

# 实验室样品取 样与分析规范



## 一、实验室样品取样规范

### 1. 取样前准备

- 人员培训: 确保取样人员熟悉取样流程、操作规范以及安全注意事项。他们应接受关于不同类型样品特性、可能存在的危害以及正确取样技术的专业培训, 以保证所取样品具有代表性且取样过程安全无误。

- 设备清洁与校准: 取样设备必须保持清洁, 避免交叉污染。例如, 使用的采样器、容器等应在每次取样前进行彻底清洗和干燥, 对于需要精确测量的设备如天平、量具等要定期校准, 以确保测量的准确性。

- 防护装备: 根据样品的性质配备合适的个人防护装备, 如手套、护目镜、防护服等。如果样品具有腐蚀性、毒性或挥发性, 防护装备能够有效保护取样人员免受伤害。

- 了解样品特性: 在取样前, 详细了解样品的物理和化学性质, 包括状态(固态、液态、气态)、稳定性、挥发性、是否易燃、易爆、有毒等。这有助于选择合适的取样方法和容器, 以及采取相应的安全措施。

### 2. 取样方法选择

- 随机取样: 适用于总体均匀的样品。例如, 对于一批袋装的化学原料, 可通过随机数表或随机抽样软件确定抽取的袋数和位置, 以保证每个样品被抽取的概率相同, 从而使所取样品能够较好地代表整批原料的特性。

- 分层取样: 当样品总体由不同层次或类别组成时采用。比如, 对于一个多层土壤样品, 可按照土壤的不同深度层次分别取样, 然后混合或分别分析, 这样能更准确地了解土壤在不同深度的成分差异。

- 系统取样: 按照一定的规律或间隔进行取样。如在一条流水线上, 每隔一定时间或一定数量的产品抽取一个样品, 这种方法适用于生产过程相对稳定、产品特性变化有一定规律的情况。

- 针对特殊样品的取样方法: 对于易挥发的液体样品, 要采用密封良好的取样装置, 尽量减少样品暴露在空气中的时间, 防止成分挥发损失; 对于固体粉末样品, 要注意防止样品扬尘, 可采用专门的粉末取样器, 确保取样均匀且代表性强。

### 3. 取样过程操作

- 液态样品: 使用合适的移液管、注射器或采样瓶进行取样。对于大体积的液体, 要先将液体充分搅拌均匀, 然后在不同深度和位置分别取样, 最后混合成一个综合样品。取样时要注意避免产生气泡, 移液管或注射器要垂直插入液面, 缓慢吸取样品, 确保取样量准确。

固态样品：对于块状固体，可使用切割工具从不同部位选取样品，然后粉碎、研磨成均匀的粉末。对于颗粒状固体，可采用四分法等方法进行缩分。首先将样品充分混合，然后堆成圆锥形，从锥顶向下压平成圆饼状，通过中心划十字分成四等份，去除对角的两份，重复操作直至得到合适量的样品。

- 气态样品：使用气体采样袋、注射器或专门的气体采样装置。采样前要确保采样装置的气密性良好，将采样装置连接到气体源，按照规定的流量和时间采集气体样品。对于含有颗粒物或杂质的气体，可能需要在采样装置前加装过滤器。

- 生物样品：生物样品的取样要特别注意保持样品的活性和完整性。对于植物样品，要选择健康、具有代表性的植株部位，如叶片、茎段或根部，迅速采集并妥善保存，防止水分流失和微生物污染。对于动物样品，要遵循无菌操作原则，根据检测目的选取合适的组织或体液，如血液、组织块等，采样后尽快进行处理或冷藏保存。

#### 4. 取样量确定

- 考虑分析方法：根据后续的分析方法要求确定取样量。例如，某些化学分析方法可能需要精确的样品量，如重量法分析可能需要几克样品，而仪器分析如高效液相色谱法可能只需几毫克甚至微克级的样品。



样品均匀性：如果样品均匀性较好，取样量可以相对较少；若样品不均匀，则需要增加取样量，以保证所取样品能够反映整体特性。例如，对于含有杂质分布不均匀的矿石样品，就需要比均匀的金属样品取更多的量。

- 备份和重复实验：为了确保实验结果的可靠性，通常要考虑取一定量的备份样品，以便在分析出现问题时进行复查。同时，根据实验设计，可能需要进行重复取样和分析，以评估实验的准确性和精密度，这也需要足够的取样量。

## 5. 样品标识与记录

- 标识内容：每个样品都应有清晰、准确的标识，包括样品名称、编号、取样日期、取样地点、取样人员等信息。对于多批次或来自不同位置的样品，还应注明批次号、位置编号等详细信息，确保样品在整个实验过程中可追溯。

- 记录信息：详细记录取样过程中的相关信息，如样品的外观描述（颜色、状态、气味等）、取样方法、取样环境条件（温度、湿度等）、是否有异常情况发生等。这些记录对于后续的数据分析和结果解释非常重要。

## 二、实验室样品分析规范

### 1. 分析前准备

- 仪器设备检查：在进行样品分析前，要对所用的仪器设备进行全面检查，确保其正常运行。对于大型仪器如气相色谱仪、原子吸收光谱仪等，要检查仪器的电源、气源、

光路系统、检测器等是否正常，进行必要的预热和校准操作，如检查波长准确性、灵敏度校准等。

-

试剂准备：根据分析方法要求准备所需的试剂，包括标准品、溶剂、缓冲液等。试剂要保证纯度符合要求，且在有效期内。配制试剂时要严格按照操作规程进行，准确称量和稀释，确保试剂浓度准确无误。

- 方法确认：确保所采用的分析方法经过验证或确认，适用于所分析的样品类型。要熟悉方法的原理、操作步骤、适用范围、检测限、定量限等关键参数，如有必要，在分析样品前进行方法的优化或调整。

- 环境条件控制：保持实验室环境条件稳定，如温度、湿度、光照等。对于一些对环境条件敏感的分析方法，如某些光学分析方法，要控制环境温度在规定范围内，以减少环境因素对分析结果的影响。

## 2. 样品处理

- 样品前处理目的：样品前处理的目的是将采集的原始样品转化为适合分析仪器检测的形式，同时去除可能干扰分析的杂质。例如，对于复杂基质中的有机污染物分析，可能需要通过萃取、净化等前处理步骤将目标污染物从样品基质中分离出来。

- 常见前处理方法：

-



消解：适用于金属元素分析，将样品用酸或碱等试剂进行消解，使其中的金属元素转化为可溶性离子状态，常用的消解方法有湿法消解、干法消解和微波消解等。湿法消解使用硝酸、盐酸等强酸混合液在加热条件下将样品分解；干法消解则是通过高温灰化使样品中的有机物分解；微波消解利用微波的快速加热特性，加速样品的分解过程，具有快速、高效、试剂用量少等优点。

- 萃取：用于分离和富集目标化合物。液 - 液萃取是根据目标化合物在两种互不相溶的溶剂中的溶解度差异，将其从一种溶剂转移到另一种溶剂中；固相萃取则是利用固体吸附剂对目标化合物的吸附和解吸作用，实现样品的净化和富集，适用于痕量分析。

- 蒸馏：可用于分离沸点不同的化合物，如在酒类样品中分离乙醇等挥发性成分，通过加热使样品汽化，然后根据不同成分的沸点差异进行分离和收集。

- 质量控制措施：在样品前处理过程中要采取质量控制措施，如加入内标物。内标物是一种与目标化合物性质相似但不存在于样品中的化合物，在样品处理前加入已知量的内标物，通过计算内标物与目标化合物的响应比，可以校正样品处理过程中的损失和误差，提高分析结果的准确性。

### 3. 分析操作

仪器操作规范：严格按照仪器操作规程进行分析操作。对于手动进样的仪器，要注意进样量的准确性、进样速度的一致性；对于自动进样系统，要确保样品瓶放置正确、进样针清洗干净且无堵塞。在操作过程中，要密切观察仪器的运行状态，如色谱峰的形状、信号强度等，及时发现并处理异常情况。

-分析方法执行：准确按照选定的分析方法进行操作，包括样品和试剂的加入顺序、反应条件（温度、时间、pH值等）的控制、检测波长或检测参数的设置等。例如，在酶联免疫吸附测定（ELISA）中，要严格控制抗原 - 抗体反应的温度和时间，以及洗涤步骤的操作，以确保检测结果的准确性。

-数据记录：在分析过程中，要及时、准确地记录原始数据，包括仪器读数、测量时间、样品编号等信息。原始数据记录应清晰、完整，不得随意涂改，如有错误，应按照规定的方法进行更正，如划双线并签名注明更正原因。

#### 4. 质量控制与质量保证

-标准曲线绘制：对于定量分析，要绘制标准曲线。准确配制一系列不同浓度的标准溶液，按照分析方法进行测定，以目标化合物的浓度为横坐标，仪器响应值（如峰面积、吸光度等）为纵坐标绘制标准曲线。标准曲线的相关系数要达到规定的要求（如一般要求  $R^2 \geq 0.995$ ），且要定期进行更

新和验证。

—

质控样品分析：在分析样品的同时，要分析质控样品，包括空白样品、已知浓度的标准物质或加标样品等。空白样品用于检测实验过程中的背景污染情况，其测定结果应在规定的范围内；标准物质的测定结果应与已知浓度相符，偏差在允许误差范围内；加标样品用于评估样品处理和分析过程中的回收率，回收率应在合理的区间内（如 70% - 120%）。

- 人员比对和仪器比对：定期组织不同人员使用相同仪器或同一人员使用不同仪器对同一样品进行分析，比对分析结果，以评估人员操作的准确性和仪器之间的差异，发现问题及时进行纠正和改进。

## 5. 数据处理与结果报告

- 数据处理：对原始数据进行正确的处理，包括数据的计算、修约、统计分析等。根据分析方法的要求，选择合适的计算公式计算样品中目标化合物的含量或浓度，数据修约要按照相关的规则进行，如四舍六入五留双等。对于多组数据，可进行统计分析，如计算平均值、标准差、相对标准偏差等，以评估数据的离散程度和精密度。

- 结果报告：结果报告应清晰、准确、完整，包括样品名称、编号、分析项目、分析方法、测定结果、单位、分析日期、报告日期等信息。测定结果的表达要符合相关标准或规范的要求，如有效数字的位数要正确。对于超出检测范围或异常的结果，要在报告中注明，并说明可能的原因。同

时，要按照规定的程序对结果进行审核和批准，确保报告的质量。

### 三、实验室样品管理规范

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/356141235001011010>