

• 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	$Y_1=0.010\ 7X+0.002\ 2$	0.999 2
2	低曲线 2	$Y_2=0.009\ 7X+0.014\ 4$	0.999 9
4	低曲线 3	$Y_3=0.010\ 6X+0.012\ 7$	0.999 3
7	低曲线 4	$Y_4=0.010\ 3X+0.000\ 2$	0.999 9
9	低曲线 5	$Y_5=0.010\ 5X+0.001\ 8$	0.999 4
11	低曲线 6	$Y_6=0.011\ 0X+0.014\ 2$	0.999 1
16	低曲线 7	$Y_7=0.011\ 0X+0.015\ 6$	0.999 3
21	低曲线 8	$Y_8=0.009\ 8X+0.016\ 5$	0.999 8
25	低曲线 9	$Y_9=0.010\ 5X+0.015\ 4$	0.999 3
29	低曲线 10	$Y_{10}=0.012\ 5X+0.012\ 5$	0.999 5
31	低曲线 11	$Y_{11}=0.012\ 3X+0.000\ 5$	0.999 8

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	$Y_1=0.003\ 1X+0.066\ 0$	0.999 7
4	高曲线 2	$Y_2=0.003\ 5X+0.016\ 4$	0.999 6
7	高曲线 3	$Y_3=0.003\ 4X-0.015\ 8$	1.000 0
16	高曲线 4	$Y_4=0.003\ 3X+0.025\ 9$	0.999 0
21	高曲线 5	$Y_5=0.003\ 0X+0.057\ 5$	0.999 6
25	高曲线 6	$Y_6=0.003\ 5X+0.027\ 6$	0.999 8
29	高曲线 7	$Y_7=0.003\ 1X+0.062\ 9$	0.999 8
31	高曲线 8	$Y_8=0.003\ 0X+0.063\ 3$	0.999 3

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 •

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)

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。

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%=($n_1 \times CV_1 + n_2 \times CV_2 + n_3 \times CV_3$)÷($n_1 + n_2 + n_3$); s_2 =加权平均 CV×均值÷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,用与 s_1 和 s_2

[△] 通讯作者,E-mail:shengmdai@yahoo.com。