

• 质控与标规 •

氨氮标准使用溶液的稳定性实验^{*}陈素军¹, 王琳²

(北京丰台区疾病预防控制中心:1. 理化科;2. 信息科, 北京 100071)

摘要:目的 探讨氨氮标准使用溶液的稳定性实验。方法 对中国计量科学研究院研制的氨氮标准溶液, 配制成标准使用溶液后进行了稳定性实验, 通过比较不同时间测得的两条标准曲线的剩余标准偏差, 斜率和截距有无显著性差异来判断氨氮标准使用溶液的稳定性。结果 氨氮标准使用溶液在配制1个月内可保持良好的稳定状态。结论 该研究为在连续监测工作中降低测定成本, 提供了科学依据。

关键词:标准溶液; 稳定性实验; 氨

DOI:10.3969/j.issn.1673-4130.2013.23.050

文献标识码:A

文章编号:1673-4130(2013)23-3212-02

水质理化检验工作中, 经常使用各种标准溶液, 正确配制使用和贮存标准溶液是保证检测结果准确性的先决条件^[1]。在生活饮用水卫生标准中规定, 氨氮标准使用溶液(10 μg/mL)需临用现配^[2], 若不知道稳定时间, 每次测定后剩余部分倒掉, 势必造成很大浪费。本文对氨氮标准使用溶液(10 μg/mL)进行了稳定性实验。衡量校准曲线的质量指标, 包括剩余标准偏差, 回归系数斜率(b)和截距(a), 以及相关系数(r)等的优劣, 是实验室质量保证与质量控制重要内容之一。校准曲线的检验在文献[3]里有较详细完整的论述, 笔者依据校准曲线的检验的基本理论进行了系统的实验分析, 现报道如下。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 723型分光光度计(北京瑞利分析仪器有限公司); 100 μg/mL 氨氮溶液(中国计量科学研究院); 10 μg/mL 氨氮标准使用溶液: 吸取 100 μg/mL 氨氮溶液 50.00 mL, 用纯水稀释至 500 mL。用封口胶封口, 放 4 ℃冰箱保存。Millipore 纯水机; 酒石酸钾钠(500 g/L); 纳氏试剂(AR)。

1.2 方法

1.2.1 低浓度标准曲线的绘制 取一组 6 支 50 mL 比色管, 分别加入 0.00、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00 mL 氨氮标准使用溶液, 用纯水定容至刻度。

1.2.2 高浓度标准曲线的绘制 取一组 8 支 50 mL 比色管, 分别加入 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 氨氮标准使用溶液, 用纯水定容至刻度。

1.2.3 向低浓度和高浓度标准曲线的各管分别加入 1 mL 酒石酸钾钠溶液(500 g/L), 混匀, 加 1.0 mL 纳氏试剂, 混匀后放置 10 min。于 420 nm, 低浓度标准曲线用 3 cm 比色皿, 高浓度标准曲线用 1 cm 比色皿, 以纯水作参比, 测定吸光度。经空白校正后, 绘制吸光度对氨氮含量(μg)的标准曲线。

2 结果

2.1 氨氮标准使用溶液稳定性实验 将存于冰箱的氨氮标准使用溶液放至室温, 分别配制成低浓度标准曲线和高浓度标准曲线, 低浓度的简称低曲线 1, 高浓度的简称高曲线 1。每隔一定时间以同样方式重新绘制高、低浓度标准曲线, 简称低曲线 1~11、高曲线 1~8, 进行稳定性实验, 见表 1、2。校准曲线相关性符合检测规范要求, 表明氨氮浓度在 1 个月内未发生明显变化, 氨氮标准使用溶液性质稳定。

表 1 低浓度曲线的测试结果

| 测试时间 (第 n 天) | 序号 | 回归方程 | 相关系数 |
|-----------------|--------|-----------------------------|--------|
| 1 | 低曲线 1 | $Y_1 = 0.0107X + 0.0022$ | 0.9992 |
| 2 | 低曲线 2 | $Y_2 = 0.0097X + 0.0144$ | 0.9999 |
| 4 | 低曲线 3 | $Y_3 = 0.0106X + 0.0127$ | 0.9993 |
| 7 | 低曲线 4 | $Y_4 = 0.0103X + 0.0002$ | 0.9999 |
| 9 | 低曲线 5 | $Y_5 = 0.0105X + 0.0018$ | 0.9994 |
| 11 | 低曲线 6 | $Y_6 = 0.0110X + 0.0142$ | 0.9991 |
| 16 | 低曲线 7 | $Y_7 = 0.0110X + 0.0156$ | 0.9993 |
| 21 | 低曲线 8 | $Y_8 = 0.0098X + 0.0165$ | 0.9998 |
| 25 | 低曲线 9 | $Y_9 = 0.0105X + 0.0154$ | 0.9993 |
| 29 | 低曲线 10 | $Y_{10} = 0.0125X + 0.0125$ | 0.9995 |
| 31 | 低曲线 11 | $Y_{11} = 0.0123X + 0.0005$ | 0.9998 |

表 2 高浓度曲线的测试结果

| 测试时间 (第 n 天) | 序号 | 回归方程 | 相关系数 |
|-----------------|-------|--------------------------|--------|
| 1 | 高曲线 1 | $Y_1 = 0.0031X + 0.0660$ | 0.9997 |
| 4 | 高曲线 2 | $Y_2 = 0.0035X + 0.0164$ | 0.9996 |
| 7 | 高曲线 3 | $Y_3 = 0.0034X - 0.0158$ | 1.0000 |
| 16 | 高曲线 4 | $Y_4 = 0.0033X + 0.0259$ | 0.9990 |
| 21 | 高曲线 5 | $Y_5 = 0.0030X + 0.0575$ | 0.9996 |
| 25 | 高曲线 6 | $Y_6 = 0.0035X + 0.0276$ | 0.9998 |
| 29 | 高曲线 7 | $Y_7 = 0.0031X + 0.0629$ | 0.9998 |
| 31 | 高曲线 8 | $Y_8 = 0.0030X + 0.0633$ | 0.9993 |

2.2 回归曲线的比较 用低曲线 2、低曲线 3~11 分别与低曲线 1 比较, 高曲线 2、高曲线 3~8 分别与高曲线 1 比较, 检验其相应的剩余标准差, 回归系数斜率以及截距。回归直线的基本参数见表 3、4, 对于剩余标准差进行统计学检验, 低浓度曲线的 $F < F_{0.05(6,6)}$, 高浓度曲线的 $F < F_{0.05(8,8)}$ 均无统计学差

* 基金项目: 市委、市政府重点工作及区县政府应急项目预启动项目资助(Z111107056811042)。

异,因此低浓度曲线和高浓度曲线均是等精度的。对回归系数斜率 b 以及截距 a 进行统计学检验,低浓度曲线的 $|T| < T_{0.05(12)}$,高浓度曲线的 $|T| < T_{0.05(16)}$ 均无统计学差异。

表 3 低浓度曲线的基本参数

| 序号 | 样本容量 | 剩余标准差 | 自变量的差方和 | 自变量的均值 | 因变量的均值 |
|--------|------|---------|----------|---------|---------|
| 低曲线 1 | 6 | 0.001 8 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.048 7 |
| 低曲线 2 | 6 | 0.011 3 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.047 2 |
| 低曲线 3 | 6 | 0.012 4 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.048 8 |
| 低曲线 4 | 6 | 0.000 4 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.045 0 |
| 低曲线 5 | 6 | 0.001 5 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.047 2 |
| 低曲线 6 | 6 | 0.012 9 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.051 5 |
| 低曲线 7 | 6 | 0.012 9 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.052 7 |
| 低曲线 8 | 6 | 0.011 4 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.049 2 |
| 低曲线 9 | 6 | 0.012 3 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.050 7 |
| 低曲线 10 | 6 | 0.001 6 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.055 3 |
| 低曲线 11 | 6 | 0.001 0 | 71.333 3 | 4.333 3 | 0.053 7 |

2.3 准确度实验 用环境标准样品在第 31 天与标准曲线同时测定,测得结果分别为 1.20、1.16、1.15、1.19、1.18、1.16 mg/L,平均值为 1.17 mg/L,均在标准值(1.18±0.06) mg/L 的范围内。

• 质控与标规 •

血液细胞分析仪室内质控的范围设定与实践

董家书,彭 华,邹单东,蒙 杰,戴盛明[△]

(广西医科大第四附属医院检验科,广西柳州 545005)

摘要:目的 探讨血细胞分析仪室内质控范围设定的方法。方法 通过对 2 种室内质控范围设定的比较,优选适用于血细胞分析仪室内质控控制范围的设定方法。结果 2 种方法中,以 20 个测定数据计算均值,再用前 3 个批次的加权平均不精密度($CV\%$)计算的标准差(s),失控率和控制效果更加令人满意。结论 用加权平均 $CV\%$ 计算的 s 值来设定质控的控制范围,更适用于血细胞分析仪质量控制。

关键词:血细胞分析仪; 室内质控; 质控范围; 标准差

DOI:10.3969/j.issn.1673-4130.2013.23.051

文献标识码:A

文章编号:1673-4130(2013)23-3213-02

医学实验室室内质量控制范围,在《临床实验室定量测定室内质量控制指南》^[1]和 CNAS-CL43《医学实验室质量和能力认可准则在临床血液学检验领域的应用说明》^[2]中有明确要求,均值和控制范围应通过检测来确定。对于血细胞分析仪室内质控范围的设定,实验室有不同的方法。本文通过选取一个水平的质控品测定数据,应用所测得的均值(\bar{x})和标准差(s)与用加权平均不精密度($CV\%$)来确定的 S ,设定血细胞分析仪室内质控的控制限,失控规则采用 1_{3s} 、 2_{2s} ,以 1 个月的 Levey-Jennings 质控图判断,进行失控比较。现汇报如下。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 XS-800i 血细胞分析仪及配套试剂。

1.2 质控品 SYSMEX 配套质控品, XS-800i 血细胞分析仪质控品批号 30490804,有效期至 2013 年 5 月 12 日。

表 4 高浓度曲线的基本参数

| 序号 | 样本容量 | 剩余标准差 | 自变量的差方和 | 自变量的均值 | 因变量的均值 |
|-------|------|---------|-----------|--------|---------|
| 高曲线 1 | 8 | 0.049 6 | 6 346.875 | 12.5 | 0.140 1 |
| 高曲线 2 | 8 | 0.049 9 | 6 346.875 | 12.5 | 0.058 0 |
| 高曲线 3 | 8 | 0.057 8 | 6 346.875 | 12.5 | 0.059 8 |
| 高曲线 4 | 8 | 0.059 8 | 6 346.875 | 12.5 | 0.137 4 |
| 高曲线 5 | 8 | 0.028 7 | 6 346.875 | 12.5 | 0.130 3 |
| 高曲线 6 | 8 | 0.025 2 | 6 346.875 | 12.5 | 0.123 9 |
| 高曲线 7 | 8 | 0.025 1 | 6 346.875 | 12.5 | 0.139 1 |
| 高曲线 8 | 8 | 0.005 2 | 6 346.875 | 12.5 | 0.137 0 |

3 讨 论

实验结果表明,在低温密闭贮存条件下,氨氮标准使用溶液性质稳定,可有效保存 1 个月,降低了测定成本,提高了工作效率,具有很好的实际应用价值。

参考文献

- [1] 王开校.有关标准溶液几个问题的探讨[J].中国卫生检验杂志,2000,10(1):126-126.
- [2] 国家标准化管理委员会. GB/T5750-2006 生活饮用水卫生标准生活饮用水标准检验方法[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [3] 中国环境监测总站.环境水质检测质量保证手册[M].2 版.北京:化学工业出版社,1994:231-298.

(收稿日期:2013-10-06)

1.3 方法

1.3.1 质控文档设定 在仪器的“IPU”中,将制造商提供的均值和控制限输入。

1.3.2 测定方法 参照文献[2]用质控模式每天测定 5 次,每次测定间隔 2 h,连续测定 4 d,共 20 组数据。

1.3.3 数据处理 用仪器质控的自动计算显示出 \bar{x} 与 s ,截屏打印。 \bar{x} 即为新质控的 \bar{x} , s 记为 s_1 。另用前 3 批质控数据的 $CV\%$ (不精密度),用加权法^[3]算得的加权平均 $CV\%$,再与所测均值计算得到 s ,记为 s_2 ,加权平均 $CV\%$ 计算式如下:加权平均 $CV\% = (n_1 \times CV_1 + n_2 \times CV_2 + n_3 \times CV_3) \div (n_1 + n_2 + n_3)$; s_2 =加权平均 $CV \times$ 均值 $\div 100$,式中 n 为每批的质控次数(包括在控与失控的次数)。

1.3.4 质量控制限设定 在 LIS 质控系统中,用 \bar{x} 与 s_1 和 s_2

[△] 通讯作者,E-mail:shengmdai@yahoo.com。