

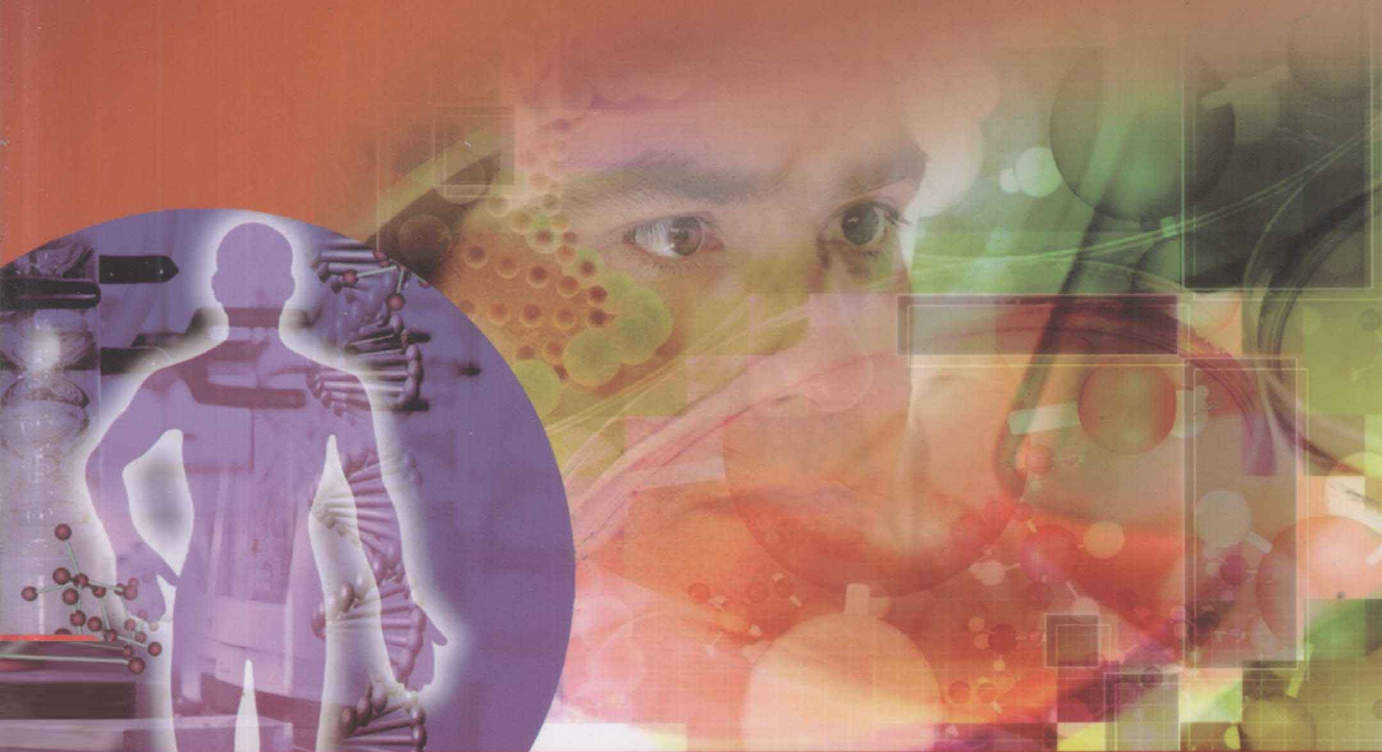


国家级实验教学示范中心
中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等医药院校教材

供预防医学专业及后期转化专业使用

预防医学实习指导

王朝旭 樊立华 主编



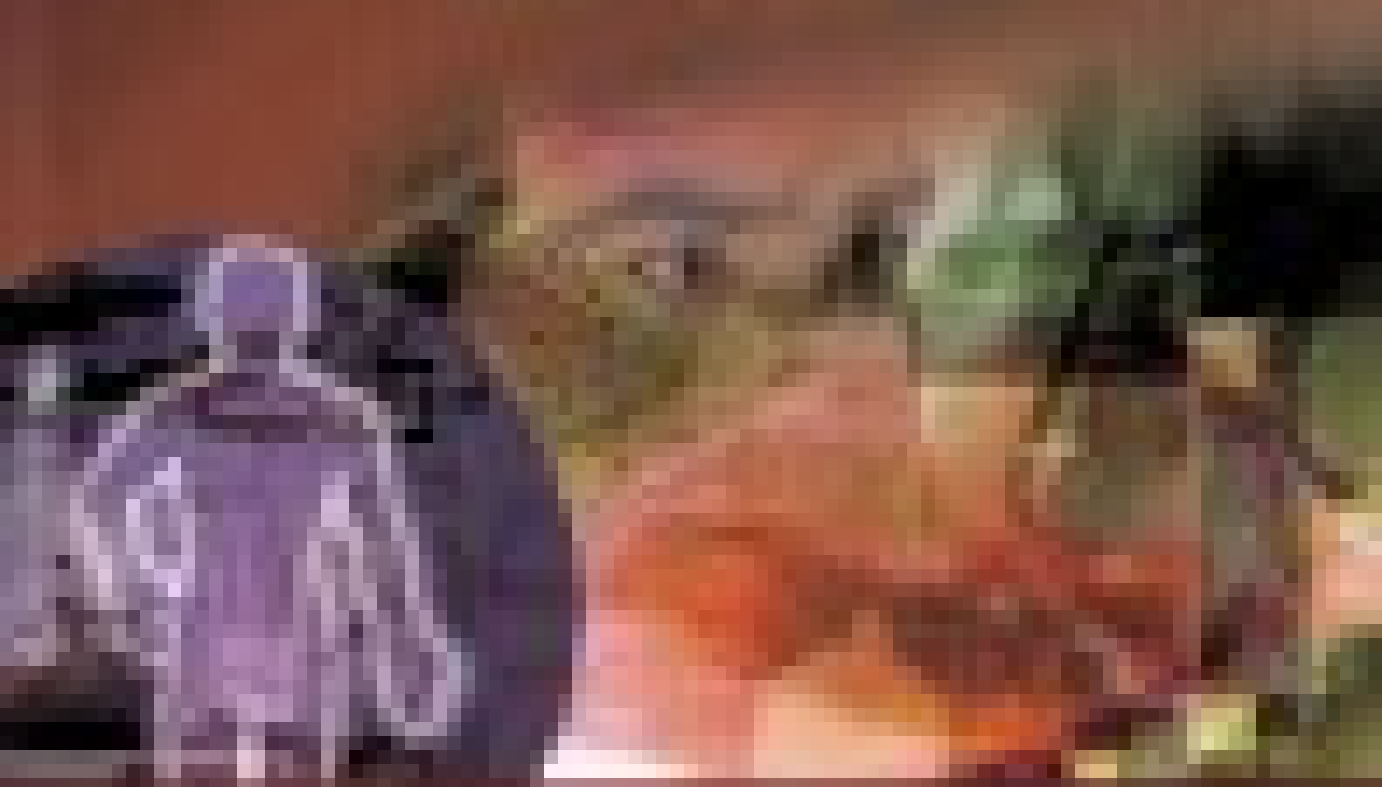
科学出版社



教育部继续教育部培训中心
中国医学科学院肿瘤医院预防医学培训中心
全国高等医药院校教材

预防医学实习指导

主 编 董 晓 宇 副 编 王 颖



人民卫生出版社

国家级实验教学示范中心
中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等医药院校教材
供预防医学专业及后期转化专业使用

预防医学实习指导

主 编 王朝旭 樊立华

主 审 孙长颢

副主编 闻 颖 姜丽英

编 者(以姓氏笔画为序)

王 永	王 帆	王迎晨	王茂清	王朝旭
田文静	刘宇鹏	刘丽燕	孙彩虹	李丹娜
李 霞	李 鑫	吴永会	应长青	张 旻
张慧颖	周海波	赵亚双	胡付兰	侯绍英
闻 颖	姜丽英	姜 珊	夏 薇	郭福川
唐玄乐	梁 爽	董淑英	鲍春丹	

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

本书是从21世纪我国公共卫生事业的发展及卫生改革的需求和适应课程体系改革的需要出发,以培养预防医学高级人才为目标,以“三基”训练为基础,将预防医学专业的基础课程(卫生化学、卫生微生物学和卫生毒理学)和专业主干课程(儿童少年卫生学、营养与食品卫生学、劳动卫生学、环境卫生学与流行病学)原有的实验教学形式和内容进行了必要的调整与改革,编写了本教材。主要内容除了必要的基础实验外,整合了原有单科实验教学内容,增加了大量的综合实验与案例分析等。本教材既注重基础理论、基本知识、基本技能训练,更注重培养学生创新能力及实际工作能力。

本教材可供预防医学本科生和硕士生使用,也可作为预防医学科研工作者的参考书籍。

图书在版编目(CIP)数据

预防医学实习指导 / 王朝旭,樊立华主编. —北京:科学出版社,2012.5
国家级实验教学示范中心·中国科学院教材建设专家委员会规划教材·全国高等医药院校教材

ISBN 978-7-03-034219-5

I. 预… II. ①王… ②樊… III. 预防医学-医学院校-教材 IV. R1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 085503 号

责任编辑:胡治国 / 责任校对:包志虹

责任印制:肖 兴 / 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>

双青印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012年5月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2012年5月第一次印刷 印张:16 1/4

字数:464 000

定价:39.80 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

为适应 21 世纪公共卫生事业发展,培养高素质的公共卫生与预防医学复合型人才的需要,我们针对当前预防医学教学中存在的弊端,对预防医学专业培养方案进行了修订,对预防医学专业实验课程体系、教学内容、教学方法、实验教学考核等进行了相应的调整,本实验教材是为适应预防医学实验教学的改革而编写的。

本教材的编写思路是从实际工作出发,以课题为主线,以问题为中心,打破学科间壁垒,改变传统“验证性”实验教学模式,将实验教学、理论教学与社会实践相结合;保持学科发展的连续性和教学秩序的稳定性和科学性、先进性和实用性;教材中既包含了综合实验的内容,也涵盖了典型的公共卫生突发事件案例的处理;既注重基础理论、基本知识,基本技能训练,更注重学生创新能力和实际工作能力的培养。

教材中的大部分内容已经经过多年的教学实践并不断修改、补充和调整,但由于时间和学术水平所限,疏漏和错误之处在所难免,衷心希望使用本教材的广大师生和同仁提出批评指正。

王朝旭 樊立华

2012 年 2 月

目 录

实习一	预防医学现场调查研究设计与数据统计分析	(1)
实习二	可见分光光度计主要性能检定	(7)
实习三	原子吸收分光光度法测定锌含量及方法评价	(10)
实习四	离子选择电极法测定自来水中氟含量及仪器条件优化	(12)
实习五	气相色谱法测定水中苯系物及方法评价	(14)
实习六	尿中马尿酸和甲基马尿酸的检测方法设计与评价	(17)
实习七	荧光分析法测定尿中维生素 B ₂ 的含量及方法优化	(19)
实习八	氢化物发生原子荧光光谱法测定水中硒及方法评价	(21)
实习九	水中菌落总数及大肠菌群的测定与评价	(23)
实习十	实验动物一般操作技术	(31)
实习十一	农药安全性毒理学评价	(33)
实习十二	儿童生长发育测量与评价	(43)
实习十三	教育过程卫生评价及教室的卫生调查	(61)
实习十四	食物蛋白质营养价值评价	(73)
实习十五	膳食调查及结果评价	(77)
实习十六	鲜奶的卫生质量检验与评价	(81)
实习十七	饮料的卫生质量检验与评价	(87)
实习十八	肉类的卫生质量检验与评价	(91)
实习十九	食物中毒调查处理案例分析	(97)
实习二十	食品安全监督管理案例讨论	(103)
实习二十一	校园大气环境质量监测与评价	(109)
实习二十二	大气污染物对人群健康的影响评价	(123)
实习二十三	集中式给水水源选择和水源卫生防护	(126)
实习二十四	地表水环境质量评价	(134)
实习二十五	看图法及住宅设计图审查	(138)
实习二十六	工作场所职业卫生学综合分析与评价	(141)
实习二十七	疾病频率测量	(164)
实习二十八	描述性研究	(170)
实习二十九	病例对照研究	(181)
实习三十	队列研究	(192)
实习三十一	实验流行病学	(198)
实习三十二	暴发调查案例分析	(206)
实习三十三	胃癌的病因学研究	(216)

实习三十四 糖尿病的血清流行病学调查分析	(227)
实习三十五 乙型肝炎的血清流行病学调查分析	(231)
实习三十六 梅毒的血清流行病学调查分析	(235)
实习三十七 突发公共卫生事件的预防与控制	(246)
主要参考资料	(254)

实习一 预防医学现场调查研究设计与数据统计分析

(一) 现场调查研究设计

在预防医学现场调查研究中,有些研究不需要对观察对象施加任何干预措施,只是对被调查的对象的实际情况进行调查,此种方法称现场调查研究。一般以涉及探索行为为目的,了解观点、态度、信念、期望、状况特点及指示程度等方面的研究。

现场调查研究设计的基本内容如下:

1. 明确调查目的和指标 根据研究的目的,调查指标分为两类:

(1) 了解总体参数,说明总体特征(如某病患率、环境中某有害物质的平均浓度)。

(2) 研究事物间的相关联系,探索病因(如某病的相关危险因素等)。

一般而言,结合需要和可能选择灵敏度高、特异度高,有客观检查做依据的指标。

2. 调查研究分类

(1) 按调查对象分:普查、抽样调查和典型调查。了解总体参数选择普查或抽样调查,说明事物典型特征可用典型调查。

(2) 按抽取样本的方式分:概率抽样调查(简单随机抽样、系统抽样、分层随机抽样、整群抽样);非概率抽样(偶遇抽样、判断抽样、定额抽样、雪球抽样)。

(3) 按调查时间顺序分:回顾性调查、现况调查和前瞻性调查。

(4) 按资料来源分:初级资料调查(实地调查)和次级资料调查(文案调查)。

(5) 按组织形式分:专项调查、连续性调查和搭车调查。

3. 确定调查对象和数量

(1) 调查对象:是指所要研究的总体,即根据调查目的确定观察哪些对象。对象要具体明确,观察单位要清晰,不能相互包含,不能模糊不清。

(2) 调查范围:明确空间范围(哪些地区的事物)和时间范围(什么时间发生的现象)。

(3) 样本含量的估计:样本例数过少时,所得指标不够稳定,用于推断总体的精度差,检验效能低;而样本例数过多,则造成不必要的浪费,也给调查的质量控制带来更多的困难,在保证一定精度和检验效能的前提下,确定最少的观察单位数。

样本量的估计分为两类:一类是作参数估计时样本含量的估计,另一类是做指标比较时的假设检验中样本含量的估计。

4. 调查的组织和实施 由于现场调查情况十分复杂,调查者应周密考虑。

(1) 预调查:正式调查前,应做小范围的调查,只有预调查成功后,才能批量印刷调查表并正式使用。

(2) 要做好以下几项工作:①组织领导和广泛地宣传动员;②调查点的良好人际关系和支持;③调查员的选择和培训;④任务分工与经费运算;⑤调查表的准备;⑥质量控制方案。

5. 调查研究的质量控制 调查研究的质量控制贯穿于研究设计、研究实施以及结果分析与总结的各个环节,各个环节产生误差和偏倚,均可影响研究的精确性与真实性。

6. 实际工作中,经常采用抽样调查法和问卷调查方法

(1) 抽样调查方法:见表 1-1。

表 1-1 四种基本抽样方法比较

抽样方法	优点	缺点	适用范围
单纯随机抽样	简单直观,是其他抽样的基础; 均数(或概率)及标准误计算 方便	例数较多时,编号麻烦,实际工作中难以 办到;当总体变异大时,代表性不如分 层抽样;样本分散,难以组织调查	是其他抽样方法的基础, 主要用于总体不大的 情形
系统抽样	简便易行;易得到按比例分配 的样本;样本在总体中的分 布较均匀	观察单位按顺序有周期趋势或单调递 增(减)时易产生偏差	主要用于按抽样顺序个体 随机分布的情形
整群抽样	便于组织;节省经费;容易控制 调查质量	样本例数一定时,抽样误差大于单纯 随机抽样(因样本未广泛散布于总 体中)	主要用于群间差异较小的 情形
分层抽样	减少抽样误差;便于对不同层 采用不同抽样方法;不同层 可独立分析	分层变量选择不当,层内变异较大,层 间均数相近,分层抽样就失去意义	主要用于层间差异较大的 对象

(2) 问卷调查方法:调查表就是把调查项目按提问的逻辑顺序列成供调查使用的表格。调查表的一般结构如下:①调查表的名称和编号;②一般项目:姓名、性别、出生日期、出生地、民族和文化程度等;③调查研究项目:这一部分是按一定顺序编排的,如疾病史,职业暴露史和家族遗传史等;④结尾部分:通常是调查员对调查可信程度的估计等;⑤结束部分:包括调查员签字、调查日期。

调查表的填写应力求简单清楚,多用选择、填空以及简单的符号(如“√”,“—”,“○”,“×”等)或数字,少用文字回答。必要时编写填写说明。

调查表实例

编号:□□□□□□□

某地人群糖尿病知行信调查表

填表指导:本调查表是为了解某地人群对糖尿病知识、态度、行为而设立的,不记名,请您填写真实情况。有线条的地方据实填写,其余在选项的标号上打钩“√”即可。谢谢您的配合!

一、一般情况:

1. 年龄:(1)20~40 (2)40~49 (3)50~59 (4)60~69 (5)>70

2. 民族:(1)汉族 (2)朝鲜族 (3)回族 (4)满族 (5)蒙古族 (6)其他

3. 职业:(1)工人 (2)农民 (3)军人 (4)干部 (5)科技人员、医务、教师

(6)商业、企政(服务人员) (7)家庭妇女 (8)离退休人 (9)待业人员

(10)学生 (11)其他

4. 现身高___cm,现体重___kg,近两年体重变化:(1)上升 (2)下降___kg (3)无

5. 文化程度:(1)初中文化以下 (2)高中或中专 (3)大专及本科以上

6. 家庭总收入:(1)<1000 元/月 (2)1000~2000 元/月 (3)>2000 元/月

7. 您享受的医疗保险制度:(1)公费 (2)全民医保 (3)医疗保险 (4)全自费

8. 患病年份:(1)<1 年 (2)<5 年 (3)5~10 年 (4)10~15 年 (5)>15 年

9. 其他患病史:(1)高血压 (2)冠心病 (3)脑梗死 (4)心肌梗死 (5)高血脂

(6)肾脏疾病 (7)脂肪肝 (8)其他 (9)无

10. 糖尿病家族史:(1)有 (2)无

请选择最适合的答案(可多选):

11. 有关糖尿病的知识主要来源于:

(1)专业书籍 (2)广播电视 (3)报纸杂志 (4)医护人员 (5)病友

续表

(6) 营养讲座 (7) 亲人朋友 (8) 其他			
您期望的营养信息来源为_____			
12. 您控制血糖的方法是:(1) 控制饮食 (2) 药物 (3) 经常锻炼 (4) 其他			
二、知识			
1. 多饮、多食、多尿并伴有体重下降为糖尿病的常见症状吗?	(1) 是	(2) 否	(3) 不清楚
2. 肥胖的人易患糖尿病吗?	(1) 是	(2) 否	(3) 不清楚
3. 糖尿病可导致下列哪些严重并发症?			
(1) 糖尿病足病 (2) 糖尿病肾病 (3) 糖尿病眼病 (4) 糖尿病心脏病 (5) 糖尿病皮肤病			
4. 您是否知道食物交换分法:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
5. 您是否会算自己的理想体重:		(1) 会	(2) 不会
6. 您是否会计算每日食物摄入量与具体安排:	(1) 会	(2) 模糊	(3) 不会
7. 您是否知道糖尿病的禁忌食物:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
8. 您是否只控制主食:		(1) 是	(2) 不是
9. 您是否知道提供优质蛋白的食物:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
10. 您是否了解富含膳食纤维的食物是哪些:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
11. 您是否了解富含矿物质的食物是哪些:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
12. 您是否了解富含胆固醇的食物是哪些:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
13. 您是否了解富含脂肪的食物是哪些:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
14. 您是否了解富含维生素的食物是哪些:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
15. 您是否知道低血糖的症状和处理措施:	(1) 知道	(2) 模糊	(3) 不知道
三、态度			
1. 为达到健康愿意改变原有的饮食习惯吗:		(1) 愿意	(2) 否
2. 能否接受家人的监督:		(1) 能	(2) 否
3. 您能关注自己的体重吗:		(1) 能	(2) 否
4. 需要时是否愿意减肥以达理想体重:		(1) 愿意	(2) 否
5. 愿意戒烟、戒酒吗:		(1) 愿意	(2) 否
6. 愿意接受糖尿病健康宣教吗:		(1) 愿意	(2) 否
四、行为			
1. 过去半年饮酒情况:	(1) 不饮酒	(2) 每月一次左右	(3) 饮酒
2. 您对自己体重监测情况:	(1) 一周左右	(2) 一月左右	(3) 不太测量
3. 炒菜时选择的烹调油:	(1) 植物油	(2) 动物油	(3) 动植物混合油
4. 经常吃的动物性食物:	(1) 猪肉	(2) 牛羊肉	(3) 鸡鸭鱼肉 (4) 不吃肉
5. 口味与一般人比:	(1) 较重	(2) 较轻	(3) 较一致
6. 您进食速度与一般人比:		(1) 快	(2) 不快
7. 您爱吃零食吗:		(1) 是	(2) 不是
8. 经常做菜的方法:		(1) 炒	(2) 煎炸 (3) 炖
9. 工作外体力活动时间:	(1) 1小时以内	(2) 1小时以上	(3) 没有活动
10. 最近看糖尿病的书籍情况:		(1) 看	(2) 不看
11. 血糖监测间隔时间:	(1) 1周左右	(2) 1个季度左右	(3) 一年及以上
12. 配备血糖仪情况:		(1) 有	(2) 无
13. 您所吃的主食总类:	(1) 细粮为主	(2) 粗粮为主	(3) 粗细粮搭
14. 您摄入牛奶的情况:	(1) 每天吃	(2) 经常吃	(3) 偶尔吃 (4) 不吃
15. 您摄入蔬菜的情况:	(1) 每天吃	(2) 经常吃	(3) 偶尔吃 (4) 不吃
16. 您摄入水果的情况:	(1) 每天吃	(2) 经常吃	(3) 偶尔吃 (4) 不吃
17. 吃水果时是否扣除相应的主食:		(1) 是	(2) 不是 (3) 不清楚
18. 每日进食的食物种类:	(1) 1~3种	(2) 4~6种	(3) 7~8种
审核员签字:		审核日期:	

调查表注意事项:调查表要简单易懂,符合逻辑;避免使用有歧义和断定性词语;避免一问多答的问题;避免笼统、抽象和令受访者难堪的问题;避免引导性提问;提问不宜过多,要由简单逐步到复杂;定量指标半定量化要注意划分的层次。

(二) 数据统计分析原则

整理资料是将原始资料进行科学加工,使之系统化、条理化,便于进一步分析。

1. 数据的类型

(1) 定量数据:测量每个观察单位某项指标的大小而获得的资料,分为离散型和连续型数据,如年龄、身高、血压等。

(2) 定性数据:将观察单位按某种属性或类别分组计数,分组汇总各组观察单位数后而得到的资料,分为分类变量和有序变量,如性别、职业、满意度等。

2. 原始资料的收集方式

(1) 直接观察法:在现场,调查员直接对调查对象进行观察、检查、测量或计数来获得资料,如体检。

(2) 采访法:包括当面访问、调查会及信访、电话询问等。

3. 数据资料的管理

(1) 录入计算机常使用的软件有 Epi Info、Epidata、SPSS、FoxPro、Excel、Visual、FoxPro (VFP)等。推荐使用 Epidata。

(2) 录入后处理

1) 对错误和不合理的数据进行统计学处理。

2) 数据的分组:有质量分组,按被研究特征的类别来分组,如观察单位的性别、职业、疾病分类;数量分组,按被研究事物特征的数量大小分类。

3) 根据研究目的,建立新变量。根据要求给新变量赋值。

4. 统计分析 数据统计分析常用统计软件在计算机上来实现。常用的分析统计软件有 SAS、SPSS、STAT。推荐使用 SPSS。

(1) 统计描述:包括统计指标、统计表和统计图对资料的数量特征及其分布规律进行测定和描述。

1) 定量资料详见表 1-2,定性资料详见表 1-3。

表 1-2 定量资料统计描述方法小结

分布	名称	适用
集中趋势	算术均数	对称分布资料;尤其是正态或近似正态分布资料
	几何均数	等比资料、对数正态分布资料
	中位数	偏态资料、分布不明资料、分布一端或两端出现不确定值的资料
	众数	资料不限
	调和均数	对称分布资料;尤其是正态或近似正态分布资料
离散趋势	极差	资料不限
	四分位间距	资料不限
	方差和标准差	对称分布资料;尤其是正态或近似正态分布资料
	变异系数	量纲不同的变量间或均数差别较大的变量间变异程度的比较

表 1-3 定性资料统计描述小结

分类	意义	举例
频率型	通常近似的反映某一事件出现的大小	发病概率、患病概率、死亡概率
强度型	一段时间内的平均概率	发病率、死亡率、出生率
结构型	说明各构成部分在总体中所占的比重和分布	构成比
相对比型	任意两个相关联的变量之比	相对危险度

2) 统计表:采用国、内外统一的“三线”表。将统计数值或统计指标用表格的形式列出成为统计表。列表原则:重点突出,简单明了、主谓分明、层次清楚。在表达最终结果时,一般均数有效位数与原始数据一致,标准差或标准误有时需多增加一个位数。百分比一般保留一位小数。

3) 统计图:将统计数据或统计指标用图形的方式表达称为统计图。常用统计图见表 1-4。

表 1-4 统计图小结

类型	意义
直条图	用等宽直条的长度来表达参与比较的指标的大小
百分条图	用直条的长度或面积表达事物各组成部分在全体中的比重
圆图	用同一圆形中的扇形面积表达事物各组成部分在全体中的比重
线图	用线段的升降表达一事物的量随另一事物的变化的趋势,或某事物的量随时间变化的过程
半对数线图	表达事物间相对变化速度的比较
直方图	表达连续性定量变量的频数分布
散点图	用点的密集程度和趋势表示两变量间的相关关系
统计地图	用不同的纹线或颜色说明指标的高低,描述某事物现象在行政区域上的分布情况

(2) 统计推断

1) 正态性和方差齐性检验:正态性检验使用图示法($P-P$ 法、 $Q-Q$ 法)或统计检验法(W 检验、 D 检验、矩法)。方差齐性检验使用 F 检验和 Bartlett 检验。

2) 定量数据统计方法:见表 1-5。

表 1-5 定量数据统计方法小结

设计类型	资料满足条件	统计方法
单组设计	正态	t 检验
	非正态	符号检验、变量变换
配对设计	差值服从正态分布	t 检验
	差值不服从正态分布	符号检验
成组设计	两组服从正态分布且方差齐	t 检验
	两组不服从正态分布或方差不齐	符号秩和检验(Wilcoxon 检验)
单因素多水平设计	各组服从正态分布且方差齐	完全随机设计方差分析
	各组不服从正态分布或方差不齐	Kruskal-Wallis 检验
配伍组设计	各组服从正态分布且方差齐	随机区组方差分析
	各组不服从正态分布或方差不齐	Friedman 检验

3) 定性数据统计方法:一般用 χ^2 检验、秩和检验和 Ridit 分析。

4) 两变量关联性分析:利用散点图初步判断两个变量是否有线性关系,利用表 1-6 方法计算相关系数,并作假设检验。

表 1-6 变量关联性分析小结

资料	满足条件	类型
定量资料	正态	线性相关
	不服从正态	秩相关
定性资料	双向无序、单向有序、双向有序	Pearson 列联系数
		Spearman 相关系数

5) 回归分析:线性回归、Logistic 回归和 Cox 回归。

(李丹娜)

实习二 可见分光光度计主要性能检定

(一) 实验目的

- (1) 掌握可见分光光度计的检定方法和仪器的使用。
- (2) 熟悉可见分光光度计的主要性能和技术指标。
- (3) 了解可见分光光度计的基本结构。

(二) 方法原理

可见分光光度计是根据物质的分子对可见光区电磁辐射的吸收特征和吸收程度对物质进行定性或定量分析的仪器。其测量原理依据 Lambert-beer 定律。

$$A = \lg \frac{I_0}{I_t} = -\lg T = \epsilon bc$$

为了确保可见分光光度计分析的灵敏度和准确度,需要定期对仪器检定,通过对一些特定技术指标的评价,了解仪器是否处于良好状态。

不同型号仪器的性能和技术指标不同,可以按照仪器说明书中的标准进行评价。

(三) 仪器试剂

1. 仪器与器材 可见分光光度计;1cm 玻璃吸收池;镜头纸;滤纸;洗瓶;一次性吸管;烧杯;锗钨玻璃滤光片,具有 2nm、4nm、6nm 带宽下测得的吸收峰波长标准值;可见光区光谱中性滤光片,透光度标称值分别为 10%、20%、30%。

2. 试剂

(1) 氯化钴溶液:准确称取 4.0373 克氯化钴($\text{CoCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),用 0.1mol/L 盐酸溶液溶解,并稀释至 100ml,摇匀,此溶液钴的质量浓度为 $1.00 \times 10^4 \text{ mg/L}$,作为标准储备液;以此溶液配制 2000 $\mu\text{g/ml}$ 、6000 $\mu\text{g/ml}$ 、10000 $\mu\text{g/ml}$ 的溶液。

(2) 亚硝酸钠溶液:准确称取经干燥至恒重的亚硝酸钠 5.00g,用蒸馏水溶解后,稀释至 100ml,摇匀,此溶液亚硝酸钠的浓度为 50.0g/L。

(四) 操作步骤

1. 外观与初步检查

(1) 仪器应有以下标志:仪器名称、型号、制造厂名、出厂编号与出厂时间、工作电压与频率等。

(2) 仪器平稳置于工作台上,各紧固件均应紧固良好,各调节器、按键和开关均能正常工作。电缆线的接插件均应紧密结合,接触良好。

(3) 仪器各标志与指示应清晰无误,刻线与数字应完整。

(4) 样品室应密封良好,无漏光现象。样品架应推拉自如、正确定位。

(5) 仪器处于工作状态时,光源发光应稳定无闪烁现象。当波长置于 580nm 处时,在样品室内能看到正常的黄色斑点。

(6) 仪器光谱范围的两端,光量调节系统应能使透光度超过 100%。

(7) 吸收池的透光面应光洁,无划痕和斑点,任一面不得有裂纹。

2. 波长准确度与波长重复性鉴定 锗钨玻璃滤光片吸收峰的参考波长值见表 2-1。

表 2-1 锗钹玻璃滤光片吸收峰参考波长值

光谱带宽	参考波长值(nm)						
2	431.3	513.7	529.8	572.9	585.8	739.4	807.7
5	431.8	513.7	530.1	574.2	585.7	740.0	807.4
8	432.1	513.9	529.6	574.9	585.8	740.4	807.0

将锗钹玻璃滤光片置于样品室内的适当位置,按均匀分布原则,选择 3~5 个吸收峰参考波长,逐一作连续 3 次测量(从一个波长方向),记录吸收峰波长测量值。波长准确度和重复性的计算公式分别为:

$$\Delta_{\lambda} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i - \lambda_r$$

$$\delta_{\lambda} = \max \left| \lambda_i - \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i \right|$$

式中, Δ_{λ} 为波长准确度,nm; δ_{λ} 为波长重复性,nm; λ_i 为波长测量值,nm; λ_r 为波长标准值,nm。技术指标: $\delta_{\lambda} \leq 0.4 \text{ nm}$ 。

3. 线性误差检查 以蒸馏水为参比,测量 $2000 \mu\text{g/ml}$ 、 $6000 \mu\text{g/ml}$ 、 $10\,000 \mu\text{g/ml}$ 氯化钴溶液于 510nm 处的吸光度,重复测定 3 次,记录吸光度值,取其平均值代入公式计算。

$$K = \frac{A_1 + A_2 + A_3}{C_1 + C_2 + C_3}$$

$$A'_1 = C_1 K, A'_2 = C_2 K, A'_3 = C_3 K$$

$$A'_1 \text{ 线性误差} = \frac{A_1 - A'_1}{A'_1} \times 100\%$$

$$A'_2 \text{ 线性误差} = \frac{A_2 - A'_2}{A'_2} \times 100\%$$

$$A'_3 \text{ 线性误差} = \frac{A_3 - A'_3}{A'_3} \times 100\%$$

式中, C_1 、 C_2 、 C_3 是同一溶液的 3 种不同浓度; A_1 、 A_2 、 A_3 是测得的相应吸光度; K 是理想直线的斜率; A'_1 、 A'_2 、 A'_3 是浓度为 C_1 、 C_2 、 C_3 在理想直线上的吸光度。

4. 透光度准确度和重现性检定 用透光度标称值分别为 10%、20%、30% 左右的光谱中性滤光片,分别在 440nm、546nm、635nm 波长处,以空气为参比,分别测量各滤光片的透光度,连续测量三次(每次测量前对零点与 100% 进行校正)。透光度准确度和重复性分别按下列公式计算:

$$\Delta_T = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 T_i - T_r$$

$$\delta_T = \max \left| T_i - \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 T_i \right|$$

式中, Δ_T 为透光度准确度; δ_T 为透光度重复性; T 为每一滤光片第 i 次透光度的测量值; T_r 为每一滤光片在相应波长下的透光度标准值。

技术指标: $\delta_T \leq 0.15\% \sim 0.5\%$ (根据仪器型号不同而定)。

5. 杂散辐射率 以蒸馏水为参比,测定 50g/L 的 NaNO_2 溶液在 360nm 处的透光度,即为仪器在此波长处的杂散辐射率。

技术指标:杂散辐射率 $\leq 0.1\%$ 。

6. 吸收池的配套性检定 在仪器波长 700nm 处,同一光径吸收池中分别注入蒸馏水,测各吸收池的透光度值。透光度不大于 $\pm 0.5\%$ 的吸收池可以配套使用。

$$\Delta T\% = T\%_{\max} - T\%_{\min}$$

7. 稳定度检测(7220G 型分光光度计)

(1) 零点(0%)稳定度:关盖,将吸收池推杆推至最顶端,按“0%”键,调节透光度为 0%,观察 3min,记录读数。示值的最大漂移量,即为零点稳定度。0%/3min:0.3%/3min。

(2) 光电流稳定度(100%):开盖,将吸收池推杆推至最顶端,按“100%”键,调节透光度为 100%时,观察 3min,记录读数。示值的最大漂移量,即为光电流稳定度。100%/3min:0.5%/3min。

(五) 注意事项

- (1) 不同型号的仪器其技术指标要求会有一定的差别。
- (2) 放置仪器的工作台应稳定,周围无强电场干扰,无强电流及腐蚀性气体。
- (3) 仪器鉴定处不应有强光直射。

(六) 思考题

- (1) 检查分光光度计的上述性能,有何实际意义?
- (2) 配套使用的同一光径的吸收池,其透光度的差异对测定结果有何影响?

(王茂清)

实习三 原子吸收分光光度法测定 锌含量及方法评价

(一) 实验目的

- (1) 掌握火焰原子吸收分光光度法测定发中锌的基本原理和操作技术。
- (2) 熟悉原子吸收分光光度计的工作原理及检测方法评价。
- (3) 了解头发样品的预处理方法。

(二) 方法原理

发样经预处理制备成样品溶液,在空气-乙炔火焰中,锌能较好的转变成基态原子蒸气,在波长 213.9nm 下测定其吸光度,与标准溶液比较,可求出样品中锌的含量。

(三) 仪器试剂

1. 仪器与器材 原子吸收分光光度计;锌空心阴极灯;电子天平;电热板;100ml 三角锥形瓶;10ml 具塞比色管;1ml、5ml、10ml 移液管;100ml、500ml 烧杯;100ml 容量瓶;不锈钢剪刀;硫酸纸;一次性吸管;记号笔。

2. 试剂

- (1) 锌标准应用液(国家标准物质): $1\mu\text{g}/\text{ml}$;硝酸溶液(优级纯): $0.1\text{mol}/\text{L}$ 。
- (2) 混合消化液:硝酸与高氯酸(优级纯)(4+1);30%过氧化氢溶液(分析纯)。

(四) 操作步骤

1. 样品处理 取枕部靠近皮肤的头发 0.5g 左右→洗涤→冲洗→烘干→冷却→剪碎→称取 0.2g 于 100ml 锥形瓶内,加两颗玻璃珠及混合消化液 4ml,于电炉上逐步升温消化至冒白烟,再加 30%过氧化氢溶液 1ml,消化至澄清透明,取下放冷,加 5ml 纯水,加热除去多余的酸,当三角锥形瓶中液体剩下约为 1ml 左右时取下放冷,转移至 100ml 容量瓶中,用 $0.1\text{mol}/\text{L}$ 的硝酸溶液多次洗涤三角锥形瓶,与消化液合并定容,待测定。同时做空白溶液的消化,定容至 100ml,备用。

2. 标准溶液的配制 于 6 支 10ml 具塞试管中,分别加入锌标准应用液 0ml、2.00ml、4.00ml、6.00ml、8.00ml 和 10.00ml 用 $0.1\text{mol}/\text{L}$ 的硝酸溶液定容至刻度,混匀。配成锌浓度分别为 $0.00\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.20\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.40\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.60\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.80\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $1.00\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

3. 测定

(1) 开机:开计算机→开原子吸收仪→设置参数(见下表),空心阴极灯预热 20min→开排风装置→开启空气压缩机→开启乙炔气:先开总阀,再开分阀,后者压力为 0.07MPa →点火→喷蒸馏水→测定。

按仪器设定条件,分别在锌灯下测定上述溶液的吸光度值,绘制吸光度值对锌含量的标准曲线,见下表。

元素	波长(nm)	灯电流(mA)	狭缝(nm)	燃烧器高度(mm)	空气流量(L/min)	乙炔流量(L/min)
Zn	213.86	2.0	0.2	0	8.0	1.4

(2) 测定标准系列吸光度:单击“新建”菜单,选择“校正曲线法”,“一次曲线(不过零点)”,输入浓度,设置“测量次数”为 3。先用蒸馏水调仪器零点,再用 $0.1\text{mol}/\text{L}$ 硝酸溶液作为空白,然后点击“开始”按钮测定,溶度从小到大依次检测,记录标准曲线公式,线性相关系数。

4. 样品测定 取一定量样品消化液,按测定标准曲线的条件测定其吸光度值,同时测定空