质控单元测试数据总结

本次对质控单元进行了计量泵、蠕动泵的再次测试；测试其配制不同浓度标液的稳定性和线性。

1. 计量泵从最低取样量50微升依次一倍数增加到4000微升取样量进行梯度测试。
2. 蠕动泵进行取样量为300ml、200ml的准确性和稳定性测试。
3. 进行质控单元单个流程测试。
4. 测试整个系统进行标液流程时配制高浓度标液的准确性、稳定性和线性测试；分别测试了低浓度色素、高浓度色素母液配制的标液的对应吸光度和手工配制的标液进行对比。
5. 用质控单元配制不同浓度梯度的亚硝标液，再以间断测试其配制的浓度和吸光度。

一、计量泵测试

1号计量泵测试：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校正体积 | | | 取样体积/微升 | | | 组1 | | 组2 | | | | 组3 | | 组4 | | | 组5 | | |
| 52 | | | 50 | | | 52 | | 53 | | | | 54 | | 54 | | | 54 | | |
| 108 | | | 100 | | | 108 | | 110 | | | | 106 | | 108 | | | 110 | | |
| 323 | | | 300 | | | 273 | | 270 | | | | 272 | | 273 | | | 274 | | |
| 546 | | | 500 | | | 487 | | 486 | | | | 486 | | 491 | | | 488 | | |
| 1087 | | | 1000 | | | 978 | | 976 | | | | 978 | | 976 | | | 980 | | |
| 2155 | | | 2000 | | | 2007 | | 2011 | | | | 2006 | | 2013 | | | 2013 | | |
| 3277 | | | 3000 | | | 2999 | | 2986 | | | | 2985 | | 2991 | | | 2993 | | |
| 4335 | | | 4000 | | | 4039 | | 4043 | | | | 4041 | | 4043 | | | 4046 | | |
| 组6 | 组7 | | | 组8 | | | 组9 | | | 组10 | | | 组11 | | 组12 | | | 组13 | |
| 54 | 54 | | | 53 | | | 52 | | | 54 | | | 52 | | 54 | | | 54 | |
| 110 | 107 | | | 106 | | | 106 | | | 110 | | | 108 | | 106 | | | 110 | |
| 272 | 272 | | | 271 | | | 272 | | | 272 | | | 274 | | 271 | | | 270 | |
| 486 | 489 | | | 488 | | | 490 | | | 489 | | | 487 | | 489 | | | 490 | |
| 978 | 981 | | | 974 | | | 975 | | | 977 | | | 983 | | 977 | | | 981 | |
| 2013 | 2026 | | | 2026 | | | 2025 | | | 2025 | | | 2026 | | 2023 | | | 2021 | |
| 2993 | 2990 | | | 2985 | | | 2985 | | | 2989 | | | 2969 | | 2970 | | | 2968 | |
| 4041 | 4041 | | | 4040 | | | 4043 | | | 4044 | | | 4045 | | 4042 | | | 4042 | |
| 组14 | | 组15 | | | 平均值 | | | | 偏差 | | 相对偏差（%） | | | | | RSD | | | STDVE.P |
| 53 | | 54 | | | 53.4 | | | | 3.4 | | 0.068 | | | | | 0.01498127 | | | 0.8 |
| 108 | | 108 | | | 108.0666667 | | | | 8.06666666 | | 0.080666667 | | | | | 0.01452017 | | | 1.56914697 |
| 273 | | 272 | | | 272.0666667 | | | | 27.933 | | 0.09311 | | | | | 0.00434208 | | | 1.18133634 |
| 488 | | 490 | | | 488.2666667 | | | | 11.733 | | 0.023466 | | | | | 0.00321370 | | | 1.56914697 |
| 975 | | 975 | | | 977.6 | | | | 22.4 | | 0.0224 | | | | | 0.00260926 | | | 2.55081686 |
| 2021 | | 2015 | | | 2018.066667 | | | | 18.067 | | 0.0090335 | | | | | 0.00345905 | | | 6.98060806 |
| 2969 | | 2966 | | | 2982.533333 | | | | 17.47 | | 0.005823333 | | | | | 0.00356700 | | | 10.6387133 |
| 4038 | | 4034 | | | 4041.466667 | | | | 41.467 | | 0.01036675 | | | | | 0.00071065 | | | 2.87208789 |

2号计量泵测试：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校正体积 | | 取样体积/微升 | | 组1 | | 组2 | | | 组3 | | 组4 | | | 组5 |
| 56 | | 50 | | 55 | | 55 | | | 54 | | 55 | | | 53 |
| 112 | | 100 | | 54 | | 55 | | | 55 | | 55 | | | 56 |
| 336 | | 300 | | 279 | | 279 | | | 278 | | 277 | | | 278 |
| 552 | | 500 | | 504 | | 502 | | | 502 | | 501 | | | 500 |
| 1106 | | 1000 | | 995 | | 1003 | | | 1004 | | 1006 | | | 1001 |
| 2222 | | 2000 | | 1998 | | 2011 | | | 20009 | | 2009 | | | 2010 |
| 3361 | | 3000 | | 2972 | | 2967 | | | 2970 | | 2973 | | | 2966 |
| 4483 | | 4000 | | 3982 | | 3968 | | | 3963 | | 3965 | | | 3995 |
| 组6 | 组7 | | 组8 | | 组9 | | 组10 | | | 组11 | | 组12 | 组13 | |
| 54 | 55 | | 56 | | 56 | | 56 | | | 56 | | 56 | 55 | |
| 55 | 56 | | 55 | | 56 | | 54 | | | 57 | | 55 | 55 | |
| 278 | 278 | | 278 | | 278 | | 276 | | | 280 | | 279 | 280 | |
| 501 | 500 | | 499 | | 501 | | 498 | | | 498 | | 498 | 497 | |
| 1001 | 997 | | 992 | | 1003 | | 997 | | | 999 | | 1000 | 999 | |
| 2010 | 2010 | | 2010 | | 2010 | | 2008 | | | 2008 | | 2008 | 2009 | |
| 2961 | 2958 | | 2950 | | 2955 | | 2963 | | | 2973 | | 2977 | 2969 | |
| 3993 | 3995 | | 3991 | | 3989 | | 3990 | | | 3988 | | 3988 | 3968 | |
| 组14 | 组15 | | 平均值 | | 偏差 | | | 相对偏差（%） | | | RSD | | STDVE.P | |
| 55 | 54 | | 55 | | 5 | | | 0.1 | | | 0.016262313 | | 0.894427191 | |
| 55 | 55 | | 55.2 | | 5.2 | | | 0.052 | | | 0.01355673 | | 0.748331477 | |
| 277 | 280 | | 278.3333333 | | 21.7 | | | 0.072333333 | | | 0.004078895 | | 1.135292424 | |
| 497 | 498 | | 499.7333333 | | 0.27 | | | 0.00054 | | | 0.004033142 | | 2.015495528 | |
| 999 | 999 | | 999.6666667 | | 0.33 | | | 0.00033 | | | 0.003478067 | | 3.476907949 | |
| 2007 | 2006 | | 3208.2 | | 208.2 | | | 0.1041 | | | 1.39960217 | | 4490.203681 | |
| 2970 | 2973 | | 2966.466667 | | 43.53 | | | 0.01451 | | | 0.002488976 | | 7.38346501 | |
| 3966 | 3968 | | 3980.6 | | 19.4 | | | 0.00485 | | | 0.003035206 | | 12.08194245 | |

在这两个计量泵中，计量泵1在取样量为2000、3000和4000微升时，取样量与所需体积最为相近，每一取样量的15组数据RSD均小于5%，其稳定性符合要求（小于1%），且多组数据都是稳定的，与实际所需取样量相对偏差较小，分别为0.9%、0.6、1.0%符合仪器的相对偏差需求（≤2%）。当取样量小于2000微升时，从表中可以看出其相对偏差都大于2%，不符合要求，测计量泵1最佳的取样量为2000～4000微升。不在这个范围的取样量会产生较大的误差。

计量泵2在取样量为500～4000范围时，其取样量与实际所需取样量较为接近，每一取样量的15组数据RSD均小于1%，其稳定性也很好。其取样量为500、1000、2000、3000和4000微升的相对偏差分别为0.054%、0.033%、1.5%、0.485%都小于2%，符合要求。计量泵2的最佳取样量范围为500～4000微升。

1. 蠕动泵测试

1号蠕动泵测试

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校正体积/ml | 取样体积 | 组1 | 组2 | 组3 | 组4 | 组5 | 组6 |
| 181.802 | 200 | 200.516 | 200.42 | 198.953 | 198.455 | 198.223 | 198.845 |
| 182.145 | 200 | 197.825 | 196.424 | 196.69 | 197.056 | 197.145 | 199.236 |
| 平均值 | 偏差 | 相对偏差（%） | | RSD | | STDVE.P | |
| 199.2353333 | 0.765 | 0.003825 | | 0.004540 | | 0.90455821 | |
| 197.396 | 2.604 | 0.01302 | | 0.004712 | | 0.930184749 | |

2号蠕动泵测试

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校正体积 | 取样体积 | | 组1 | 组2 | 组3 | 组4 | 组5 | | 组6 |
| 271.62ml | 200 | | 198.2 | 194.24 | 192.89 | 194.32 | 193.22 | | 194.5 |
| 262.0ml | 200 | | 203.75 | 199.86 | 200.93 | 201.121 | 201.735 | | 202.911 |
| 平均值 | | 偏差 | | 相对偏差（%） | | RSD | | STDVE.P | |
| 194.5616667 | | 5.439 | | 0.027195 | | 0.00890175 | | 1.731939343 | |
| 201.7178333 | | 1.72 | | 0.0086 | | 0.006394264 | | 1.289837124 | |

两个蠕动泵在校准后取样为200ml时，其实际取样体积与所需取样体积的偏差和稳定性均满足要求。蠕动泵1的两组测试数据相对偏差为0.3%、和1.3%；RSD分别为0.45%和0.47%；蠕动泵2的两组测试数据据相对偏差为2.7%、和0.86；RSD分别为0.9%和0.64%。均符合需求（偏差≤1%）。

1. 流程测试

分别对清洗、空白、标液、加标流程进行了测试，均无程序问题。

1. 以色素对标液流程进行稳定性和线性测试。
2. 高浓度色素配制标液测试。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 色素加入体积/微升 | 标液吸光度组1 | 组2 | 组3 | 组4 | 组5 |
| 500 | 0.186 | 0.186 | 0.187 | 0.192 | 0.192 |
| 1000 | 0.374 | 0.377 | 0.379 | 0.376 | 0.384 |
| 2000 | 0.764 | 0.76 | 0.767 | 0.777 | 0.768 |
| 3000 | 1.134 | 1.131 | 1.147 | 1.155 | 1.154 |
| 4000 | 1.526 | 1.52 | 1.499 | 1.494 | 1.518 |
| 组6 | 平均值 | STDEV.P | RSD | 极差 | 极差/均值 |
| 0.188 | 0.1885 | 0.002565801 | 0.013611675 | 0.006 | 0.031830239 |
| 0.374 | 0.377333333 | 0.003448027 | 0.00913788 | 0.01 | 0.026501767 |
| 0.781 | 0.7695 | 0.007274384 | 0.009453391 | 0.021 | 0.027290448 |
| 1.147 | 1.144666667 | 0.009177267 | 0.008017414 | 0.024 | 0.020966803 |
| 1.54 | 1.516166667 | 0.015646263 | 0.01031962 | 0.046 | 0.030339672 |

1. 低浓度色素配制标液测试。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液取样量 | 吸光度1 | 吸光度2 | 吸光度3 | 吸光度4 | 吸光度5 |
| 500 | 0.092 | 0.091 | 0.09 | 0.09 | 0.092 |
| 1000 | 0.181 | 0.177 | 0.18 | 0.179 | 0.178 |
| 2000 | 0.373 | 0.377 | 0.376 | 0.379 | 0.368 |
| 3000 | 0.538 | 0.549 | 0.545 | 0.546 | 0.545 |
| 4000 | 0.744 | 0.743 | 0.744 | 0.785 | 0.78 |
| 吸光度6 | 均值 | 标准偏差 | 相对标准偏差 | 极差 | 极差/均值 |
| 0.09 | 0.090833333 | 0.000897527 | 0.009881036 | 0.002 | 0.022018349 |
| 0.179 | 0.179 | 0.001290994 | 0.007212259 | 0.004 | 0.022346369 |
| 0.368 | 0.3735 | 0.004272002 | 0.011437756 | 0.011 | 0.029451138 |
| 0.548 | 0.545166667 | 0.003531603 | 0.006478025 | 0.011 | 0.020177316 |
| 0.784 | 0.763333333 | 0.019728716 | 0.025845479 | 0.042 | 0.055021834 |

在用色素配制标液测定质控单元配制标液的稳定性和线性实验中，高浓度测试数据在色素加入量为1000、2000、3000微升时，配制的标液吸光度RSD分别为0.9%、0.95%、0.8%，其稳定性较好，符合要求。

在低浓度色素的测试中，色素加入量为500、1000、3000微升时，六组数据的吸光度较为稳定，无大波动，三个加入量测试组的RSD分别为0.98%、0.72%、0.65%，均小于1%，稳定性符合要求。

除以上组别，其他测试组的吸光度数据都有较大的波动，稳定性不符合要求。

图1-1 高浓度色素配制标液的线性

图1-2 低浓度色素配制标液的线性

从图1-1和图1-2看，高浓度和低浓度色素配制的标液的数据组的R2分别为R2=0.9999和R2=0.9985；高浓度的线性比低浓度的线性要好一些，因为高浓度色素的吸光度响应值较高，组与组之间的数据差别对线性影响不大，低浓度色素的线性能更好的看出其线性。两个色素配制的标液的线性均能满足要求。

1. 以亚硝标液对标液流程进行测试，用间断比色测吸光度。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 纯水体积 | 标液体积 | 理论浓度 | 实际浓度及ABS | | | | | | | | |
| 200 | 0.5 | 0.025 | 0.027 | | 0.027 | 0.026 | | 0.027 | 0.027 | | 0.027 |
| 0.0608 | | 0.0604 | 0.0596 | | 0.0619 | 0.0615 | | 0.061 |
| 200 | 1 | 0.05 | 0.056 | | 0.057 | 0.058 | | 0.057 | 0.054 | | 0.057 |
| 0.1238 | | 0.1253 | 0.129 | | 0.1261 | 0.1206 | | 0.126 |
| 200 | 1.5 | 0.075 | 0.085 | | 0.081 | 0.081 | | 0.079 | 0.085 | | 0.085 |
| 0.1861 | | 0.1777 | 0.1768 | | 0.1735 | 0.1871 | | 0.1856 |
| 200 | 2 | 0.1 | 0.109 | | 0.109 | 0.11 | | 0.111 | 0.113 | | 0.112 |
| 0.2379 | | 0.2385 | 0.2406 | | 0.2415 | 0.2459 | | 0.2451 |
| 200 | 2.5 | 0.125 | 0.134 | | 0.137 | 0.134 | | 0.135 | 0.135 | | 0.133 |
| 0.2928 | | 0.2986 | 0.2928 | | 0.295 | 0.295 | | 0.2897 |
| 200 | 3 | 0.15 | 0.165 | | 0.16 | 0.16 | | 0.164 | 0.165 | | 0.168 |
| 0.3588 | | 0.3492 | 0.3479 | | 0.3573 | 0.359 | | 0.3648 |
| 200 | 4 | 0.2 | 0.218 | | 0.223 | 0.222 | | 0.216 | 0.211 | | 0.217 |
| 0.4727 | | 0.482 | 0.482 | | 0.4684 | 0.458 | | 0.4713 |
| 均值 | | 标准偏差 | | RSD | | | 最大偏差 | | | 最大相对偏差 | |
| 0.026833333 | | 0.000372678 | | 0.013888621 | | | 0.002 | | | 0.08 | |
| 0.060866667 | | 0.000743117 | | 0.012208925 | | | 0.0019 | | | 0.0312 | |
| 0.0565 | | 0.001258306 | | 0.022270898 | | | 0.008 | | | 0.16 | |
| 0.125133333 | | 0.002549292 | | 0.020372604 | | | 0.0055 | | | 0.043953117 | |
| 0.082666667 | | 0.002426703 | | 0.029355282 | | | 0.01 | | | 0.133333333 | |
| 0.181133333 | | 0.005308065 | | 0.029304739 | | | 0.0126 | | | 0.069562017 | |
| 0.110666667 | | 0.001490712 | | 0.013470289 | | | 0.013 | | | 0.13 | |
| 0.241583333 | | 0.00302898 | | 0.012538035 | | | 0.008 | | | 0.033114867 | |
| 0.134666667 | | 0.001247219 | | 0.009261528 | | | 0.012 | | | 0.096 | |
| 0.293983333 | | 0.002724223 | | 0.009266589 | | | 0.0059 | | | 0.020069165 | |
| 0.163666667 | | 0.002867442 | | 0.017520011 | | | 0.018 | | | 0.12 | |
| 0.356166667 | | 0.005882932 | | 0.016517357 | | | 0.0169 | | | 0.047449696 | |
| 0.217833333 | | 0.00397562 | | 0.018250743 | | | 0.022 | | | 0.11 | |
| 0.4724 | | 0.008256109 | | 0.017476945 | | | 0.024 | | | 0.050804403 | |

用亚硝进行标液流程测试中，从测定的实际浓度看，理论浓度为0.025、0.5、0.10、0.125、0.15、0.2mg/l的实验组稳定性在可接受范围内，（次浓度范围对应该微量泵的最佳取样体积范围）。其实际测得的浓度波动性小，最大偏差均小于等于1.5%，符合要求（偏差≤2%），而0.75mg/l的实验组其测得的吸光度最大相对偏差为6.9%大于5%，不符合要求，六组实验数据存在较大的波动。

图1-3 亚硝配制的标液测试的线性

以亚硝配制的标液测试组的线性R2=0.9997,线性符合要求。

1. 总结

质控单元的微量泵、蠕动泵通过测试可得到其最佳的取样体积，在这个取样体积范围内配制出的标液的的稳定性和线性在可接受的要求范围内，通过色素和亚硝配制测试中，可以得出，次质控单元在计量泵和蠕动泵的最佳取样范围内配制出来的标液在可接受范围内。

质控单元在更改，排放阀、混合管和程序及程序算法后，配制标液的稳定性和线性基本能达到上机的要求。

1. 仍存在的问题

1.在加入纯水和标液时，会有水溅到混合管壁上，且部分清洗不到，会产生误差。

2.蠕动泵存在卡壳现象:电机在转动，但泵不动，发出巨大异响声。这与泵和电机的接头和质量有关。