II. ①高… III. ①卫生检验—医学院校—教材 ②卫生检疫—医学院校—教材 IV. ①R115 ②R185

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 017790 号

人卫社官网 www.pmph.com 出版物查询，在线购书
人卫医学网 www.ipmph.com 医学考试辅导，医学数据库服务，医学教育资源，大众健康资讯

版权所有，侵权必究！

卫生检验检疫实验教程：卫生理化检验分册

主 编：高 蓉

出版发行：人民卫生出版社（中继线 010-59780011）

地 址：北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编：100021

E - mail：pmph @ pmph.com

购书热线：010-59787592 010-59787584 010-65264830

印 刷：北京市卫顺印刷厂

经 销：新华书店

开 本：787×1092 1/16 **印张：**16

字 数：399 千字

版 次：2015 年 3 月第 1 版 2015 年 3 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号：ISBN 978-7-117-20220-6/R · 20221

定 价：29.00 元

打击盗版举报电话：010-59787491 **E-mail：**WQ @ pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社市场营销中心联系退换)

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材出版说明

为了进一步促进卫生检验与检疫专业的人才培养和学科建设,以适应我国公共卫生建设和公共卫生人才培养的需要,全国高等医药教材建设研究会于2013年开始启动卫生检验与检疫专业教材的第2版编写工作。

2012年,教育部新专业目录规定卫生检验与检疫专业独立设置,标志着该专业的发展进入了一个崭新阶段。第2版卫生检验与检疫专业教材由国内近20所开办该专业的医药卫生院校的一线专家参加编写。本套教材在以卫生检验与检疫专业(四年制,理学学位)本科生为读者的基础上,立足于本专业的培养目标和需求,把握教材内容的广度与深度,既考虑到知识的传承和衔接,又根据实际情况在上一版的基础上加入最新进展,增加新的科目,体现了“三基、五性、三特定”的教材编写基本原则,符合国家“十二五”规划对于卫生检验与检疫人才的要求,不仅注重理论知识的学习,更注重培养学生的独立思考能力、创新能力和实践能力,有助于学生认识并解决学习和工作中的实际问题。

该套教材共18种,其中修订12种(更名3种:卫生检疫学、临床检验学基础、实验室安全与管理),新增6种(仪器分析、仪器分析实验、卫生检验检疫实验教程:卫生理化检验分册/卫生微生物检验分册、化妆品检验与安全性评价、分析化学学习指导与习题集),全套教材于2015年春季出版。

第2届全国高等学校卫生检验与检疫专业 规划教材评审委员会

主任委员：裴晓方（四川大学）

副主任委员：和彦苓（包头医学院）
康维钧（河北医科大学）
吕昌银（南华大学）

委员（排名不分先后）：

孙成均（四川大学）
毋福海（广东药学院）
陈廷（济宁医学院）
孙长颢（哈尔滨医科大学）
邱景富（重庆医科大学）
姚余有（安徽医科大学）
吕斌（华中科技大学）
陆家海（中山大学）
张加玲（山西医科大学）
李磊（南京医科大学）
李娟（吉林大学）
高希宝（山东大学）
罗萍（成都中医药大学）
程祥磊（南昌大学）
左云飞（大连医科大学）
周华芳（贵阳医学院）
张凯（济宁医学院）
贾天军（河北北方学院）
梅勇（武汉科技大学）
江新泉（泰山医学院）
于学杰（山东大学）
许文波（中国疾病预防控制中心）
杨大进（中国疾病预防控制中心）

秘书：汪川（四川大学）

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材目录

1. 分析化学(第2版)	主编 母福海 副主编 赵云斌 副主编 周 彤 副主编 李华斌	10. 免疫学检验(第2版)	主编 徐顺清 主编 刘衡川 副主编 司传平 副主编 刘 辉 副主编 徐军发
2. 分析化学实验(第2版)	主编 张加玲 副主编 邵丽华 副主编 高 红 副主编 曾红燕	11. 临床检验基础(第2版)	主编 赵建宏 主编 贾天军 副主编 江新泉 副主编 胥文春 副主编 曹颖平
3. 仪器分析	主编 李 磊 主编 高希宝 副主编 许 苗 副主编 杨冰仪 副主编 贺志安	12. 实验室安全与管理(第2版)	主编 和彦苓 副主编 许 欣 副主编 刘晓莉 副主编 李士军
4. 仪器分析实验	主编 黄沛力 副主编 张海燕 副主编 茅 力	13. 生物材料检验(第2版)	主编 孙成均 副主编 张 凯 副主编 黄丽政 副主编 闫慧芳
5. 食品理化检验(第2版)	主编 黎源倩 主编 叶蔚云 副主编 吴少雄 副主编 石红梅 副主编 代兴碧	14. 卫生检疫学(第2版)	主编 吕 磊 主编 张际文 副主编 石长华 副主编 殷建忠
6. 水质理化检验(第2版)	主编 康维钧 主编 张翼翔 副主编 潘洪志 副主编 陈云生	15. 卫生检验检疫实验教程: 卫生理化检验分册	主编 高 蓉 副主编 徐向东 副主编 邹晓莉
7. 空气理化检验(第2版)	主编 吕昌银 副主编 李 珊 副主编 刘 萍 副主编 王素华	16. 卫生检验检疫实验教程: 卫生微生物检验分册	主编 张玉妥 副主编 汪 川 副主编 程东庆 副主编 陈丽丽
8. 病毒学检验(第2版)	主编 裴晓方 主编 于学杰 副主编 陆家海 副主编 陈 廷 副主编 曲章义	17. 化妆品检验与安全性评价	主编 李 娟 副主编 李发胜 副主编 何秋星 副主编 张宏伟
9. 细菌学检验(第2版)	主编 唐 非 主编 黄升海 副主编 宋艳艳 副主编 罗 红	18. 分析化学学习指导与习题集	主编 赵云斌 副主编 白 研

前言

本书是人民卫生出版社为全国高等学校“卫生检验与检疫”专业(四年制)出版的17本规划教材之一。在第一轮教材中,实验附于理论教材之后。2013年8月,人民卫生出版社在成都召开了卫生检验与检疫专业第二轮教材修订编审会。会议决定:为了建立与理论教学有机结合,以能力培养为核心,分层次的实验教学体系,对各门检验课程的实验内容进行整合,在第二轮教材修订中,独立编写《卫生检验检疫实验教程:卫生理化检验分册》。2013年12月,在广州召开了卫生检验与检疫专业规划教材主编人会议,会议明确了卫生检验与检疫专业规划教材编写的指导思想、原则、特色和大纲。2014年3月,在石家庄召开了本书的第一次编委会议,会上传达了广州会议的精神,明确了教材的编写思路和要求,确定了编写大纲、任务分工和进度安排等。本教材初稿完成后,经编委分工互审。2014年7月在山东蒙山召开了定稿会,各编委对稿件进行了认真仔细的阅读,提出了许多中肯的意见。经再次修改,于2014年9月完成了本教材的定稿。

本实验教材既服务于专业理论教材,又具有相对独立的体系。在编写形式上,我们遵循“从低到高,从基础到综合再到创新”的认知发展规律,将内容分为“基础性实验”“综合性实验”和“设计性实验”三大部分,力求培养学生扎实的实验基础、全面的动手能力和锐意的探索精神。

本书是在学生掌握了分析化学和仪器分析基本理论基础上开设的理化检验专业课实验教材。内容与理论专业课教材呼应,涵盖食品、水、空气、生物材料和化妆品理化检验。在实验的选择上,本着体现“代表性、先进性、实用性”的原则,检测方法尽量参考最新国家标准,注重仲裁法,同时也包含相关最新研究成果及社会热点物质检测方法。在实验的布局上,综合考虑各种样品前处理技术和检测仪器在各篇中的比重。考虑到各个学校实验条件有所不同,一些实验项目和方法列出多种以供选择。鉴于卫生检验领域样品的多样性和复杂性,本书还介绍了实验室样品前处理过程中常用的各种小型仪器和装置。

本书在编写过程中得到了南京医科大学公共卫生学院、河北医科大学公共卫生学院、山东大学公共卫生学院、四川大学公共卫生学院和广东药学院公共卫生学院的大力支持,在此表示衷心的感谢。

本书是卫生检验与检疫专业本科生规划教材,同时可供从事食品质量与安全、环境监测和医学检验等理化检验技术方面的工作人员参考。

由于编者学识水平及实践经验有限,书中难免存在错误或疏漏之处,敬请各校师生和广大读者批评指正。

高 蓉 徐向东 邹晓莉

2014年11月

目 录

第一部分 绪论	1
§ 1 卫生检验与检疫专业理化实验基础知识	1
一、卫生检验与检疫理化实验的目的与要求	1
二、专业术语和规定	2
三、试剂的要求	2
四、溶液浓度的表示方法	3
五、实验室质量控制	3
六、实验室卫生制度及安全规程	4
七、卫生检验理化实验原始记录和实验报告的要求	7
附：卫生检验理化实验原始记录	8
§ 2 常用样品前处理仪器的使用与维护	9
一、超声波萃取仪	9
二、电子恒温水浴锅	9
三、烘箱	10
四、真空干燥箱	11
五、匀浆机	13
六、粉碎机	13
七、离心机	14
八、氮吹仪	17
九、旋转蒸发仪	18
十、真空离心浓缩装置	19
十一、电热板	20
十二、电热套	21
十三、箱式电阻炉	22
十四、微波消解炉	23
十五、固相萃取装置	24
十六、固相微萃取装置	26
十七、空气采样器	27
第二部分 基础训练实验	30
§ 1 食品理化检验篇	30
实验一 食品中水分的测定	30
实验二 食品中灰分的测定——灼烧重量法	34
实验三 食品中粗脂肪的测定——索氏提取法	36



实验四 食品中粗蛋白含量的测定——凯氏定氮法	37
实验五 食品中还原糖的测定——直接滴定法	41
实验六 食用油脂酸价和过氧化值测定——滴定法	43
实验七 化学性食物中毒的快速检验	46
§2 水质理化检验篇	51
实验一 水的色度、电导率、pH 的测定	51
实验二 水中化学耗氧量的测定——酸性高锰酸钾法	54
实验三 水中生化需氧量的测定——稀释培养法	57
实验四 饮用水水质快速检验	60
§3 空气理化检验篇	62
实验一 气体流量计的校正	62
实验二 环境中气温、气压、气湿和风速的测定	65
实验三 工作场所空气中总粉尘浓度的测定——滤膜重量法	70
实验四 工作场所中粉尘分散度的测定	72
实验五 工作场所空气中粉尘游离二氧化硅的测定	74
实验六 环境空气 PM ₁₀ 和 PM _{2.5} 的测定——重量法	78
实验七 空气中汞、二氧化硫的快速测定	80
§4 生物材料检验篇	82
实验一 尿肌酐和尿比重的测定	82
实验二 全血胆碱酯酶活性测定	85
实验三 尿中氟化物的测定——氟离子选择电极法	89
第三部分 综合训练实验	93
§1 食品理化检验篇	93
实验一 米粉中总磷的测定——磷钒钼黄分光光度法	93
实验二 海带中碘的测定——三氯甲烷萃取(干法)比色法	95
实验三 食品中抗坏血酸的测定	96
实验四 奶制品中核黄素含量的测定——分子荧光法	100
实验五 奶粉中铁、锰的测定——火焰原子吸收分光光度法	102
实验六 保健品中总黄酮的测定——分光光度法	104
实验七 保健食品中褪黑素的测定——高效液相色谱法	105
实验八 罐头或灌肠类食品中亚硝酸盐的测定——盐酸萘乙二胺分光光度法	106
实验九 水发食品中残留甲醛的测定——比色法	108
实验十 可乐型饮料中咖啡因的测定——紫外分光光度法	111
实验十一 食品中总砷的测定——氢化物原子荧光分光光度法	112
实验十二 大米中镉的测定——石墨炉原子吸收法	115
实验十三 饮料中苯甲酸、山梨酸及糖精钠的测定——高效液相色谱法	116
实验十四 酒中甲醇和高级醇的测定——气相色谱法	118
实验十五 蔬菜中拟除虫菊酯类农药残留量的测定——气相色谱法	120
实验十六 酒中邻苯二甲酸酯的测定——气相色谱-质谱法	122



实验十七 动物性食品中克伦特罗残留量的测定.....	125
实验十八 乳制品中三聚氰胺的测定.....	129
§ 2 水质理化检验篇	134
实验一 水中硫化物的测定——N,N-二乙基对苯二胺分光光度法	134
实验二 水中氨氮的测定	136
实验三 水中亚硝酸盐氮的测定——重氮耦合分光光度法.....	141
实验四 水中硝酸盐氮的测定——麝香草酚分光光度法.....	143
实验五 饮用水中铝的测定——铬天青 S 分光光度法.....	145
实验六 饮用水中铬(VI)的测定——二苯碳酰二肼分光光度法	147
实验七 水中挥发性酚类物质的测定——4-氨基安替比林分光光度法	148
实验八 水中阴离子合成洗涤剂的测定——亚甲蓝分光光度法.....	151
实验九 自来水中游离余氯的测定——N,N-二乙基对苯二胺分光光度法	153
实验十 游泳水中尿素的测定——二乙酰一肟分光光度法.....	155
实验十一 生活饮用水中多种元素的同时测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法.....	157
实验十二 水中三卤甲烷的测定——顶空气相色谱法.....	159
实验十三 水中酚类化合物的测定——高效液相色谱法.....	160
实验十四 自来水中常见阴离子的测定——离子色谱法.....	162
实验十五 水中挥发性有机物的测定——气相色谱-质谱法	163
§ 3 空气理化检验篇	167
实验一 空气中二氧化硫的测定——盐酸副玫瑰苯胺分光光度法.....	167
实验二 空气中一氧化氮、二氧化氮的测定	170
实验三 室内空气中臭氧的测定——靛蓝二磺酸钠分光光度法.....	176
实验四 室内空气中甲醛的测定——乙酰丙酮分光光度法.....	178
实验五 空气中硫化氢的测定——亚甲蓝分光光度法.....	181
实验六 空气中苯系物的测定	183
实验七 空气中溴氟菊酯和氟戊菊酯含量的测定——高效液相色谱法.....	187
§ 4 生物材料检验篇	189
实验一 尿中铅的测定——石墨炉原子吸收分光光度法.....	189
实验二 头发中锌的测定——火焰原子吸收分光光度法.....	191
实验三 尿中马尿酸和甲基马尿酸的测定——高效液相色谱法	193
实验四 血清中维生素A和维生素E的测定——高效液相色谱法	195
实验五 血液中乙醇的测定——顶空气相色谱法	196
实验六 全血中百草枯的测定——高效液相色谱-串联质谱法	198
实验七 尿中双酚A的测定——超高效液相色谱串联质谱法	200
实验八 血清中微量元素的测定——电感耦合等离子体质谱法	203
§ 5 化妆品理化检验篇	206
实验一 化妆品中砷和汞的测定——氢化物发生原子荧光光度法.....	206
实验二 化妆品中氢醌和苯酚的测定——高效液相色谱法	210
实验三 化妆品中防晒剂的测定——高效液相色谱法	212



实验四 染发剂中对苯二胺的测定——高效液相色谱法.....	214
实验五 脱毛剂中巯基乙酸及其盐类的测定.....	216
实验六 化妆品中甲硝唑的测定——高效液相色谱法.....	218
第四部分 设计性实验	221
§ 1 设计性实验基础知识	221
一、选题	221
二、设计性实验方案设计	221
§ 2 设计性实验题目示例	222
实验一 空气中甲醛测定的设计性实验.....	222
实验二 高效液相色谱法测定尿中马尿酸和甲基马尿酸.....	224
附录 1 常用酸的密度和浓度	226
附录 2 标准溶液的配制与标定	227
附录 3 常见有机溶剂理化常数	229
附录 4 溶剂互溶性表	230
附录 5 滤膜材料选择表	231
附录 6 压力单位换算表	234
参考文献	235

第一部分 緒論

§ 1 卫生检验与检疫专业理化实验基础知识

一、卫生检验与检疫理化实验的目的与要求

卫生检验与检疫专业是一门十分重视“操作能力”的学科。这种“操作能力”既包括扎实的基本实验技能,还包括能够独立完成实验的综合能力,自己动脑、动手设计实验,开发新的检验方法以及从事初步科研活动的能力。本教材将卫生检验与检疫专业所需的实验“操作能力”的训练融入基础性实验、综合性实验和设计性实验中,希望学生通过本教材的实验训练,掌握这项技能。

卫生检验与检疫专业理化课包括食品理化检验、空气理化检验、水质理化检验、生物材料理化检验和化妆品理化检验部分。每门课程涉及的样品都有其自身的特性,同时在一些测定方法上又具有一定的联系。学生通过这些实验项目的训练,不仅要掌握不同样品自身特殊指标的检测方法,还要掌握理化检验通用的样品前处理和检测的原则与方法。

1. 基础性实验的目的与要求 基础性实验的任务是培养学生掌握实验的基本方法和技能,掌握由感性到理性的科学思维方法,培养良好的科学素质,培养学生运用掌握的基础知识、基础实验方法和技能进行科学研究的能力。教学内容具有基础性、入门性和规范性的特点。

本书基础性实验是学生在掌握了分析化学理论和实验基础之上,在理化实验方面需要掌握的基本技能。涵盖了食品、水、空气、生物材料四门检验学科中必须掌握的基础检测方法与指标。要求学生对这些指标及其检测方法完全掌握,从而具备扎实的实验基本技能。

2. 综合性实验的目的与要求 综合性实验是在基础性实验基础上,培养学生运用所学的理论知识和基本实验技能解决实际问题的能力。

本书所列实验中检测样品涉及食品、水、空气、生物材料和化妆品。每个综合性实验均包含了从样品采集与保存、样品处理、试剂配制、样品测定到实验报告书写的全过程。通过这些技能的综合训练,使学生具备独立完成卫生检验领域常见样品检测全过程的综合能力。

3. 设计性实验的目的与要求 设计性实验是在综合性实验的基础上培养学生综合运用知识的教学实验方法。学生在教师的指导下,根据给定的实验目的和实验条件,自己设计实验方案、选择实验方法、准备实验器材、拟定实验操作程序,独立进行实验并对实验结果进行分析处理。通过形式不同的设计性实验,可以充分发挥学生理论联系实际的能力、思维能力和创新能力。通过设计性实验的完成,锻炼学生查阅文献、提出问题、分析问题、解决问题



的能力。

本书介绍了设计性实验的基本方法,尝试编写了两个设计性实验示例,旨在通过这两个示例对学生设计性实验项目的选择及实施起到抛砖引玉的作用。

二、专业术语和规定

本书在编写过程中参考了国家标准和行业标准,涉及食品、水、空气、生物材料和化妆品等不同领域。由于各个标准的表述方法不尽相同,特别对本书中使用的专业术语定义如下。

1. 称取 用天平进行的称量操作,其准确度要求用数值的有效位数表示,如称取“10.0g”指称量准确至 $\pm 0.1\text{g}$;“10.00g”指称量准确至 $\pm 0.01\text{g}$ 。“准确称取”指称量准确度至 $\pm 0.0001\text{g}$ 。
2. 量取 用量筒或量杯取液体物质的操作。
3. 吸取 用移液管、刻度吸量管取液体的操作。
4. 定容 容量瓶中用纯水或其他溶剂稀释至指定刻度的操作。

三、试剂的要求

1. 实验用水 实验中所使用的水均为纯水,应符合 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和实验方法》的规定(表 1-1)。纯水可以由蒸馏、重蒸馏、亚沸蒸馏和离子交换等方法制得,也可采用复合处理技术制取。有特殊要求的纯水,则在具体实验中另做说明。

表 1-1 实验室用水要求

指标名称	一级水	二级水	三级水
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃) $\mu\text{S}/\text{cm}$	≤ 0.1	≤ 1	≤ 5
电阻率 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25℃)	≥ 10	≥ 1	≥ 0.2
可氧化物质含量(以 O 计)(mg/L)	—	≤ 0.08	≤ 0.40
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以二氧化硅计)含量(mg/L)	≤ 0.01	≤ 0.02	—
蒸发残渣(mg/L)	—	≤ 1.0	≤ 2.0

(1)一级水用于有严格要求的实验,如高效液相色谱、气相色谱、色谱-质谱联用实验等。可用二级水经石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤制取。

(2)二级水用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱法,可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

(3)三级水用于一般化学分析试验。可用蒸馏或离子交换等方法制取。

2. 实验中未指明用何种溶液配制时,均指水溶液。
3. 实验中未指明规格的试剂均为分析纯试剂。
4. 实验中未指明具体浓度的盐酸、硫酸、硝酸、氨水等均为市售浓试剂,以 HCl($\rho_{20} = 1.19\text{g/ml}$)、 H_2SO_4 ($\rho_{20} = 1.84\text{g/ml}$)等的密度表示。附录 1 为常用酸碱试剂的规格和配制方法。



四、溶液浓度的表示方法

1. 物质 B 的浓度 又称物质 B 的物质的量浓度, 是物质 B 的物质的量除以混合物的体积。常用单位: mol/L。用符号“ $c(B)$ ”表示:

$$c(B) = \frac{n_B}{V}$$

2. 物质 B 的质量浓度 物质 B 的质量除以混合物的体积。常用单位: g/L, mg/L, $\mu\text{g}/\text{L}$ 。用符号“ $\rho(B)$ ”表示:

$$\rho(B) = \frac{m_B}{V}$$

3. 物质 B 的质量分数 物质 B 的质量除以混合物的质量。无量纲, 可用% 表示浓度值, 也可以用 mg/kg, $\mu\text{g}/\text{g}$ 等表示。用符号“ $\omega(B)$ ”表示:

$$\omega(B) = \frac{m_B}{m}$$

4. 物质 B 的体积分数 物质 B 的体积除以混合物的体积。无量纲, 常用% 表示浓度值。用符号“ $\varphi(B)$ ”表示:

$$\varphi(B) = \frac{V_B}{V}$$

5. 体积比浓度 两种液体分别以 V_1 与 V_2 体积混合。凡未注明溶剂名称时, 均指纯水。两种以上特定液体与水相混合时, 应注明水。如 HCl(1+2), 甲醇 + 四氢呋喃 + 水 + 高氯酸 = (250 + 450 + 300 + 0.2)。

五、实验室质量控制

实验室质量控制包括建立质量保证体系、有效的检测方法、实施规定的分析质量控制程序等。本书主要从实验室检测方法的性能方面简述。

实验室在承担新的分析项目时, 应对该项目的分析方法进行方法的性能论证。包括方法的特异性、检出限、定量限、准确度、精密度、标准曲线和测定范围、空白值和干扰因素等, 以此了解和掌握分析方法的原理、条件和特征。

1. 空白试验 空白试验应在每次分析样品时同时进行, 系指除不加试样外, 采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外), 进行平行操作所得的结果。实验结果用于扣除试样中试剂本底、实验室内污染控制和计算检验方法的检出限。

2. 检出限 分析物能够被检测到的最小含量。通常把 3 倍空白值的标准偏差(测定次数 $n \geq 20$)相对应的质量或浓度称为检出限。

3. 定量限 分析物能够被定量的最小浓度, 系指在特定的检测条件下, 达到一定的准确度和精密度时, 检测样品中分析物的最低浓度。通常把 10 倍空白值的标准差(测定次数 $n \geq 20$)相对应的质量或浓度称为定量限。

4. 准确度 准确度是反映方法系统误差和随机误差的综合指标。检验准确度可以采用以下方法:①使用标准物质进行分析测定, 比较测定值与标准值, 其绝对误差或相对误差应符合方法规定的要求;②测定加标回收率(向实际样品中加入标准, 加标量一般为样品含



量的0.5~2倍,且加标后的总浓度不应超过方法的测定上限浓度值),回收率应符合方法规定的要求;③对同一样品用不同原理的分析方法测试比对。

5. 精密度 精密度描述了测定数据的离散程度,反映了分析方法或测量系统随机误差的大小,常用标准偏差和相对标准偏差来表示。精密度和准确度在实验设计时可以同时进行。通常的做法是:以空白溶液、标准溶液(浓度可选在校准曲线上限值的0.1倍和0.9倍)、实测样品和加标样品等几种溶液进行,每种溶液均作平行双样,每天测定1次,测定6天,以使所得结果随着时间的变化有重复性。对所得数据进行统计处理,计算批样内、批样间标准偏差和总标准偏差,各类偏差值应不超过分析方法的规定值,并对所得实验结果进行评价。

6. 校准曲线 校准曲线是描述待测物质浓度或量与检测仪器响应值或指示量之间的定量关系曲线,分为“工作曲线”(标准溶液处理程序及分析步骤与样品完全相同)和“标准曲线”(标准溶液处理程序较样品有所省略,如样品预处理)。制作校准曲线时要注意以下几点。

(1) 在测量范围内,配制的标准溶液系列,已知浓度点不得少于6个(含空白浓度),根据浓度值与响应值绘制标准曲线。

(2) 制作校准曲线用的容器和量器,应经检定合格;校准曲线绘制应与批样测定同时进行。

(3) 校准曲线的相关系数绝对值一般应大于0.999,否则需分析方法、仪器、量器及操作等因素查找原因,改进后重新制作。

(4) 使用校准曲线时,应选用曲线的最佳测定范围,不得任意外延。

(5) 由于仪器本身存在漂移,需要经常进行再校准,如间隔分析已知浓度的标准样或样品校正。

7. 最佳测定范围 检测上限值是校准曲线部分的最高界限点对应的浓度值。当样品中待测物质的浓度值超过检测上限时,相应的响应值将不在直线部分的延长线上。校准曲线直线部分的最高界线点称为弯曲点。

最佳测定范围亦称有效测定范围,指在限定误差能满足预定要求的条件下,特定方法的测定下限至测定上限之间的浓度范围。在此范围内能够准确地定量测定待测物质的浓度或量。

最佳测定范围应小于方法的适用范围。对测定结果的精密度要求越高,相应的最佳测定范围越小。

(高 蓉)

六、实验室卫生制度及安全规程

实验室是实验教学和科学研究的重要场所,根据实验内容不同,实验室功能各异,卫生检验与检疫主要分为理化检验和微生物检验两大类实验室。本部分主要对理化实验室进行介绍。

实验室安全是一切实验室工作正常进行的基本保证。实验室的安全事故往往是管理不善、措施不力、操作不当或认识不够所致。因此,从事实验教学、科学研究等实验活动的每个人必须全面系统地掌握实验室安全基本知识,避免实验室事故的发生。

1. 实验室安全守则

(1) 实验室是开展实验教学、科学的研究的场所,与实验无关人员不得入内,任何人进入实验室必须严格遵守实验室的各项规章制度和操作规程。



(2) 实验室内严禁喧哗、乱扔垃圾、随地吐痰、吸烟和吃零食,保持实验室的整洁、安静,进入实验室必须穿工作服。

(3) 未经实验室管理人员同意,不得擅自翻动或使用实验室内物品,不得将实验室仪器设备、附件、试剂等物品带出室外。

(4) 严格规范剧毒化学品、有毒或刺激性气体、酸碱等腐蚀性物品的使用。剧毒化学药品应按实验室有关规定办好领用手续;操作有毒或有刺激性气体应在通风柜内进行,实验中不得把头伸进通风柜内;酸、碱等腐蚀性物质不得放在高处或实验试剂架的顶层。禁止裸手直接拿取上述物品,必要时,需佩戴护目镜和防毒用具操作。

(5) 实验过程中,如被实验动物抓伤、咬伤或被化学试剂灼伤,应立即报告指导老师,进行适当的应急处理。实验结束后,应按有关规定将实验动物和标本做相应处置,不得乱扔和擅自拿走。

(6) 爱护实验仪器设备,节约水电。发现安全隐患应及时向实验室管理人员报告,以便及时、妥善处理。

(7) 增强环保意识,实验过程中的废液、废渣和其他废物应集中处理,不得任意排放。

(8) 实验完毕,清洗实验用器具,实验器材、物品放回指定的位置,搞好实验室卫生,关好门、窗、水、电,经指导老师检查同意后,方能离开实验室。

2. 化学试剂的安全管理

(1) 易燃易爆试剂的安全管理:易燃易爆化学试剂应储存在通风良好、阴凉、干燥的通风柜中,并在柜上明显的位置贴上“易燃、易爆”的醒目标志字样。隔绝火、热和电源,现场绝对不能有明火。根据贮存危险物品的种类配备相应的灭火器和自动报警装置。

(2) 强氧化性试剂的安全管理:强氧化性化学试剂是指过氧化物或含有强氧化能力的含氧酸及其盐,如过氧化氢、硝酸钾、高氯酸、高锰酸及其盐。强氧化性化学试剂应存放在阴凉、干燥、通风处,室温不超过30℃,应与酸类、木屑、炭粉、硫化物、糖类等易燃物、可燃物或还原剂隔离。有条件时,氧化剂应分库或同库分区存放。

(3) 有毒化学试剂的安全管理:有毒化学试剂指少量侵入人体就能引起局部或整个机体功能发生障碍,甚至造成死亡的试剂。一般用半数致死剂量(LD_{50})或半数致死浓度作为衡量化学试剂毒性大小的指标。试剂的毒性分为剧毒、高毒、中毒、低毒、微毒五个等级,致死量在平均致死量或生物试验半数致死量以上者均属剧毒品,如氰化钾、氰化钠、三氧化二砷等。此类试剂应存放在专门的保险柜中,领用时需要3人以上在场,并详细记录领用人及领用数量。

(4) 腐蚀性试剂的安全管理:腐蚀性化学试剂是指对人体和其他物品能因腐蚀作用而发生破坏现象,甚至引起燃烧、爆炸或伤亡的液体和固体试剂,如发烟硝酸、发烟硫酸、氨水、盐酸等。此类试剂应放置在抗腐蚀材料(如耐酸水泥或陶瓷)制成的料架上,于阴凉、干燥、通风处存放,温度应在30℃以下,且与其他试剂隔离。根据各品种的具体性质,分别采用相应的防潮、避光、防冻、防热等不同保护措施。

(5) 低温存放试剂的安全管理:这类试剂需要低温存放才不致聚合、变质或发生其他事故。属于这一类的有苯乙烯、丙烯腈、甲醛及其他可聚合的单体、过氧化氢、氨水、硫酸钠结晶和碳酸铵等。存放的适宜温度为10℃以下。

3. 化学试剂的安全使用

(1) 要熟知常用试剂的理化性质,如浓度、溶解性、挥发性、沸点、毒性、杂质成分及其他化学性质。



(2)保护好试剂瓶的标签。万一标签脱落,应照原样贴牢;分装或配制的试剂应立即贴上标签;没有标签的试剂,在未查明前不得使用,非使用不可时,必须经鉴定确证后方可使用。

(3)取用试剂时,瓶盖不能随意放置,应放在干净的地方,盖里朝上。取用时使用清洁干燥的小勺和量器,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质玷污发生变质。取出的试剂不可倒回原装试剂瓶。

(4)易燃、易爆、腐蚀或刺激性、有毒试剂使用时,实验室人员应采取必要的防护措施,最好戴上防护眼镜和橡胶手套,实验应在通风柜中进行。使用过程中禁止振动、撞击,如有试剂洒落,应及时清理。实验结束后,反应剩余物倒入指定的废物缸中,由专人进行处理,并及时洗手、洗脸、洗澡、更换工作服,同时保持实验室的环境卫生。

4. 高压气瓶的安全使用

(1)高压气瓶必须分类分处保管,远离热源,与暖气片距离不小于1m,与明火相距不小于10m,避免暴晒和强烈振动,以免引起钢瓶爆炸;氧气瓶和可燃气瓶不能存放于同一室,一般实验室存放气瓶量不得超过两瓶。

(2)高压气瓶必须装上减压阀,用以降低使用时压力并保持压力平稳。减压阀因钢瓶气种类不同而异,不能混用,安装时螺扣要旋紧,防止泄漏。

(3)高压气瓶必须经常检查。检查气体压力大小、有无漏气、开关阀和减压阀的开关情况等。瓶内气体不能全部用尽,一般要求残余压力为0.05MPa以上,可燃性气体要求0.2~0.3MPa,否则导致再次充气时因空气、其他气体进入钢瓶而影响气体纯度,甚至发生危险;开启高压气瓶时,应先旋动开关阀,后开减压器;结束时应先关闭开关阀,放尽余气后,再关减压器。切不可只关减压阀,不关开关阀。操作时严禁敲打撞击高压气瓶,且操作人员应站在气瓶出口的侧面,缓慢操作,以免气流过急冲出发生危险。

(4)氧气瓶及其专用工具严禁与油类接触,操作人员绝对不能穿戴沾有各种油脂和油污或易感应产生静电的工作服和手套,以免引起燃烧或爆炸。

5. 实验室意外事故的紧急处理办法

(1)玻璃割伤:消毒、涂药前,检查伤口处有无玻璃碎片。若有,取出后再用消毒棉花和硼酸溶液或双氧水洗净伤口,涂上2%红汞或2%碘酒(两者不能同时使用)并包扎好。伤口过深者,可在伤口上方约10cm处用纱布扎紧,压迫止血,并立即送医院治疗。

(2)烫伤:伤势较轻者,涂擦2%苦味酸或烫伤软膏即可;伤势较重者,不能涂烫伤软膏等油脂类药物,可撒上纯净的碳酸氢钠粉末,并立即送医院治疗。

(3)烧伤:做到迅速熄灭身上火焰、立即冷疗、保护好创面,快速脱去着火衣服、水浇灌、卧倒等方法灭火,忌奔跑喊叫,防止增加头面部、呼吸道损伤;用冷水冲洗、浸泡或湿敷等方法立即冷疗创面;烧伤创面无需特殊处理,尽可能保留水疱皮肤完整性,勿撕去腐皮,用干净的被单进行简单包扎即可。创面忌涂抹有颜色的药物等物质,如甲紫、红汞、酱油等,也不要涂膏剂如牙膏等,以免影响对创面深度的判断和处理。轻度烧伤者可局部涂凡士林、5%鞣酸、2%苦味酸。烧伤面积达到一定程度须入院治疗。

(4)化学药品腐蚀伤:若为强酸或强碱腐蚀,首先应用大量清水冲洗,再分别选择相应的中和液洗涤,如强酸用饱和碳酸氢钠溶液或肥皂液,强碱用5%乙酸或5%硼酸溶液和柠檬汁等;若为酚类化合物灼伤,应先用酒精洗涤,再涂上甘油;若被液溴灼伤,应立即用2%硫代硫酸钠溶液冲洗至伤处呈白色;或先用酒精冲洗,再涂上甘油;若受伤部位是眼部,应先