

780SIS测量不溶性微粒结果不平行原因及分析确证

摘要: 导致不溶性微粒测量结果不平行的原因有很多,可能是外界杂质粒子的进入、进样量太少等原因,本文通过实验进一步确证了Tare值的设置、进样量及外界杂质粒子都可能影响780SIS的测量结果,导致检测结果不平行。

关键词: 780SIS, 不溶性微粒, 数据不平行, 重复性

仪器型号: AccuSizer 780APS

问题:

某客户在使用780SIS仪器测量不溶性微粒时,同一样品测三次,其得到的 $10\mu\text{m}$ 粒子数的结果分别是1000个/ml、2500个/ml和5000个/ml,客户认为这三组数据的重复性不好,仪器有偏差。

可能原因分析:

1. Tare volume设为了0;
2. 取样量太少,客户将进样量设置成了5ml,而样品为每瓶50ml;
3. 样品前处理可能引进了杂质粒子。

实验方案验证:

1. 将样品分为三组,每组测三次,观察样品在64通道、128通道和512通道三个通道下的数据;
2. 将Tare volume设定为1毫升,进样管或传感器内可能会沾有上一次检测的残余样品溶液,设置预抽体积就是为了冲去管内这些残留样品,使测量结果更精确;

3. 将进样量设为9毫升;

4. 为防止其他杂质介入,直接在烧杯中溶解样品,并超声五分钟,为防止产生气泡,超声后再静置样品;另外,为了防止交叉污染,进样管需先抽空再进样,以上操作均在超净台上完成。

5. 开始测样,测完之后,我们得到三个通道下的数据:



Table1 Channel=64

Channel=64		Background		Measurement			
		counts		counts		counts/container	
	RUN	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$
1号	1	105	4	255	3	1583	56
	2	67	7	236	3	1511	6
	3	69	1	258	4	1478	0
	Mean	80	4	250	3	1524	21
2号	1	24	0	208	1	1156	6
	2	18	3	235	6	1306	33
	3	15	0	194	4	1078	22
	Mean	19	1	212	4	1180	20
3号	1	18	0	285	10	1417	17
	2	14	1	272	1	1311	17
	3	12	2	266	0	1433	22
	Mean	15	1	274	4	1387	19

由Table 1可以看出, 将数据表设置为64个通道数, 其结果平行性不是特别好。

Table2 Channel=128

Channel=128		Background		Measurement			
		counts		counts		counts/container	
	RUN	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$
1号	1	42	1	233	4	1294	22
	2	42	1	245	2	1361	11
	3	35	0	229	4	1272	22
	Mean	40	1	236	3	1309	18
2号	1	83	1	240	10	1333	56
	2	91	4	237	5	1317	28
	3	83	4	213	3	1183	17
	Mean	86	3	230	6	1278	34
3号	1	35	0	294	0	1633	0
	2	60	3	281	3	1561	17
	3	40	0	280	2	1556	11
	Mean	45	1	285	2	1583	9

由Table 2可以看出, 将数据表设置为128个通道数, 其结果平行性还是存在分歧。

Table3 Channel=512

Channel=512		Background		Measurement			
		counts		counts		counts/container	
	RUN	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$	$\geq 10\mu\text{m}$	$\geq 25\mu\text{m}$
1号	1	42	2	373	6	2072	33
	2	44	0	346	10	1922	56
	3	45	0	360	10	2000	56
	Mean	44	1	360	9	1998	48
2号	1	83	1	363	7	2017	39
	2	90	1	369	5	2050	28
	3	98	0	391	4	2172	22
	Mean	90	1	374	5	2080	30
3号	1	67	2	403	4	2239	22
	2	49	0	379	11	2106	61
	3	57	3	346	2	1922	11
	Mean	58	2	376	6	2089	31

由Table 3可以看出, 将数据表设置为512个通道数, 其平均结果为 $10\mu\text{m}$ 1998#,2080#,2089#, 结果的重复性符合要求。

结论:

通过比较样品在三个通道下的数据可知, 512通道的数据重复性最好, 证明仪器的分辨率越高, 重复性越好。所以回到上述客户的观点, 其并不是仪器分辨率过高导致的测量结果不平行, 而有可能是外界杂质粒子的介入导致的数据重复性差。

奥博士Tips:

1. 在测样前, 不要将tare volume设置为0, 防止进样管内有残留液体;
2. 在样品量较大时, 取样量不宜太少;
3. 为防止样品中进入外界杂质粒子, 尽量在超净台上进行样品前处理。