

供排水监测创新技术的开发与应用

褚福敏, 逯南南, 陈燕, 等. 视野计数法检测水源水中藻类不确定度系统评定[J]. 净水技术, 2024, 43(8): 54-60.

CHU F M, LU N N, CHEN Y, et al. Systematic evaluation of uncertainty for algae detection in source water by visual field counting method[J]. Water Purification Technology, 2024, 43(8): 54-60.

视野计数法检测水源水中藻类不确定度系统评定

褚福敏^{1,2}, 逯南南^{1,2}, 陈燕^{1,2}, 宋艳^{1,2}, 孙韶华^{1,2}, 贾瑞宝^{1,2,*}

(1. 国家城市供水<排水>监测网济南监测站, 山东济南 250101; 2. 山东省城市供排水水质监测中心, 山东济南 250101)

摘要 针对藻类计数实验室质量控制难度大、检测人员专业技术水平要求较高等问题, 文章开展该项目检测结果不确定度系统评定方法研究。通过显微镜计数固定浓缩后样品中藻类数量, 系统分析视野计数法检测水源水中藻类测定结果不确定度来源, 计算 6 个重点影响因素引入的不确定度分量, 综合不确定度传播规律, 构建藻类计数测定结果不确定度评定模型, 建立水源水中藻类计数结果不确定度的评定方法。藻类计数检测过程中由取样、固定、定容、制片、显微镜、重复性测量引入的不确定度分别为 0.004 08、0.002 45、0.004 08、0.000 081 9、0.007、0.019 8, 重复性测量是藻类计数检测结果不确定度的主要来源。样品中藻类浓度对计数结果的不确定度影响较大, 检测结果<100 万个/L 时, 检测结果的扩展不确定度明显增大。选用准确度、精密度高的仪器设备, 规范的操作, 以及对仪器设备定期进行检定校准是控制检测结果不确定度、提高试验可信度的有效手段。对藻类计数方法关键环节进行优化, 是提高检测结果使用价值的重要途径。

关键词 藻类 视野计数法 不确定度 水源水 系统评定

中图分类号: TU991 文献标识码: A 文章编号: 1009-0177(2024)08-0054-07

DOI: 10.15890/j.cnki.jsjs.2024.08.008

Systematic Evaluation of Uncertainty for Algae Detection in Source Water by Visual Field Counting Method

CHU Fumin^{1,2}, LU Nannan^{1,2}, CHEN Yan^{1,2}, SONG Yan^{1,2}, SUN Shaohua^{1,2}, JIA Ruibao^{1,2,*}

(1. Jinan Monitoring Station of National Water Quality Monitoring Net for Water Supply and Drainage, Jinan 250101, China;
2. Shandong Province City Water and Drainage Water Quality Monitoring Center, Jinan 250101, China)

Abstract In this paper, a systematic method for evaluating the uncertainty of test results to address the challenges of quality control was developed in algae counting laboratories and the need for highly qualified test personnel. The study systematically analysed the uncertainty sources of the detection results of algae in source water using the field of view counting method. The study counted and fixed the number of algae in the concentrated sample through a microscope. Six key influencing factors were identified and the uncertainty components they introduced were calculated. An uncertainty evaluation model for algae counting measurement results was constructed by comprehensively analysing the uncertainty propagation law. A method was established to evaluate the uncertainty of algae counting results in source water. The uncertainties introduced by sampling, fixation, constant volume, sectioning, microscopy, and repeatability measurement in the process of algae counting detection were 0.004 08, 0.002 45, 0.004 08, 0.000 081 9, 0.007, and 0.019 8, respectively. The results of algae counting detection were mainly affected by repeatability measurement. The concentration of algae in the sample had a significant impact on the uncertainty of counting results. If the detection result was less than 1 million L⁻¹, the expanded uncertainty of the detection result increased significantly. The uncertainty of detection results can be effectively controlled and

[收稿日期] 2023-09-14

[基金项目] 国家重点研发计划项目(2021YFC3200802-03); 国家自然科学基金项目(42007231)

[作者简介] 褚福敏(1985—), 女, 高级工程师, 主要从事水环境中生物与毒理监测技术应用与研究, E-mail: chufumin3908@163.com

[通信作者] 贾瑞宝, 男, 研究员, 主要从事领域市政工程、供排水水质监测及水处理理论与技术研究, E-mail: jiaruibao1968@163.com。

the credibility of experiments improved by using instruments and equipment with high accuracy and precision, standardised operation and regular calibration. Optimising the key steps of algal counting methods is essential to improve the value of the results obtained.

Keywords algae visual field counting method uncertainty source water systematic evaluation

测量是科技创新、产业发展、国防建设、民生保障的重要基础,是构建一体化国家战略体系和能力的重要支撑。测量不确定度是表征赋予被测量值分散性的非负参数,是衡量测得值使用价值的定量指标。生物技术作为国家战略定位的前沿技术研究领域,应加强监测数据的统计、分析和利用,强化数据的安全性和可信度。国务院印发的《计量发展规划(2021—2035年)》中提出,研究人工智能、生物技术、新能源、新材料等领域精密测量技术,开展测量不确定度、测量程序与有效性评价、计量作用机理和效能评价等理论研究。尽管检验检测机构资质认定(CMA)能力验证和中国合格评定国家认可委员会(CNAS)对实验室均有不确定的相关要求,越来越多的实验室也意识到不确定度评定对试验结果的重要性,但是测量不确定度程序制定、运行机制、具体实施以及检测项目的覆盖面等方面,还需要进一步加强与持续推进^[1-3]。

生物指标检测结果的可接受范围较为宽泛,甚至有些指标的测量结果仅用阴性/阳性的定性表示,如何科学有效的对生物指标进行评价,一直是实验室管理的难点,测量不确定度是对生物指标质量控制方法的有力补充。藻类通常指的是一群含有叶绿素,能产生光合效应的自养型微小植物。随着科技的不断发展,藻类因其在渔业、能源、生物医药和农业等方面均具有重要的社会经济价值,受到广大学者的广泛关注。我国学者通常采用11种门的藻类分类系统进行研究,绿藻是藻类植物中最大的一门,约有350个属,多达8000种,硅藻门和蓝藻门在淡水中也广泛存在^[4-5]。藻类可以利用水中的氮、磷等营养素进行光合作用,释放氧气;藻类、细菌和原生动物形成的生物膜在有机物分解、水质净化等水处理生产工艺中发挥着重要作用,藻类对有机质和其他污染物敏感特性不同,因而水质监测工作中通常将藻类作为重要参考指标,依据藻类群落结构和数量分布等生态学特征,对水质情况进行直观迅速的判断^[6-7]。藻类检测的实验室方法有很多,目前基于显微镜观察计数的检测方法依然是广大实验室普遍采用的监测方法。

水源水中藻类的浓度受季节、天气、温度、流域等因素影响较大,且在样品的检测过程中,计数结果与检测人员的专业水平、仪器的稳定性及精度、操作步骤的严谨性密切相关,计数过程中检测人员的主观判断对计数结果同样存在较大影响。因此,藻类计数的检测及质量控制一直是检测实验室工作的难点。本文通过对水源水中藻类计数方法的系统研究分析,建立了视野计数法测定藻类计数不确定度的评定方法,并采用该方法对黄河下游地区某城市湖库水源水、引黄水库水源水中藻类计数检测结果的不确定度进行了评定,实现了对藻类计数结果使用价值的定量评估,旨在为实验室进行生物指标的测量不确定度评定提供参考,为实验室生物监测技术检测质量控制和风险评估打开新视角。

1 试验部分

1.1 试验材料

试剂:碘(I_2)、碘化钾(KI)、冰乙酸($C_2H_4O_2$),所用试剂无特别说明均为分析纯等级。

鲁哥氏液配制方法:碘50 g,碘化钾100 g,冰乙酸100 mL,纯水900 mL。

1.2 仪器与设备

仪器与设备:荧光显微镜,奥林巴斯BX53;浮游生物分类计数器;浮游生物计数框,0.1 mL,尺寸为20 mm×20 mm,横竖划分为10行×10行,共100个计数小格,每个计数小格尺寸为2 mm×2 mm;筒形分液漏斗,1 L;离心管,50 mL;微量移液器及配套吸头;两种量筒规格为50、1000 mL。

1.3 试验方法

藻类计数过程中以细胞计数,藻体细胞残体不计数,未完成分裂的按一个细胞计。不同种类藻类计数的原则及试验步骤参照山东省地方标准《水质藻类计数 视野计数法》(DB37/T 4163—2020)进行。视野计数法检测地表水中藻类计数的测量不确定度,依据《测量不确定度评定与表示》(JJF 1059.1—2012)进行评定。生物指标检测结果通常不属于正态分布,不确定度计算过程中涉及到的藻类计数结果均取对数值^[8]。

1.3.1 不确定度来源分析

所有同测量结果有关的因素, 均会引入不确定度, 样品检测过程中仪器设备、检测方法、试验环境、检测人员等因素以及系统误差、数据修正等均为不确定度的来源。英国和欧盟浮游植物测定的相关标准中指出测定结果的真值无法被精准评估, 当样品的均匀性、分取样、沉淀和计数过程在一定程度内可重复时, 就可以制定有意义的测量不确定度声明。

水源水中藻细胞大小及形态、样品保存时间、样品来源等都会影响计数结果, 实际工作中检测人员无法将所有影响因素的不确定度一一进行计算。根据《水质 藻类计数 视野计数法》(DB37/T 4163—2020) 检测方法和原理, 按照不确定度评定标准中的方法要求, 确定样品的前处理、重复性测量以及样品检测等诸多环节是藻类计数测量不确定度的主要来源, 系统分析检测方法流程中的每一个环节。整个方法流程中具体的不确定度来源分析如图 1 所示。



图 1 藻类计数不确定度来源分析

Fig. 1 Analysis of Uncertainty Sources in Algae Counts

1.3.2 测量模型

1) 藻类计数结果

藻类计数结果按式(1)换算成每升水中浮游藻类的数量, 计算结果保留小数点后一位。如果全片未检测到藻类, 结果以“<0.1 万个/L”表示。

$$N = \frac{A}{A_c} \times \frac{V_w}{V} \times m \times 10^{-4} \quad (1)$$

其中: N ——每升水中浮游藻类的数量, 万个/L;
 A ——计数框面积, mm^2 ;
 A_c ——计数面积, mm^2 , 即视野面积×视野数;
 V_w ——1 L 水样经固定浓缩后的样品体积, mL, 即最后定容体积为 50 mL;
 V ——计数框体积, mL, 此处所用计数框体积为 0.1 mL;
 m ——计数所得浮游藻类的个体数或细胞数。

2) 藻类计数结果不确定度计算

根据不确定度传播效应, 综合不确定度来源分析结果, 结合式(1), 藻类计数检测结果的合成标准

不确定度如式(2)。

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2} \quad (2)$$

其中: u_{rel} ——藻类计数检测结果不确定度;

u_1 ——水样量取引入的不确定度;

u_2 ——固定液移取引入的不确定度;

u_3 ——固定后水样定容引入的不确定度;

u_4 ——镜检制片引入的不确定度;

u_5 ——分析设备引入的不确定度;

u_6 ——重复性测定引入的不确定度。

1.3.3 不确定度计算

测量不确定度通常由若干分量组成, 其中一些分量可根据一系列观测值的统计分布, 按测量不确定的 A 类评定进行评定, 如被测量值 x 在相同条件下进行 n 次 ($n > 5$) 重复测量, 不确定度用试验标准偏差表征, 由贝塞尔公式计算得出; 而另一些分量则可根据经验或其他信息假设的概率分布, 按测量不确定的 B 类评定进行评定, 也用标准偏差表征, 信息来源如: 检定证书、校准报告、有证标准物质的量值等^[9]。

按照 A 类不确定度评定对藻类计数重复性测量引入的不确定度进行评定, 计算方法如式(3)。

$$u_6 = \frac{S_x}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

其中: S_x ——用统计分析方法获得的试验标准偏差 (S_x), 由贝塞尔公式计算得出;

n ——测量值 x 在相同条件下重复测量的次数, 通常 $n > 5$ 。

由取样、定容等体积量取、水样因温度变化以及测量仪器(本试验为显微镜)引入的不确定为 B 类评定, 水样因温度变化引入的不确定度计算方法如式(4)。

$$u_1 = \frac{\alpha \Delta t}{k} \quad (4)$$

其中: u_1 ——水样因温度变化引入的不确定度;

α ——水的体积膨胀系数, $^{\circ}\text{C}^{-1}$, 取值为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$;

Δt ——温度波动的半宽区间, 通常室温以 $(20 \pm 5) \text{ } ^{\circ}\text{C}$ 计, 取为 $5 \text{ } ^{\circ}\text{C}$;

k ——概率分布的包含因子, 假设温度波

动符合矩形分布,则 $k = \sqrt{3}$ 。

水样体积量取引入的不确定度计算方法如式(5)。

$$u_v = \frac{\Delta V}{k} \quad (5)$$

其中: u_v ——水样由体积引入的不确定度;

ΔV ——量取器具的允许误差。

取样、定容等体积量取以及水样因温度变化引入的相对不确定度计算方法如式(6)。

$$u_n = \sqrt{\frac{u_v^2 + u_t^2}{V'^2}} \quad (6)$$

其中: u_n ——检测过程中第 n 次涉及到体积引入的相对不确定度;

V' ——由量取器具量取的样品体积, mL。

分析设备引入的不确定度计算方法如式(7)。

$$u_5 = \frac{U_{rel}}{k} \quad (7)$$

其中: U_{rel} ——设备校准证书中给出的扩大倍数的不确定度。

2 结果与讨论

2.1 不确定度分量计算

2.1.1 取样产生的不确定度 u_1

1 L 水样由 1 000 mL 的量筒量取。按照《常用玻璃量器检定规程》(JJG 196—2006)^[10] 有关要求,量筒的允许误差一般以三角分布计算, $k = \sqrt{6}$, 1 000 mL 的最大允许误差为 ± 10 mL,量筒产生的不确定度由式(5)计算 $u_{v1} = 4.08$ 。水样因温度变化引入的不确定度由式(4)计算 $u_t = 0.000\ 606$ 。综合温度变化和量取器具取样,水样量取引入的相对不确定度由式(6)计算为 $u_1 = 0.004\ 08$ 。

2.1.2 固定液移取产生的不确定度 u_2

样品前处理方法为 1 L 水样中加入 10 mL 鲁哥氏碘液,固定 24 h 以上。鲁哥氏碘液由 10 mL 移液器移取,按照《移液器检定规程》(JJG 646—2006)要求, ± 0.06 mL 是 10 mL 移液器的最大允许误差范围,以三角分布计算, $k = \sqrt{6}$,鲁哥氏碘液移取的不确定度由式(5)计算 $u_{v2} = 0.024\ 5$ 。水样因温度变化引入的不确定度由式(4)计算 $u_t =$

0.000 606。综合温度变化和量取器具取样,水样在固定过程中产生的相对不确定度由式(6)计算为 $u_2 = 0.002\ 45$ 。

2.1.3 固定后水样定容产生的不确定度 u_3

将包有筛绢的虹吸管插入固定后的水样中,虹吸管位置接近上液面并且随液面下降逐步向下移动,缓慢吸出上层清液,直至剩余样品 30~40 mL,将保留的固定后水样转入 50 mL 量筒中,并用少许上清液反复冲洗容器,最终定容至 50 mL,最大程度减少藻类损失。操作过程尽量减少样品底部扰动,否则需重新静置沉淀 24 h。按照《常用玻璃量器检定规程》(JJG 196—2006)有关要求,量筒的允许误差一般以三角分布计算, $k = \sqrt{6}$,50 mL 的最大允许误差为 ± 0.5 mL,固定后水样定容由量筒产生的不确定度由式(5)计算为 $u_{v3} = 0.204$ 。水样因温度变化引入的不确定度由式(4)计算 $u_t = 0.000\ 606$,因此,固定后水样定容过程引入的相对不确定度由式(6)计算为 $u_3 = 0.004\ 08$ 。

2.1.4 镜检制片产生的不确定度 u_4

用微量移液器移取 100 μ L 处理后的待测样品至浮游生物计数框中,并用盖玻片封片,制片的过程中避免产生气泡。按照《移液器检定规程》(JJG 646—2006)要求, ± 0.02 μ L 是 100 μ L 移液器的最大允许误差范围,以三角分布计算, $k = \sqrt{6}$,制片过程中由微量移液器引入的不确定度由式(5)计算 $u_{v4} = 0.008\ 16$ 。水样因温度变化引入的不确定度由式(4)计算 $u_t = 0.000\ 606$,因此,制片过程引入的相对标准不确定度由式(6)计算为 $u_4 = 0.000\ 081\ 9$ 。

2.1.5 显微镜引入的不确定度 u_5

藻类计数过程中用到的主要分析设备为显微镜。由显微镜的校准证书可知,显微镜放大倍数的扩展不确定度为 $U_{rel} = 1.4\%$, $k = 2$,由式(7)计算显微镜引入的不确定度为 $u_5 = 0.007$ 。

2.1.6 重复性测定引入的不确定度 u_6

选取某引黄水库水源水为研究对象,对同一样品 10 次重复计数的检测结果进行统计、分析研究,并计算试验结果的 $S_x (n = 10)$,数据如表 1 所示。

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\lg X_i - \lg \bar{X})^2}{(n-1)}} = 0.062\ 6 \quad (8)$$

表 1 藻类计数重复性测量结果

Tab. 1 Results of Repeatability Measurement of Algae Counts

| 测量次数及平均值 | 藻类计数 $X/(\text{个} \cdot \text{L}^{-1})$ | 对数值($\lg X$) |
|----------|---|----------------|
| 1 | 718.0 万 | 2.856 |
| 2 | 691.0 万 | 2.839 |
| 3 | 564.0 万 | 2.751 |
| 4 | 774.0 万 | 2.889 |
| 5 | 787.0 万 | 2.896 |
| 6 | 835.0 万 | 2.922 |
| 7 | 811.0 万 | 2.909 |
| 8 | 640.0 万 | 2.806 |
| 9 | 735.0 万 | 2.866 |
| 10 | 556.0 万 | 2.745 |
| 平均值 | 711.1 万 | 2.848 |

其中: X_i ——第 i 计数的藻类计数结果。

计算试验结果的标准偏差,按照式(3)计算不确定度分量 $u_6=0.0198$ 。

2.2 藻类计数不确定度

2.2.1 合成标准不确定度

在藻类计数检测的过程中,合成标准不确定度的各个分量来源及评定数值如图 2 所示。

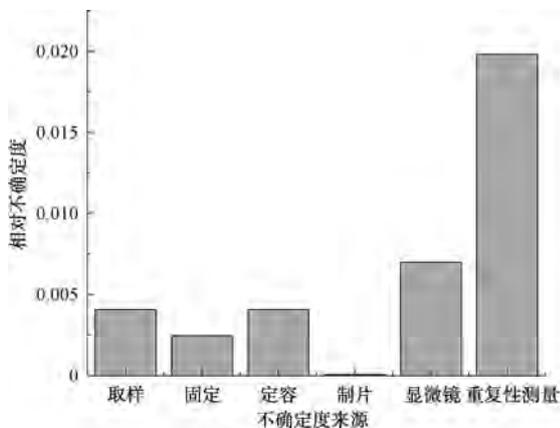


图 2 地表水中藻类计数不确定度评定分量

Fig. 2 Assessment Components of Algae Counting Uncertainty in Surface Water

由图 2 可知,视野计数法检测藻类计数过程中,不确定度分量的最大值为重复性测量,表明重复性测量是藻类计数结果的最大影响因素,可能与微生物检测的特殊性有关,微生物检测结果分散性大,且样品检测过程中检测人员的主观影响对检测结果影响较大,该结论同其他学者^[11-17]的研究结论相同。整体评估法是《食品微生物定量检测的测量不确定

度评估指南》(RB/T 151—2016)中规定的测量不确定度的评定方法,即对分析过程中的各不确定度分量不再逐一进行计算,而是通过分析评估最终结果可再现的标准偏差得到试验结果的不确定度,本试验研究结果也符合该标准相关要求。各不确定度分量对方法不定度的影响顺序为重复性测量>显微镜>取样≈定容>固定>制片,按式(2)计算该测定结果的合成标准不确定度 $u_{rel}=0.0219$ 。

2.2.2 扩展不确定度

选择 95% 置信区间,包含因子 $k=2$,依据相关标准^[18]规定,则扩展不确定度为 $U=k \times u_{rel}=2 \times 0.0219 \approx 0.044$ 。上述样品藻类计数结果平均值 C 为 711.1 万个/L,则检测结果的不确定度为 $\lg(C \pm U)=2.85193 \pm 0.044$,检测结果的对数区间为 $[2.80793, 2.89593]$,取反对数检测结果的误差值为 642.6 万个/L $\leq C \leq 786.9$ 万个/L。因此,该样品中藻类计数结果误差允许值在 642.6 万~786.9 万个/L。

2.3 藻类不确定度计算方法的应用

分别以黄河下游地区某引黄水库低(<100 万个/L)、中(100 万~1 000 万个/L)、高(>1 000 万个/L)不同藻浓度的样品、实验室培养小球藻、微囊藻制备的模拟样品(样品 11、12)藻类计数的结果为研究对象,由同一操作人员对同一样品进行 10 次重复藻类计数,并对检测结果进行统计、分析研究,计算试验结果的 $S_x(n=10)$,评定计数结果的不确定度,同一检测人员采用同样的分析设备检测流程中引入的 B 类不确定度相同,应用过程中主要计算了 A 类不确定度,即重复性测定引入的不确定度,数据如表 2 所示。

综合上述样品检测结果不确定度评定及检测结果误差允许的范围可知,藻类计数结果不确定度大小与样品中浮游藻类浓度相关,藻类浓度过高或过低均会影响藻类的不确定度;检测结果误差允许范围随样品中浮游藻类浓度增大而增大,这与生物检测方法的特殊性相关;当检测结果小于 100 万个/L 时,检测结果的相对扩展不确定度明显增大,表明检测结果的使用价值越小。该方法同样适用于视野计数法对某一种特定藻类群体,如小球藻、微囊藻等计数结果的不确定度评定。

2.4 视野计数法的优化建议

基于重复性测量是影响藻类计数结果不确定度的主要因素,日常检测工作中建议在样品前处理、计

表 2 不同藻类浓度样品不确定度应用
Tab. 2 Application of Samples Uncertainty in Different Algae Concentrations

| 样品 | 测定结果平均值 $X/\text{(个}\cdot\text{L}^{-1}\text{)}$ | 重复性测量引入的不确定度 | 合成标准不确定度 | 扩展不确定度 | 检测结果误差允许范围/ $(\text{个}\cdot\text{L}^{-1})$ |
|----|---|--------------|----------|--------|--|
| 1 | 32.4 万 | 0.046 7 | 0.047 6 | 0.095 | 26.0 万~40.3 万 |
| 2 | 235.8 万 | 0.019 7 | 0.021 8 | 0.044 | 213.1 万~260.9 万 |
| 3 | 711.1 万 | 0.019 8 | 0.021 9 | 0.044 | 642.6 万~786.9 万 |
| 4 | 2 316.0 万 | 0.026 3 | 0.028 0 | 0.056 | 2 035.8 万~2 634.7 万 |
| 5 | 287.3 万 | 0.018 7 | 0.021 0 | 0.042 | 260.9 万~316.4 万 |
| 6 | 2 425.8 万 | 0.023 9 | 0.025 7 | 0.051 | 2 155.0 万~2 730.6 万 |
| 7 | 1 323.3 万 | 0.034 6 | 0.035 8 | 0.072 | 1 122.1 万~1 560.6 万 |
| 8 | 777.3 万 | 0.009 1 | 0.013 0 | 0.026 | 732.0 万~825.4 万 |
| 9 | 57.3 万 | 0.065 5 | 0.066 2 | 0.132 | 42.3 万~77.7 万 |
| 10 | 5 123.3 万 | 0.019 1 | 0.021 2 | 0.042 | 4 645.8 万~5 649.9 万 |
| 11 | 230.6 万 | 0.016 9 | 0.019 3 | 0.039 | 211.0 万~252.1 万 |
| 12 | 1 240.5 万 | 0.031 9 | 0.033 3 | 0.067 | 1 064.2 万~1 445.9 万 |

数方式选择、计数次数等方面进行方法优化,以保证藻类计数结果的有效性。

2.4.1 样品前处理

当水体中含有丝状或团状藻体,且无法对群体中的藻细胞计数时,可采用超声波分散处理,《水质浮游植物的测定 0.1 mL 计数框-显微镜计数法》(HJ 1216—2021)及编制说明中建议超声频率 40 kHz,超声时间约为 10 min,避免超声时间过长,频率过高,导致细胞破损。

2.4.2 计数方式

根据固定后样品中藻细胞的浓度,选用适宜的计数方式,通常对计数框中的第 2、5、8 行共 30 个计数小格进行计数,视野数可按浮游藻类多少而酌情增减。若每个视野中只有 1~2 个藻体,则全片计数。计数过程中,为避免水分蒸发导致计数框中出现气泡的现象,藻类细胞总计数一般不高于 1 500 个。

2.4.3 计数次数

每一样品制片计数两次。两次计数结果相对偏差应在±15%以内,否则应增加计数次数,直至某两次计数结果符合要求为止,测定结果取两次计数结果的平均值。

3 结论

不确定度评定在衡量检测结果的可信度和准确性、实验室检测质量控制、实验室风险评估等方面具有重要指导意义。本工作建立了一种水源水中藻类

计数不确定度评定的方法,研究结果显示,重复性测量是影响水源水中藻类计数检测结果不确定度的决定性因素。此外,取样、定容、固定、制片、显微镜状态均对不确定度的评定产生影响,因此,选用准确度、精密度高的仪器设备,规范的操作,以及对仪器设备进行定期检定校准是控制检测结果不确定度、提高试验可信度的有效手段。采用同一检测方法,藻类计数检测结果的不确定度大小与样品的本底浓度有关,藻类浓度过高或过低均会导致藻类检测结果的不确定度增大,检测结果小于 100 万个/L 时,检测结果的扩展不确定度明显增大。检测过程中,建议在样品超声处理、计数方式选择、计数次数等方面对藻类计数方法进行优化,从而进一步提高检测结果的使用价值。

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 测量不确定度评定与表示:JJF 1059.1—2012[S]. 北京:中国计量出版社, 2012.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Evaluation and expression of uncertainty in measurement: JJF 1059.1—2012 [S]. Beijing: China Metrology Press, 2012.
- [2] 中华人民共和国国家市场监督管理总局, 中华人民共和国国家标准化委员会. 检测和校准实验室能力的通用要求: GB/T 27025—2019 [S]. 北京:中国标准出版社, 2019.
State Administration for Market Regulation of the People's

- Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories; GB/T 27025—2019[S]. Beijing: Standards Press of China, 2019.
- [3] 中国合格评定国家认可委员会. 测量不确定度的要求; CNAS-CL07; 2011[S].
China National Accreditation Service for Conformity Assessment. Requirements for Measurement Uncertainty; CNAS-CL07; 2011 [S].
- [4] 胡鸿钧, 李尧英, 魏印心, 等. 中国淡水藻类[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1980.
HU H J, LI Y Y, WEI Y X, et al. The freshwater algae of China [M]. Shanghai: Shanghai Scientific & Technical Publishers, 1980.
- [5] TIPPETT R. The ecology of freshwater phytoplankton [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1984.
- [6] HOME A J, GOLDMAN C R. Limnology [M]. New York: McGraw-Hill Companies, 1994.
- [7] 胡鸿钧, 魏印心. 中国淡水藻类——系统分类及生态[M]. 北京: 科学出版社, 2006.
HU H J, WEI Y X. The freshwater algae of China; Systematics, taxonomy, and ecology[M]. Beijing: Science Press, 2006.
- [8] 国家认证认可监督管理委员会. 食品微生物定量检测的测量不确定度评估指南; RB/T 151—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
Certification and Accreditation Administration of the People's Republic of China. Guidelines for the estimation of measurement uncertainty of food microbiological quantitative detection; RB/T 151—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016.
- [9] 翟洪稳, 范素芳, 王娟, 等. 测量不确定度在食品检验中的应用及进展[J]. 食品科学, 2021, 42(5): 314–320.
ZHAI H W, FAN S F, WANG J, et al. Recent progress in measurement uncertainty and its application in food inspection and detection[J]. Food Science, 2021, 42(5): 314–320.
- [10] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 常用玻璃量器检定规程; JJG 196—2006[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Working glass container; JJG 196—2006[S]. Beijing: China Metrology Press, 2006.
- [11] 郑萍, 丁培, 张晓, 等. 化妆品中霉菌和酵母菌检测结果的测量不确定度评定[J]. 中国卫生检验杂志, 2020, 30(4): 396–398.
ZHENG P, DING P, ZAHGN X, et al. Uncertainty evaluation of mould and yeast detection results in cosmetics [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2020, 30(4): 396–398.
- [12] 韩饒竹, 邱月, 高铎, 等. 微生物添加剂中枯草芽孢杆菌的测量不确定度评估体系建立[J]. 中国食品添加剂, 2022, 33(1): 178–182.
HAN J Z, QIU Y, GAO D, et al. Establishment of an evaluation system in measurement uncertainty of microbial additive *Bacillus subtilis*[J]. China Food Additives, 2022, 33(1): 178–182.
- [13] 黎志轩, 赵倩宁, 孔义军, 等. 滤膜法测定水中总大肠菌群的不确定度评定[J]. 中国卫生检验杂志, 2021, 31(24): 2993–2997.
LI Z X, ZHAO Q N, KONG Y J, et al. Evaluation of the uncertainty for total coliform in water by membrane filter method [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2021, 31(24): 2993–2997.
- [14] WANG Y X, JING L J, LI C Z, et al. Evaluation on uncertainty of detection results of aerobic plate count[J]. Asian Agricultural Research, 2021, 13(6): 59–63.
- [15] DIAS F R S, LOURENÇO F R. Measurement uncertainty evaluation and risk of false conformity assessment for microbial enumeration tests[J]. Journal of Microbiological Methods, 2021, 189: 106312. DOI: 10.1016/j.mimet.2021.106312.
- [16] 蔡秋彤. 地下水中菌落总数测量不确定度的评定[J]. 广东化工, 2023, 50(16): 182–184.
CAI Q T. Assessment of uncertainty in the total number of colonies in groundwater [J]. Guangdong Chemical Industry, 2023, 50(16): 182–184.
- [17] 刘虹涛, 李青. 不确定度评定在微生物检验中的应用[J]. 中国卫生检验杂志, 2021, 30(16): 2046–2048.
LIU H T, LI Q. Application of uncertainty assessment in microbiological testing[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2021, 30(16): 2046–2048.
- [18] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 化学分析测量不确定度评定; JJF 1135—2005[S]. 北京: 中国计量出版社, 2005.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement; JJF 1135—2005 [S]. Beijing: China Metrology Press, 2005.