

医疗设备质量控制检测技术丛书（十）

常用医学实验仪器设备 质量控制检测技术

程 环 李咏雪 主编



中国质检出版社
中国标准出版社

医疗设备质量控制检测技术丛书(十)

常用医学实验仪器设备 质量控制检测技术

程 环 李咏雪 主编

中国质检出版社

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

常用医学实验仪器设备质量控制检测技术/程环,李咏雪主编.
—北京:中国质检出版社,2016.3
ISBN 978-7-5026-4247-1

I. ①常… II. ①程… ②李… III. ①实验医学—实验仪器—
仪器设备—质量控制 ②实验医学—实验仪器—仪器设备—质量
检验 IV. ①R-331

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 012431 号

中国质检出版社
中国标准出版社 出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 16.25 字数 373 千字

2016 年 3 月第一版 2016 年 3 月第一次印刷

*

定价 59.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

《医疗设备质量控制检测技术丛书》

编写委员会

主 任 张 炯 贾建革

副主任 李 毅 张庆勇 吴建刚

委 员 孙志辉 李咏雪 武文君
张秋实 赵 鹏 程 环

《常用医学实验仪器设备质量控制检测技术》

编审者名单

主 编 程 环 李咏雪

副主编 李 毅 吴建刚 孔爱英 张 克

编 者 郭 剑 冯雁峰 何春泽 张春霞
李卫华 陈 玮 袁 超 张 辰
高艳艳 陈文霞 荆 斌 司 峰
黄 伟

主 审 张学敏 孙志辉

审 核 周国华 刘善荣 晁 勇 刘金生

序

“工欲善其事，必先利其器。”近十年来，国家对军事医学研究的重视程度不断提高，军队医学科研仪器设备投入逐年增加，各种高、精、尖实验仪器设备大量装备，全军医学科研单位仪器设备的种类、数量急速上升。这些仪器设备的投入使用，大大提高了我军军事医学的科研能力，有力地支撑了军队遂行多样化卫勤保障活动。另一方面，现代科学研究对科研仪器设备的准确性要求也更加严格。因此，医学实验仪器设备能否出具准确的实验数据，直接关系到科学研究的成败。

为了管好、用好各类医学实验仪器设备，总后卫生部于2012年依托军事医学科学院成立了全军医学实验设备质量安全控制专业委员会，专门研究并推广有关医学实验仪器设备使用与管理的规章制度、计量标准和操作规范，促进医学实验室形成科学系统的计量保障体系，同时也致力于军队科研仪器条件保障工作后备人才的培养。

2015年，全军医学计量测试研究中心组织医学实验设备质量安全控制专业委员会的专家编写《常用医学实验仪器设备质量控制检测技术》一书。提出了医学实验室质量管理的一般方法、仪器设备质量控制的常用方法、评价指标，并针对液相色谱仪、酶标仪、PCR基因扩增仪等20种设备逐一进行“解剖麻雀”，从原理结构、使用方法、常见问题、维护保养、检测校准、选购指南等方面进行了系统介绍。该书既有质量控制的原理阐述，又有仪器设备科学选购、正确使用、合理维护、定期校准的“全过程、全寿命”实践经验，将医学工程技术与医学基础研究的需求紧密结合，充分发挥了专委会跨学科、跨领域、集智攻关的平台作用，是一本医学实验仪器设备质量控制的科普书和日常工作的工具书。

最后，希望通过广大同仁的共同努力和积极实践，让这项工作长期化、制度化，随时应对和解决医学研究过程中出现的新情况、新问题，为医学卫生事业的发展作出贡献。

中国科学院
国家生物医学分析中心
军事医学科学院

院 士
主 任
研究员



前言

为配合全军卫生装备(国家称“医疗设备”“医疗器械”“实验仪器”“实验设备”等)质量控制工作的实施和推广,并为原国家卫生部2010年公布的《医疗器械临床使用安全管理规范(试行)》提供一些技术支持,全军医学计量测试研究中心组织相关人员编写了“医疗设备质量控制检测技术丛书”。本书作为其中的一个分册,主要介绍了液相色谱仪、PCR基因扩增仪、离心机、电泳仪等常用医学实验仪器设备的技术要求和质量检测方法。

医学实验仪器设备作为科学仪器设备的重要组成部分,是医学科学研究的重要工具和技术平台,其自身的质量、安全和数据准确性,对医学科学研究的质量和水平乃至成败都将起到关键性作用。与卫生装备质量控制相比,医学实验仪器设备的质量控制工作才刚刚起步,医学科研仪器设备管理过程中“问题难发现,状况难控制,故障难预防”等现象时有发生,科研数据的科学性、准确性和有效性往往受到不利影响。因此,如何做好医学实验仪器设备的质控工作,使它们发挥最大效益,已经成为医学科研领域中一个非常重要而紧迫的课题。

本书详细介绍了常用医学实验仪器设备的工作原理、使用及维护常识、常见故障排除、校准检测、选购指南等内容,具有较强的针对性、实用性和可操作性,是开展医学实验仪器设备质量控制的工具书、教科书,对于提高广大科研工作者和科研条件保障人员的质量安全意识和质控技术能力,保证医学实验仪器设备使用安全有效,必将起到积极的推动作用。

参与本书编写的人员均为一线检测人员,具有丰富的医学实验仪器设备检修经验。此外,颐贝隆电子科技有限公司和北京林电伟业电子有限公司提供了技术支持,霍贞、张卓、程鹏、王桂强、郭萍和刘蕊同志参与了文字录入与校对工作,在此表示感谢。

由于作者水平有限,加之时间仓促,书中难免存在错误和疏漏,敬请同行批评指正。

编者
2015年12月

目 录

第一章 医学实验仪器设备及其质量控制	1
第一节 医学实验仪器设备的概述	1
第二节 医学实验仪器设备的主要技术指标	4
第三节 医学实验室的质量管理	10
第四节 医学实验仪器设备的质量管理与质量评价参数	19
第五节 医学实验仪器设备的质量控制	22
第二章 显微镜	43
第一节 结构与分类	43
第二节 使用方法与注意事项	46
第三节 日常维护与常见故障排除	47
第四节 检测校准	51
第五节 选购指南	53
第三章 电子天平	55
第一节 结构原理简介	55
第二节 使用方法与注意事项	56
第三节 日常维护与常见故障排除	58
第四节 检测校准	59
第五节 选购指南	61
第四章 分光光度计	62
第一节 原理与分类	62
第二节 使用方法与注意事项	63
第三节 日常维护与常见故障排除	64
第四节 检测校准	66
第五节 选购指南	69
第五章 酶标仪	72
第一节 酶联免疫分析技术	72
第二节 酶标仪	73
第三节 使用方法与注意事项	75
第四节 日常维护与常见故障排除	77
第五节 检测校准	79
第六节 选购指南	81



第六章 酸度计	82
第一节 结构原理简介	82
第二节 使用方法与注意事项	84
第三节 日常维护与常见故障排除	86
第四节 检测校准	88
第五节 选购指南	91
第七章 液相色谱仪	93
第一节 结构原理简介	93
第二节 使用方法与注意事项	94
第三节 日常维护与常见故障排除	99
第四节 检测校准	106
第五节 选购指南	108
第八章 电泳仪	110
第一节 结构原理简介	110
第二节 毛细管电泳	111
第三节 使用方法与注意事项	113
第四节 日常维护与常见故障排除	114
第五节 选购指南	115
第九章 离心机	117
第一节 结构原理简介	117
第二节 使用方法与注意事项	118
第三节 日常维护与常见故障排除	120
第四节 选购指南	122
第十章 CO ₂ 培养箱	126
第一节 结构原理简介	126
第二节 使用方法与注意事项	128
第三节 日常维护与常见故障排除	129
第四节 选购指南	131
第十一章 PCR 基因扩增仪	134
第一节 结构原理简介	134
第二节 使用方法与注意事项	135
第三节 日常维护与常见故障排除	137
第四节 检测校准	139
第五节 选购指南	144
第十二章 电热恒温干燥箱	152
第一节 结构原理简介	152
第二节 使用方法与注意事项	154
第三节 日常维护与常见故障排除	155

第四节 选购指南	155
第十三章 低温冰箱	157
第一节 结构原理简介	157
第二节 使用方法与注意事项	159
第三节 日常维护与常见故障排除	159
第四节 选购指南	161
第十四章 冷冻干燥机	165
第一节 结构原理简介	165
第二节 使用方法与注意事项	167
第三节 日常维护与常见故障排除	170
第四节 选购指南	171
第十五章 计算机	175
第一节 日常保养与维护	175
第二节 常见故障分析与解决	179
第三节 数据备份	181
第十六章 生物安全柜	184
第一节 结构原理简介	184
第二节 使用及注意事项	188
第三节 日常维护与常见故障排除	189
第四节 安装现场的检测和验证	191
第五节 选购指南	194
第十七章 高压蒸汽灭菌器	196
第一节 结构原理简介	196
第二节 使用方法及注意事项	197
第三节 日常维护与常见故障排除方法	198
第四节 检测校准	199
第五节 选购指南	201
第十八章 恒温浴	206
第一节 结构原理简介	206
第二节 使用方法与注意事项	207
第三节 日常维护与常见故障排除	208
第四节 选购指南	209
第十九章 多导生理记录仪	212
第一节 结构原理简介	212
第二节 使用方法及使用注意事项	215
第三节 检测校准	217
第四节 日常维护与常见故障排除	219
第五节 选购指南	220



第二十章 移液器	222
第一节 结构原理简介	222
第二节 分类及移液技术	223
第三节 使用方法及注意事项	224
第四节 日常维护与常见故障排除	225
第五节 检测校准	227
第六节 选购指南	232
第二十一章 液相色谱-质谱联用仪	234
第一节 结构原理简介	234
第二节 使用方法及注意事项	235
第三节 日常维护与常见故障排除	236
第四节 检测校准	238
第五节 选购指南	239
附录 与医学计量密切相关的国家检定规程和校准规范	241
参考文献	247

第一章 医学实验仪器设备及其质量控制

第一节 医学实验仪器设备的概述

一、医学实验仪器设备在医学研究中的作用

医学实验仪器设备,顾名思义是用于医学领域科学研究的仪器。在人类认识生命物质的组成、特性,观察组织结构的状态分布,揭示生命活动的内在规律,诊断和治疗疾病的不断探索过程中,医学实验仪器设备都发挥了重要作用。人们用超净工作台、生物安全柜等设备营造所需的实验环境;用医用冰箱、冰柜等设备储存样品、试剂;用培养箱、烘箱、高压灭菌器等温、湿度调控设备设置所需的实验条件;用显微镜、切片机等形态研究设备来观察物形态;用离心机、电泳仪等分离设备来处理实验样品;用质谱仪、酶标仪等检测设备进行分析测试。20世纪60年代以来,由于科学技术,特别是生命技术的迅速发展,医学实验仪器设备的新产品不断涌现,极大地增强了医学研究的实验设计和检测分析能力,拓宽了科研范围。

可以说,医学实验仪器设备已经成为基础医学研究、临床检验、药物研制、食品药品检测、卫生环境监测和法医鉴定中不可或缺的物质手段和保障基础。近年来,随着医学实验仪器设备数量的增加,医学科研人员和检测人员对医学实验仪器设备的依赖程度日益提高,在熟悉各类医学实验仪器设备的结构原理和应用范围的同时,了解并掌握仪器设备的操作使用、日常维护和质量状态,才能更有效地发挥这些仪器设备的作用。

二、医学实验仪器设备和医学研究的关系

随着新型材料的广泛应用、制造工艺的不断创新和计算机技术的迅速提高,多功能、高精度的新型实验仪器不断推出,为医学研究和医学检测提供了更多的技术方法和手段,极大地促进了现代医学的发展。现代医学的发展,尤其是现代病原生物学、分子生物学和分子免疫学的迅猛发展,扩展了医学实验仪器设备的应用空间,提供了更多更新的检测技术,同时也对医学实验仪器设备提出新的要求,进一步推进了医学实验仪器设备发展和应用。近年来,现代医学和医学实验仪器设备相互促进,共同发展,共同提高,形成了良性循环。

三、医学实验仪器设备的分类

医学实验仪器设备种类十分庞杂,既不利于实验室仪器设备的管理,也加大了相关技术培训的难度,不利于实验人员或医学工程人员系统地掌握医学实验仪器设备相关知识。因此无论是出于实验室设备管理,还是技术培训要求,都应将医学实验仪器设备进行科学系统的分类。实现医学实验仪器设备的合理分类需要综合考虑医学学科的分类、仪器原理所涉及的专业以及国内仪器设备的管理现状等诸多因素,而医学实验仪器设备品目繁多,研究方

向不同和应用场合多样,使得分类工作变得异常困难。目前,实验人员通常根据医学实验仪器设备的大致用途粗略地将其分成分析测试仪器、实验环境设备、形态研究仪器和纯化分离设备几类,尚无绝对权威的医学实验仪器设备分类标准。

1. 按工作原理分类

按仪器的工作原理可将分析仪器细分为电化学式分析仪、热学式分析仪、磁学式分析仪、光学式分析仪、射线式分析仪、色谱分析仪、电光学和离子光分析仪、物性测定仪和其他分析仪等9类。

2. 按计量管理需求分类

当前国际公认的法制计量领域包括贸易结算、安全防护、医疗卫生、环境监测等,而医学实验仪器设备主要应用于医疗卫生领域,有时还涉及安全防护和环境监测,服务于上述领域的医学实验仪器设备属于法制计量管理的范畴。因此,许多医学实验室,尤其是从事食品、药品检测与评价的实验室和医院的临床实验室,需要更为严格的计量管理。根据仪器的溯源或质控方式,可以将其分为计量仪器、分析/测量系统和辅助仪器设备三大类。

(1) 计量仪器

目前,许多医学实验室根据仪器的溯源方式,通常把实验中能通过计量检定或计量校准的方式进行有效溯源的测量仪器称为计量仪器,其溯源性通过周期性检定或校准来保证,国家颁布有相应的检定规程或校准规范。这类仪器大多数为医学实验室的基本实验工具,通常包括天平、温度计、分光光度计、玻璃容器、移液器、气相色谱仪、液相色谱仪等。

(2) 分析/测量系统

医学实验仪器设备品种繁多、更新较快,许多具有测量功能的分析测量系统,尚无相应的计量检定规程或校准规范,不能通过检定或校准进行量值溯源。因此,除了计量仪器外,医学实验室,尤其是医学临床实验室还配备着许多这样的精密仪器:它们大多属于测量系统,无法通过检定或计量校准进行溯源。这类仪器主要有:全自动生化分析仪、全自动酶免分析仪、血液分析仪、PCR仪、流式细胞仪、质谱仪等。

这类仪器的溯源性和准确性通常借助于标准物质、校准品或者质控品,通过实验室开展室内质量控制,定期参加室间质评、实验室能力验证、比对,或请仪器设备生产厂家进行定期校准的方式来保证。

(3) 辅助仪器设备

医学实验室通常把用于分析、检测以外的仪器设备称为辅助仪器设备,这类设备通常没有量值要求,比如大多数的采样、制样、抽样用设备。这类设备主要有:①超净工作台、正、负压实验箱,生物安全柜等医学实验环境设备;②医用冰箱、冰柜、培养箱、烘箱、高压灭菌器等温、湿度控制调节设备;③显微镜、切片机等形态研究实验仪器;④离心机、电泳仪纯化分离设备。这些仪器有的本身不提供量值,有的虽能形成可量化的实验条件,但其设定参数的准确度还需依靠其他测量仪器来保证,因此一般不需要计量检定或校准。比如医用冰箱、恒温水浴箱和马弗炉等为各种实验或检测提供所需的温度场,但温度场的温度一般由专用温度计给出,实验或检测数据的准确性和溯源性也是通过对温度计的溯源来保证。

3. 按功能特点分类

(1) 称量设备

电子天平、移液器。

(2) 医学实验环境设备

正压净化实验室、超净工作台、生物安全柜和独立通气笼盒等。

(3) 温、湿度控制调节设备

医用冰箱、冰柜、恒温水浴箱、培养箱、烘箱、马弗炉、高压灭菌器等。

(4) 形态实验仪器

各类显微镜(如光学显微镜、电子显微镜、扫描隧道显微镜等)、显微图像分析仪以及切片机等设备。

(5) 纯化分离仪器

冷冻离心机、超高速离心机等各种离心机,离子交换层析、凝胶层析等各类层析设备,以及亲和纯化等设备。

(6) 电生理仪器

心电图机、脑电图机、肌电图机、膜片钳和多参生理记录仪等。

(7) 分析仪器

分析仪器是指用以测定某物质的存在、化学组成、分子结构及某些物理特性的仪器设备,通常会给出定量测试结果,是医学实验仪器设备中最重要的组成部分。包括酶标仪、流式细胞仪、分光光度计、色谱仪、质谱仪、X射线单晶体衍射仪、磁共振波谱仪、基因芯片扫描仪等。分析仪器种类繁多,有的用于结构状态、空间分布、微观分布等有关特征的分析,有的可进行微区分析、遥测分析等,很多分析仪器同时兼具定性分析和定量分析功能。特别需要说明的是,由于许多新型分析仪器灵敏度高,所需试样量少,有时仅需几微克,甚至还可以对样品进行无损伤分析测试,这对于活体组织的分析具有重要的意义。

四、医学实验仪器设备的特点

现代医学实验仪器设备种类繁多,功能各异,总体上来说有以下特点:

(1) 品种多、数量大

医学研究和服务对象——人体的生物复杂性决定了医学实验仪器设备种类繁多,而用于基础医学研究、临床检验、药物研制、食品药品检测、卫生环境监测和法医鉴定的医学实验仪器设备,由于其对象和目标不同,在仪器配置上也有许多不同的特点。因此,医学实验仪器设备的品种远大于医院医疗设备的品种。目前,医学实验仪器设备广泛应用于各级医疗卫生单位和广大科研院所,其在用设备的数量也极为庞大。

(2) 技术先进,涉及领域广

医学实验仪器设备因其服务于科学研究的工作特质,常常紧跟相关学科前沿,其原理涉及基础物理、物理化学、电化学、生物物理、结构分析、电子技术、材料学、计算机技术等多个领域,它们是多学科技术相互渗透的产物。

目前随着社会对基础医学研究、临床检验、药物研制、药品检测、卫生环境监测和法医鉴定的日益重视,原有传统实验设备不断更新、升级,更先进的仪器设备也源源不断地进入医学领域实验室。同时,现代医学实验技术正向着多学科交叉渗透、多学科智能密集型方向发展,许多大型精密仪器设备应用于医学领域,如双光子聚焦显微镜等更是多学科智能化的集

中体现。

(3) 结构复杂,集成化程度高

医学实验仪器设备,尤其是现代分析仪器大多是集光、机、电于一体的仪器,使用的元器件种类繁多。自动化程度越高、功能集成度越高、体积较同类产品更加小巧的仪器设备,其结构就会更加紧凑、复杂。

第二节 医学实验仪器设备的主要技术指标

在医学实验仪器设备中,对实验数据和检测结果有重要影响的设备通常是称量仪器和分析仪器,可以说医学领域中绝大多数的实验、检测数据均是由这两类仪器提供。从计量的角度,这两类仪器都可归到测量仪器和测量系统的范畴。

JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》定义测量设备为“单独或与一个或多个辅助设备,用于进行测量的装置”,还定义测量系统为“一套组装的并适于特定量在规定区间内给出测得值信息的一台或多台测量仪器”,并指出测量系统通常还包括其他装置如试剂和电源。JJF 1001—2011 也解释到“一台可单独使用的测量仪器是一个测量系统”“一个测量系统可以仅包括一台测量仪器”。

常用来描述测量仪器特性的技术指标主要包括测量范围、最大允许误差、准确度等级、分辨力、灵敏度、检测极限、选择性、响应时间、线性范围、稳定性、重复性等。

一、测量范围

测量范围又称测量区间、工作范围或工作区间,原先定义为“是指使测量仪器的误差处在规定极限内的一组被测量值”,最新公布的 JJF 1001—2011 将定义更改为“在规定条件下,由具有一定的仪器不确定度的测量仪器或测量系统能够测量出的一组同类量的量值”。如某型号电子体温计的技术资料表明其“温度显示范围 $32^{\circ}\text{C} \sim 42^{\circ}\text{C}$,最大允许误差为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ”,则可以认为其测量范围为“ $32^{\circ}\text{C} \sim 42^{\circ}\text{C}$ ”。

二、最大允许测量误差、准确度等级和仪器不确定度

从测量范围的定义中可以看出,测量仪器的测量范围与测量仪器的误差所规定极限及测量仪器的测量不确定度密切相关,也就是说和测量仪器测量准确度密不可分,定量描述测量仪器准确度的指标主要有:最大允许误差、准确度等级和测量仪器的不确定度。仪器的测量范围与一定的最大允许误差、准确度等级或测量仪器的不确定度对应。

1. 最大允许测量误差

对给定的测量仪器,最大允许测量误差是指“由规范或规程等所允许的,相对于已知参考量值的测量误差极限值”,常常简称为最大允许误差,又称误差限。它是一个人为规定的技术指标,最大允许误差有上限和下限,通常为对称限,表示时应有“ $\pm$ ”号。当然也有不对称的最大允许误差,比如检定规程 JJG 111—2003《玻璃体温计》规定体温计的允许误差限为: -0.15°C , $+0.10^{\circ}\text{C}$ 。

可以用绝对误差、相对误差等多种形式表达最大允许误差,下面举例进行说明:

(1) 用绝对误差表述

比如标称值为 $1\ \Omega$ 的标准电阻,说明书指出其最大允许误差为 $\pm 0.1\ \Omega$,则表明该电阻器阻值的允许范围为 $0.9\ \Omega \sim 1.1\ \Omega$ 。检定规程 JJG 705—2002《液相色谱仪》要求“液相色谱仪柱温箱的温度设置值误差不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$ ”,其实也是最大允许误差的概念,其含义是柱温箱的温度设置最大允许误差为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

(2) 用相对误差表述

比如某呼吸机检测仪的潮气量测量范围为 $100\ \text{mL} \sim 2\ 000\ \text{mL}$,最大允许误差为 $\pm 1\%$,这说明在潮气量测量范围内每个示值的误差限用绝对误差表示时均不同: $100\ \text{mL}$ 时为 $\pm 1\ \text{mL}$; $1\ 000\ \text{mL}$ 时为 $\pm 10\ \text{mL}$ 。

(3) 用引用误差等表述

用绝对误差与特定量值之比表示,特定量值通常采用测量仪器测量范围的上限值(满刻度值)或量程。比如一台 $0 \sim 150\ \text{V}$ 的电压表的最大允许误差为 $\pm 1\% \text{FS}$ (FS 为满刻度值的英文缩写),则说明此电压表任意刻度的允许误差限均为 $\pm 1.5\ \text{V}$ (即 $\pm 1\% \times 150\ \text{V}$)。

(4) 用绝对误差、相对误差、引用误差几种形式组合表述

比如某数字电压表的技术指标为: $\pm (1 \times 10^{-6} \times \text{量程} + 2 \times 10^{-6} \times \text{读数})$,就是引用误差和相对误差组合形式。

值得注意的是,目前还有不少分析仪器技术说明书上给出的最大允许误差时,常常错用准确度来描述,例如“准确度为 $\pm 2\%$ ”“准确度小于 $\pm 0.1\ \text{mg}$ ”,这种表述并不准确。测量仪器的准确度是指测量仪器给出接近于真值的响应能力,是个定性的概念,通常准确度用高低来表述。

此外,有些仪器会用固有误差(又称基本误差)来描述仪器的准确度信息,固有误差指的是“在参考条件下确定的测量仪器或测量系统误差”。

2. 准确度等级

准确度等级是用来定量表述测量仪器测量示值接近于测量真值的能力的术语之一,其定义是“在规定的条件下,符合规定的计量要求,使测量误差或仪器不确定度保持在规定极限以内的测量仪器或测量系统的等别、级别”。准确度等级通常按约定注以数字或符号。若想确切知道 0.02 级实验室酸度计的示值误差要求,需查阅 JJG 119—2005《实验室 pH(酸度)计》。JJG 119—2005 规定:“0.02 级实验室酸度计,电计示值误差不超过 $\pm 0.01\ \text{pH}$,配套检定时仪器示值误差不超过 $\pm 0.02\ \text{pH}$ 。”若要查找一个 $50\ \text{mL}$ 的 A 级单标线吸量管容量允差,应查阅 JJG 196—2006《常用玻璃容器》,规程规定其容量允差为 $\pm 0.05\ \text{mL}$ 。

值得注意的是,测量仪器按等使用必须按修正值进行修正,使用其实际值。医学实验仪器设备中按等使用仪器并不多见,只有以前生产的砝码和标准温度计是按等使用的。测量仪器按级使用,只要经计量检定不超出允许偏差的范围,就可使用其标称值,不必修正,比如 0.01 级酸度计经计量检定合格,可以直接使用其示值。

3. 仪器的测量不确定度

仪器的测量不确定度是“由测量仪器或测量系统引起的测量不确定度分量”。它可以通过计量检测机构对测量仪器或测量系统校准得到。不确定度则是一个用来表征赋予被测量量值分散性的非负参数,是一个表征给出的测量结果的不可确定程度和可信程度的参数。

通常测量仪器计量性能的局限性是影响不确定度的重要因素,有些时候测量仪器的性能(最大允许误差、分辨力、灵敏度及稳定性等)不理想是影响测量结果不确定度的最主要来源。

三、分辨力

分辨力是指“引起相应示值产生可觉察到变化的被测量的最小变化”。在实际使用中,我们所说的“分辨力”通常是指测量仪器“显示装置的分辨力”。显示装置的分辨力是指“能有效辨别的显示示值区间的最小差值”。对于模拟式指示仪表,其分辨力为最小分度值的 $1/2$ 。如量杯的最小分度值为 10 mL ,则其分辨力为 5 mL 。数字显示测量仪器的分辨力为最低位数字变化一个字时的示值差。比如一支数字温度计最低位数字变化一个字时的示值差为 1°C ,则其分辨力为 1°C ;若其最低位数字变化一个计数时,示值差为 0.2°C ,则其分辨力为 0.2°C 。

不同的仪器,分辨力的表现形式也不尽相同。对于显微镜,分辨力是指显微镜分辨被物体的微细结构的能力;分光系统的波长分辨力是指分光元件分辨相邻两谱线的能力。由于质谱仪是区分物质的质量数,故其分辨力是指区别样品质量数的能力。简而言之,分辨力这个概念,对于不同的仪器,分辨力有不同的含义,但其基本概念是一致的。

四、灵敏度

灵敏度通常是指测量系统的灵敏度的简称,指的是“测量系统的示值变化除以相应的被测量值变化所得的商”。它反映的是由被测量(输入)的变化而引起测量仪器示值(输出)变化的程度,用被观察变量的增量(输出量)与相应被测量的增量(输入量)之商来表示,计算公式见式(1-1)。

$$S = \frac{\Delta y}{\Delta x} \quad (1-1)$$

式中:

Δy ——输出增量;

Δx ——表示输入增量。

在实际使用中,如测量系统灵敏度为线性,常用上式表示。若灵敏度为非线性,常用导数形式表达,计算公式见式(1-2)。此时测量仪器的灵敏度反映在输出与输入特性曲线上是曲线上各点的斜率。

$$S = \frac{dy}{dx} \quad (1-2)$$

由于各种测量仪器作用机制不同,灵敏度的计算式和量纲也不同。如用气相色谱仪测试气体样品,若使用浓度型检测器所得灵敏度单位是 $\text{mV} \cdot \text{mL} \cdot \text{mL}^{-1}$;而使用质量型检测器所得灵敏度是 $\text{s} \cdot \text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

值得注意的是,对于同一台测量仪器,不同量程上的测量灵敏度很可能是不同的。对于同一台分析类测量仪器,其灵敏度在测量不同含量、不同对象时是不相同的。因此,要比较仪器的灵敏度,必须给定一定条件,如指定某一量程范围、测量某一对象的值(如某一具体浓度或含量)等。

五、分析检出限

检出限(LOD)通常和测量程序相关, JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》规定:由给定测量程序获得的测得值,其声称的物质成分不存在的误判概率为 β ,声称物质成分存在的误判概率为 α (国际理论和应用化学联合会(IUPAC)推荐 α 和 β 的默认值为0.05)。分析仪器也常常用检出限来衡量该仪器“能确切检测出某物质的最小含量”的能力,分析仪器的检出限是与JJF 1001—2011定义的“检出限”密切相关的一个技术参数,但含义却不同,仪器的检出限是指“按照规定的测量程序使用该仪器时,以可以接受的不确定度检测出某种物质的最小含量”。有些技术文献也称之为仪器的检测极限、检测限、检出极限或最小检测量。仪器的检出限是个衡量分析仪器性能优劣的重要指标,它有时比灵敏度更具明确的意义,因为检出限考虑到了仪器噪声对测量的影响,并明确地指出了测定的可靠性。一台仪器的检测极限与仪器自身的噪声水平密切相关,测量系统的电子线路都有一定的噪声,噪声随测量信号同时放大,噪声太大时,会将测量信号淹没而不能被确切地辨认。因此检测极限就受到噪声信号的限制,计算公式见式(1-3)。

$$DL = \frac{nN}{S} \quad (1-3)$$

式中:

DL ——检测极限;

N ——噪声水平(在输出端测量的测量结果);

n ——安全系数;

S ——仪器的灵敏度。

一般情况下,式中噪声水平 N 由实测得到,为了保险起见,实际评估检测极限时,将实测的噪声水平放大若干倍,所放大倍数, n 值一般取1~5(在药品检测领域 n 常取2或3),如在气相色谱检测中,取 $n=2$ 。由于同一台分析仪器对不同物质的灵敏度不同,因而对不同物质的检测极限也就不同,在评价仪器性能时,需用相同的样品进行测量。例如JJG 537—2006《荧光分光光度计》规定:对于配置B类单色器(玻璃滤光片或干涉滤光片)的荧光分光光度计,用硫酸奎宁标准溶液检定其检出限应不大于 1×10^{-8} g/mL。

在进行分析仪器的检测或性能评价时,利用式(1-3)可设计仪器的检出极限检测方法,下面以荧光分光光度计为例介绍其检出极限的测量方法。

JJG 537—2006指出荧光分光光度计检出极限是利用低浓度硫酸奎宁标准溶液(对于A类单色器,质量浓度为 1×10^{-9} g/mL;对于B类单色器,质量浓度为 1×10^{-7} g/mL)和空白溶液对照进行检定的。检定时荧光光度计的灵敏度置最高,选择适当狭缝宽度,合适的激发波长和发射波长,对空白溶液和标准溶液进行连续交替11次测量。由式(1-4)和式(1-5)计算荧光强度平均值和单次测量的实验标准偏差。

$$\bar{F} = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m (F_{ji} - F_{j0}) \quad (1-4)$$

式中:

$\bar{F}$ ——荧光强度平均值;

m ——测量次数;