

# 中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 420—2013

---

## 临床实验室对商品定量试剂盒 分析性能的验证

Verification of analytical performance of quantitative kits by clinical laboratory

2013-07-16 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准起草单位：卫生部临床检验中心、北京航天总医院、卫生部北京医院。

本标准主要起草人：杨振华、陈文祥、申子喻、陈宝荣、谭爱国、王治国、李晓鹏、张传宝、汪静。



## 引 言

根据《医疗机构临床实验室管理办法》(以下简称《管理办法》)的要求,临床实验室所用的检验方法、仪器等应保证检验结果的准确可靠,临床实验室应对所选购的商品定量试剂盒进行检查,以保证所选用的试剂盒达到临床实验室要求的临床性能、分析性能、经济性能等各方面的要求。其中,分析性能是这些要求中重要的一个方面。本标准是根据上述要求而制定。

临床实验室对试剂盒的验证和评价不同于临床实验室对自行开发的检验方法或仪器以及对国家食品药品监督管理局(SFDA)批准的检验方法或仪器进行重大修改时所进行的全面确认(validation),此时只需对管理机构,如 SFDA 或 FDA 批准的主要性能进行证明,常称之为验证(verification)或者证实(demonstration)。

检验医学包含多类亚学科,有些亚学科的定量检验方法由于各种原因,如血细胞计数检验方法由于缺乏稳定的检验样品,无法按本文件的建议连续测量多天,此时可根据实际情况适当加以修改。



# 临床实验室对商品定量试剂盒 分析性能的验证

## 1 范围

本标准规定了临床实验室对商品定量试剂盒分析性能进行验证的方法。

本标准适用于临床实验室对商品定量试剂盒分析性能的验证。对于某些商品定量试剂盒可能不完全适用,可在本标准基础上进行适当修改。

本标准不适用于对商品定量试剂盒的分析性能进行全面和系统的评价。如果临床实验室对商品定量试剂盒的操作步骤、用量、计算等进行了重大修改,只进行验证是不够的,此时应使用比较全面和复杂的确认方法。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 22576—2008 医学实验室 质量和能力的专用要求

ISO 18113:2009 临床实验室检验和体外诊断检验系统 体外诊断医学器具 制造商提供的信息 (Clinical laboratory testing and in vitro diagnostic test systems—In vitro diagnostic medical devices—Information supplied by the manufacturer)

CLIA88 临床实验室改进修正案 (Clinical Laboratory Improvement Amendments)

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**参考量值** reference quality value

**参考值** reference value

用作与同类量的值进行比较的基础的量值。

注1:参考量值可以是被测量的真值,这种情况下它是未知的;也可以是约定量值,这种情况下它是已知的。

注2:带有测量不确定度的参考量值通常由以下参照对象提供:

- a) 一种物质,如有证标准物质;
- b) 一个装置,如稳态激光器;
- c) 一个参考测量程序;
- d) 与测量标准的比较。

### 3.2

**测量偏移** measurement bias

**偏移** bias

系统测量误差的估计值。

[JJF 1001—2011,5.5]



3.3

**测量区间 measuring interval**

**工作区间 working inteerval**

在规定条件下,由具有一定的仪器不确定度的测量仪器或测量系统能够测量出的一组同类量的量值。

注 1: 在某些领域,此术语也称“测量范围(measuring range)或工作范围(working range)”。

注 2: 测量区间的下限不应与检测限相混淆。

[JJF 1001—2011,7.7]

3.4

**测量精密度 measurement precision**

**精密度 precision**

在规定条件下,对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得值间的一致程度。

注 1: 测量精密度通常用不精密程度以数字形式表示,如在规定测量条件下的标准偏差、方差或变差系数。

注 2: 规定条件可以是重复性测量条件、期间精密度测量条件或复现性测量条件。

注 3: 测量精密度用于定义测量重复性、期间测量精密度或测量复现性。

注 4: 术语“测量精密度”有时用于指“测量准确度”,这是错误的。

[JJF 1001—2011,5.10]

3.5

**测量正确度 measurement trueness, trueness of measurement**

**正确度 trueness**

无穷多次重复测量所得量值的平均值与一个参考量值间的一致程度。

注 1: 测量正确度不是一个量,不能用数值表示。

注 2: 测量正确度与系统测量误差有关,与随机测量误差无关。

注 3: 术语“测量正确度”不能用“测量准确度”表示。反之亦然。

[JJF 1001—2011,5.9]

3.6

**确认 validation**

通过提供客观证据对特定的预期用途或应用要求已得到满足的认定。

注 1: “已确认”一词用来表示相应的状况。

注 2: 确认所使用的条件可以是实际的或是模拟的。

[CLSI C51-P]

3.7

**验证 verification**

通过提供客观证据对规定要求已得到满足的认定。

注 1: “已验证”、“验证过的”一词用来表示相应的状况。

注 2: 认定可包括下述活动,如:

——变换方法进行计算;

——将新设计规范与已证实的类似设计规范进行比较;

——进行试验和演示;

——文件发布前的评审。

注 3: 在设计和开发中,“验证”是指对某项规定活动的结果进行检查的过程,以确定该项活动对规定要求的合格情况。

[CLSI C51-P]



## 3.8

**测量重复性 measurement repeatability**

**重复性 repeatability**

在一组重复性测量条件下的测量精密度。

[JJF 1001—2011, 5.13]

## 3.9

**重复性测量条件 measurement repeatability condition of measurement**

**重复性条件 repeatability condition**

相同测量程序、相同操作者、相同测量系统、相同操作条件和相同地点,并在短时间内对同一或相类似被测对象重复测量的一组测量条件。

注:在化学中,术语“序列内精密度测量条件”有时用于指“重复性测量条件”。

[JJF 1001—2011, 5.14]

## 3.10

**期间测量精密度 intermediate measurement precision**

**期间精密度 intermediate precision**

在一组期间精密度测量条件下的测量精密度。

[JJF 1001—2011, 5.12]

## 3.11

**期间测量精密度测量条件 intermediate precision condition of measurement**

**期间精密度条件 intermediate precision condition**

除了相同测量程序、相同地点,以及在一个较长时间内对同一或相类似的被测对象重复测量的一组测量条件外,还可包括涉及改变的其他条件。

注1:改变可包括新的校准、测量标准器、操作者和测量系统。

注2:对条件的说明应包括改变和未变的条件以及实际改变到什么程度。

注3:在化学中,术语“序列间精密度测量条件”有时用于指“期间精密度测量条件”。

注4:若完成单位是临床实验室,习惯上称为实验室内精密度(Within-laboratory precision);若完成单位是生产厂家,习惯上称为器具内精密度(Within-Device precision)。

[JJF 1001—2011, 5.11]

## 4 符号

下列符号适用于本文件。

$\sigma_r$ : 厂家声称的重复(批内)标准差。

$\sigma_i$ : 厂家声称的期间(器具内)标准差。

$S_r$ : 验证实验室的重复(批内)标准差。

$S_i$ : 验证实验室的期间(实验室内)标准差。

## 5 商品定量试剂盒的分析性能要求和规定

## 5.1 GB/T 22576—2008 对商品定量试剂盒分析性能的要求

GB/T 22576—2008 在其 5.5“检验程序”一条中明确要求“使用经确认的方法,性能适合其预期用



途”，这就要求临床实验室在选择测量项目的方法或试剂盒之前，应在临床和顾客需要的基础上确定其（最低）性能。在我国实际工作中，可以将《管理办法》中提出的通过能力比对的及格标准看成选用检验方法或试剂盒必须达到的最低分析性能。

## 5.2 CLSI 对商品定量试剂盒分析性能的评价

在确认定量试剂盒分析性能时，国际上，特别是在美国广泛使用美国临床和实验室标准研究院（Clinical and Laboratory Standards Institute, CLSI）提供的各种标准文件。这些标准文件提供的确认方法虽较复杂，需耗费大量的人力、物力和财力，但依据这些标准文件提供的确认方法所获得的数据公认比较准确、可靠。

## 5.3 厂家对商品定量试剂盒分析性能的评价

生产厂家推出新试剂盒前，应对其进行系统评估，要确认新试剂盒能达到使用者的上述要求。在 ISO 18113:2009 中就明确提出制造商应向使用者提供一系列分析性能指标：至少包括精密度、正确度、测量区间、特异性、最低检出限等。

## 5.4 临床实验室应对商品定量试剂盒分析性能进行系统确认的两种情况

5.4.1 临床实验室建立了新的检验方法或试剂盒。

5.4.2 对我国食品药品监督管理局（SFDA）批准的检验方法或试剂盒进行了重要修改。

## 5.5 临床实验室对商品定量试剂盒分析性能的验证

5.5.1 临床实验室应对所用的检验方法或商品定量试剂盒进行验证。GB/T 22576—2008 明确了临床实验室使用厂家已经过严格评估的检验方法或试剂盒之前，还要验证相关分析性能以证实在本实验室能达到厂家声称的分析性能指标，从而保证检验结果准确。

5.5.2 临床实验室应在正式使用商品定量试剂盒前，对厂家声称的各项主要分析性能指标进行验证，依据 CLIA88 要求，临床实验室可只对下列三项主要分析性能进行验证：正确度、精密度和线性（测量区间）。

5.5.3 临床实验室应保留商品定量试剂盒验证的全部文件和记录，作为选用这些试剂盒或检验方法的依据。如果临床实验室未对选用的试剂盒进行验证，或生产商未对实验室所选用的试剂盒进行分析性能确认，均不恰当。

## 6 商品定量试剂盒的分析性能验证方案总则

### 6.1 责任方

在本标准中，商品定量试剂盒的主要分析性能指标应由设计和开发的生产厂家提供；商品定量试剂盒的分析性能验证应由临床实验室进行。

### 6.2 验证目的

检查试剂盒主要分析性能，如正确度、精密度和线性（测量区间）是否已达到预期要求。

### 6.3 验证技术方案内容

至少应包含准备工作、验证实验、数据收集与处理、结果判读四部分内容。



## 7 精密度验证

### 7.1 准备工作

为了得到正确的试剂盒精密度验证结果,实验室负责人应选用熟悉仪器和检验方法、富有责任心的技术人员进行验证实验。在开始验证实验前应确认仪器处于良好状态,并建立具体可执行的验证方案。

至少应包含:

- 操作人员;
- 使用的设备;
- 设备的校准;
- 环境(温度、湿度、空气污染等);
- 不同测量的时间间隔;
- 其他:试剂种类和批号等。

### 7.2 精密度验证实验

#### 7.2.1 实验样本类型

7.2.1.1 厂家生产的质控品或校准品:由于精密度验证需进行5 d,进行精密度验证的样本应具有很好的稳定性和均匀性。若选用样品为冻干品或干粉,存在瓶间差,宜取多瓶样品复溶,充分混匀后分装在密闭小瓶中,根据质控品或校准品的特性选择相应温度进行冰冻贮存。每天在测量前取出,室温融化后进行精密度实验。

7.2.1.2 自制样本:应有充分证据证实其具有很好的稳定性和均匀性。

#### 7.2.2 实验样本浓度

7.2.2.1 至少含两个浓度水平。

7.2.2.2 应尽可能与厂家精密度评价时所用样本的浓度一致。

7.2.2.3 应确定医学决定水平处的精密度,这有助于医师判断病情。例如:对血糖测量,可分别取7.0 mmol/L和4.0 mmol/L浓度进行精密度实验,它们分别用于诊断糖尿病和低血糖。

#### 7.2.3 实验周期

精密度验证应进行5 d,每天一个批次。

#### 7.2.4 实验方法

7.2.4.1 校准方法:根据厂家说明书规定的方法进行校准。

7.2.4.2 校准频率:每个批次测量应分别进行校准。

7.2.4.3 室内质控:每批样本测量前后应分别进行室内质控样本测量。如出现室内质控失控或其他操作问题,则应将此批次数据弃去,另加一个批次测量。

7.2.4.4 样本测量:每一批次对各浓度样本分别重复测量3次。

### 7.3 数据处理(每个样本测量数据分别处理)

#### 7.3.1 测量数据有效性判断

7.3.1.1 实验日质控数据确认:按室内质控规则评价数据有效性。

7.3.1.2 离群值判断标准:单次测量数据超出总均值 $\pm 4SD$ 。

7.3.1.3 数据剔除量:小于总测量数据量的5%。



7.3.2 有效数据处理(实例参见附录 A)

7.3.2.1 填表

将有效数据与初步计算数据填入表 1。

表 1 精密度验证数据处理表

设备: \_\_\_\_\_ 分析项目: \_\_\_\_\_ 浓度: \_\_\_\_\_  
 试剂批号: \_\_\_\_\_ 校准品批号: \_\_\_\_\_

项目	第 1 批	第 2 批	第 3 批	第 4 批	第 5 批
日期/操作人员					
第一次测量结果: $x_1$					
第二次测量结果: $x_2$					
第三次测量结果: $x_3$					
每批测量结果之和: $\sum_{i=1}^n x_i = x_1 + x_2 + x_3$					
每批测量结果均值: $\bar{x}_d = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3}$					
每批第一次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_1 - \bar{x}_d$					
每批第一次测量结果与每批测量结果均值之差的平方: $(x_1 - \bar{x}_d)^2$					
每批第二次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_2 - \bar{x}_d$					
每批第二次测量结果与每批测量结果均值之差的平方: $(x_2 - \bar{x}_d)^2$					
每批第三次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_3 - \bar{x}_d$					
每批第三次测量结果与每批测量结果均值之差的平方: $(x_3 - \bar{x}_d)^2$					
每批单次测量结果与每批测量结果均值之差的平方和: $\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_d)^2 = (x_1 - \bar{x}_d)^2 + (x_2 - \bar{x}_d)^2 + (x_3 - \bar{x}_d)^2$					
每批测量批内方差: $sd_{\text{run}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_d)^2}{n-1} = \frac{(x_1 - \bar{x}_d)^2 + (x_2 - \bar{x}_d)^2 + (x_3 - \bar{x}_d)^2}{2}$					



表 1 (续)

项目	第 1 批	第 2 批	第 3 批	第 4 批	第 5 批
日期/操作人员					
每批测量结果均值与总均值之差: $\bar{x}_d - \bar{x}$ (见公式(2))					
每批测量结果均值与总均值之差的平方: $(\bar{x}_d - \bar{x})^2$					
表中: $n$ —— 每批重复测量次数(3); $x_i$ —— 每批单次测量结果; $\bar{x}_d$ —— 每批测量结果均值; $sd_{run}$ —— 每批测量重复标准差; $\bar{x}$ —— 总均值, 即所有批次测量结果均值。					

7.3.2.2 重复标准差( $S_r$ )

$S_r$ 按公式(1)计算:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^D sd_{runi}^2}{D}} = \sqrt{\frac{sd_{run1}^2 + sd_{run2}^2 + sd_{run3}^2 + sd_{run4}^2 + sd_{run5}^2}{5}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $D$  —— 测量天(批)数(5);
- $sd_{runi}$  —— 每批测量重复标准差。

7.3.2.3 期间标准差( $S_t$ )计算

7.3.2.3.1 总均值( $\bar{x}$ )

$\bar{x}$ 按公式(2)计算:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{d=1}^D \bar{x}_d}{D} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \bar{x}_3 + \bar{x}_4 + \bar{x}_5}{5} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $D$  —— 测量天(批)数(5);
- $\bar{x}_d$  —— 每批测量结果均值。

7.3.2.3.2 批间方差( $S_b^2$ )

$S_b^2$ 按公式(3)计算:

$$S_b^2 = \frac{\sum_{d=1}^D (\bar{x}_d - \bar{x})^2}{D - 1} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_2 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_3 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_4 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_5 - \bar{x})^2}{4} \dots\dots\dots (3)$$

式中符号所示见公式(2)。



7.3.2.3.3 期间标准差( $S_1$ )

$S_1$ 按公式(4)计算:

$$S_1 = \sqrt{\frac{n-1}{n} \times S_r^2 + S_b^2} = \sqrt{\frac{2}{3} \times S_r^2 + S_b^2} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$n$  ——每批重复测量次数(3);

$S_b^2$  ——批间方差。

7.4 结果判读(实例参见附录 A)

7.4.1 重复精密度

7.4.1.1 判读项

重复标准差。如果厂家声称的精密度为变异系数,应先将其按公式(5)转换为标准差:

$$\sigma_r = cv_r \times \bar{x} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$cv_r$  ——厂家声称的重复变异系数;

$\bar{x}$  ——厂家测量结果总均值。

7.4.1.2 判读标准

7.4.1.2.1 如果计算值  $S_r \leq$  厂家声称值  $\sigma_r$  或验证值,则验证厂家声称的重复精密度可靠。

7.4.1.2.2 如果计算值  $S_r >$  厂家声称值  $\sigma_r$ ,则需将  $S_r$  与验证值比较,如小于验证值,说明此差异无统计学意义,表明厂家声称的重复精密度可靠。如二者数值很接近,可增加 2 个批次测量,将所得数据与之前的数据合并计算,可增加结果的可靠程度。

7.4.1.2.3 如果计算值  $S_r >$  验证值,表明厂家声称的重复精密度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。

7.4.1.3 判读方法

7.4.1.3.1 计算值  $S_r$  与厂家声称值  $\sigma_r$  相比较

7.4.1.3.1.1 如果计算值  $S_r \leq$  厂家声称值  $\sigma_r$ ,则验证厂家声称的重复精密度可靠。

7.4.1.3.1.2 如果计算值  $S_r >$  厂家声称值  $\sigma_r$ ,则需将计算值  $S_r$  与验证值比较。

7.4.1.3.2 验证值的计算

7.4.1.3.2.1 自由度( $\nu$ )

$\nu$  按公式(6)计算:

$$\nu = D \times (n - 1) \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$D$  ——测量天(批)数(5);

$n$  ——每批重复测量次数(3)。

7.4.1.3.2.2 C 点的确定

此点代表在自由度  $\nu, x^2$  (“Chi-Square”)分布的  $(1-\alpha/l)$  百分比的点。 $\alpha$  为假排除率(False rejection



rate),一般常取5%。 $l$ 为检测水平数字,2,3,4分别代表97.5%,98.33%和98.75%。假设排除率为5%,对所选不同水平数,Chi-Square分布时所决定的百分点见附录E。

7.4.1.3.2.3 验证值

按公式(7)计算:

$$\text{验证值} = \frac{\sigma_r \times \sqrt{C}}{\sqrt{\nu}} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$C$ ——Chi-Square分布时所决定的百分点;

$\nu$ ——自由度。

7.4.1.3.3 计算值  $S_r$  与验证值相比较

7.4.1.3.3.1 如果计算值  $S_r \leq$  验证值,则验证厂家声称的重复精密度可靠。

7.4.1.3.3.2 如果计算值  $S_r >$  验证值,表明厂家声称的重复精密度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。如果二者数据很接近,可增加2个批次测量,并将所得数据与之前的数据重新合并计算,可增加结果的可靠程度。

7.4.2 期间精密度

7.4.2.1 判读项

期间标准差。如果厂家声称的精密度为变异系数,应先将其按公式(8)转换为标准差:

$$\sigma_1 = cv_1 \times \bar{x} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$cv_1$ ——厂家声称的期间变异系数;

$\bar{x}$ ——厂家测量结果总均值。

7.4.2.2 判读标准

7.4.2.2.1 如果计算值  $S_1 \leq$  厂家声称值  $\sigma_1$ ,则验证厂家声称的期间精密度可靠。

7.4.2.2.2 如果计算值  $S_1 >$  厂家声称值  $\sigma_1$ ,应将  $S_1$  与验证值比较,如小于验证值,说明此差异无显著统计学意义,表明厂家声称值可靠。如二者数值很接近,可增加2个批次测量,将所得数据与之前的数据合并计算,可增加结果的可靠程度。

7.4.2.2.3 如果计算值  $S_1 >$  验证值,表明厂家声称的期间精密度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。

7.4.2.3 判读方法

7.4.2.3.1 计算值  $S_1$  与厂家声称值  $\sigma_1$  相比较

7.4.2.3.1.1 如果计算值  $S_1 \leq$  厂家声称值  $\sigma_1$ ,则验证厂家声称的期间精密度可靠。

7.4.2.3.1.2 如果计算值  $S_1 >$  厂家声称值  $\sigma_1$ ,则需将计算值  $\sigma_1$  与验证值比较。

7.4.2.3.2 验证值的计算

7.4.2.3.2.1 自由度( $T$ )

$T$ 按公式(9)计算:



$$T = \frac{[(n-1)S_r^2 + (S_b^2)]^2}{\left(\frac{n-1}{D}\right)S_r^4 + \left(\frac{n^2(S_b^2)^2}{D-1}\right)} = \frac{[2S_r^2 + 3(S_b^2)]^2}{0.4S_r^4 + \frac{9(S_b^2)^2}{4}} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$n$  —— 每批重复测量次数(3);

$S_b^2$  —— 批间方差;

$D$  —— 测量天(批)数(5)。

#### 7.4.2.3.2.2 C点的确定

此点代表在自由度  $T, x^2$  (“Chi-Square”) 分布的  $(1-\alpha/l)$  百分比的点。 $\alpha$  为假排除率(Falserejection rate), 一般常取 5%。 $l$  为检测水平数字, 2, 3, 4 分别代表 97.5%, 98.33% 和 98.75%。假设排除率为 5%, 对所选不同水平数, Chi-Square 分布时所决定的百分点见附录 E。

#### 7.4.2.3.2.3 验证值

验证值按公式(10)计算:

$$\text{验证值} = \frac{\sigma_1 \times \sqrt{C}}{\sqrt{T}} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

$C$  —— Chi-Square 分布时所决定的百分点;

$T$  —— 自由度。

#### 7.4.2.3.3 计算值 $S_1$ 与验证值相比较

7.4.2.3.3.1 如果计算值  $S_1 \leq$  验证值, 则验证厂家声称的期间精密度可靠。

7.4.2.3.3.2 如果计算值  $S_1 >$  验证值, 表明厂家声称的期间精密度未得到临床实验室验证, 应与厂家联系并取得帮助。如果二者数据很接近, 可增加 2 个批次测量, 并将所得数据与之前的数据合并计算, 可增加结果的可靠程度。

### 8 正确度的验证

#### 8.1 准备工作

为了得到正确的试剂盒正确度验证结果, 实验室负责人应选用熟悉仪器和检验方法、富有责任心的技术人员进行验证实验。在开始验证实验前应确认仪器处于良好状态, 并建立具体可执行的验证方案。至少应包括:

- 操作人员;
- 使用的设备;
- 设备的校准;
- 环境(温度、湿度、空气污染等);
- 不同测量的时间间隔;
- 其他: 试剂种类和批号等。

#### 8.2 用患者样本与其他检验方法/试剂盒进行正确度验证实验

##### 8.2.1 用患者样本与其他检验方法/试剂盒进行比较的几种情况

8.2.1.1 如果实验室只是要验证厂家的声称, 并以厂家的声称作为验证的基础, 最好选择厂家进行比



较的试剂盒或检验方法。

8.2.1.2 如果只是更新试剂盒,则实验室应与现在使用的试剂盒进行比较。

8.2.1.3 如果只是将试剂盒应用到其他仪器,则实验室应重新验证。

## 8.2.2 判定标准

8.2.2.1 如果实验室进行此实验的目的是通过与参考方法进行比较以观察其正确度,应自行决定两种方法测量结果的医学允许偏移。

8.2.2.2 如果实验室使用与厂家确证时不同的比较方法或试剂盒验证正确度,实验室应根据对测量质量的允许要求自行决定两种方法测量结果的医学允许偏移(medically allowable bias)。

## 8.2.3 比较实验

### 8.2.3.1 样本制备与要求

8.2.3.1.1 取 20 份患者样本,其浓度应均匀分布在试剂盒或检验方法的测量区间。样本类型应符合所用试剂盒或检验方法要求。不应使用已知对检验方法或试剂盒有干扰的样本,例如溶血、黄疸或乳糜血清。

8.2.3.1.2 按厂家要求采集、处理和制备患者样本。

8.2.3.1.3 由于不易获得病理样本,样本常需贮存一段时间,当达到足够量再进行比较实验。此时,各实验室应根据项目特点规定贮存条件。冷冻样本应避免反复融冻。融化后应充分混匀后再进行测量。如果出现颗粒状沉淀,可离心后取上清液测量。

### 8.2.3.2 测量周期和测量次数

8.2.3.2.1 测量宜在样本采集当天进行。但实际工作中很难做到这一点。也可在 3 d~5 d 天内用测量和比较检验方法或试剂盒测完所有 20 个样本,每天测量 4~7 个样本,结果可能更有说服力。这种方法考虑到实验室在不同工作日,不同测量条件产生变异的可能。此时可以考虑在同一个批次测量中,先后进行正确度与精密度验证实验。

8.2.3.2.2 每个样本测量一次,使测量条件和常规工作接近,不应重复多次测量。

### 8.2.3.3 测量要求

应在同一台仪器上同时用二种方法测量样本,以避免由于测量仪器、时间不同而引起的差异。

### 8.2.3.4 实验方法

8.2.3.4.1 校准方法:根据厂家说明书规定的方法进行校准。

8.2.3.4.2 校准频率:每个批次测量应分别进行校准。

8.2.3.4.3 室内质控:每批样本测量前后应分别进行室内质控样本测量。如出现室内质控失控或其他操作问题,则应将此批次数据弃去,另加一个批次测量。

8.2.3.4.4 样本测量:每个样本测量一次。

### 8.2.3.5 测量结果分析

如果某一样本结果明显不同于其他样本,常提示可能出现了干扰或其他问题,应按下列各项操作:

——用两个方法再进行一次双份测量,如果双份测量仍复现原来的差异,多由于两法特异性有差异,干扰因素不同所致。如果是由于随机误差或与仪器有关的误差,则往往不能复现;

——应寻找出现显著差异的原因。多由于样本中存在的干扰物质对不同检验方法或试剂盒产生不



同的影响所致；

——当发现某样本存在干扰物质时，此样本应弃去并补充相同数量新样本。

8.2.4 数据处理

8.2.4.1 测量数据有效性判断

室内质控在控，测量数据有效。

8.2.4.2 有效数据处理(实例参见附录 B)

8.2.4.2.1 有效数据的初步计算

8.2.4.2.1.1 每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移( $b_i$ )

$b_i$  按公式(11)计算：

$$b_i = R_i - R_c \dots\dots\dots(11)$$

式中：

$b_i$ ——每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移；

$R_i$ ——实验方法结果；

$R_c$ ——比较方法结果。

8.2.4.2.1.2 每个样本测量结果在两个方法间的相对偏移( $b_{irel}$ )

$b_{irel}$ 按公式(12)计算：

$$b_{irel} = \frac{R_i - R_c}{R_c} \times 100\% \dots\dots\dots(12)$$

式中：

$b_{irel}$ ——每个样本测量结果在两个方法间的相对偏移；

其余符号所示见式(11)。

8.2.4.2.1.3 两个方法间的绝对偏移( $\bar{b}$ )

$\bar{b}$ 按公式(13)计算：

$$\bar{b} = \frac{\sum_{i=1}^n b_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{20} b_i}{20} \dots\dots\dots(13)$$

式中：

$\bar{b}$ ——两个方法间的绝对偏移；

$b_i$ ——每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移；

$n$ ——患者样本数(20)。

8.2.4.2.1.4 两个方法间的相对偏移( $\bar{b}_{rel}$ )

$\bar{b}_{rel}$ 按公式(14)计算：

$$\bar{b}_{rel} = \frac{\sum_{i=1}^n b_{irel}}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{20} b_{irel}}{20} \dots\dots\dots(14)$$

式中：

$\bar{b}_{rel}$ ——两个方法间的相对偏移；







8.2.4.2.4 绝对偏移标准差( $S_{\bar{b}}$ )和相对偏移标准差[ $S_{rel}(\bar{b})$ ]

8.2.4.2.4.1 绝对偏移标准差( $S_{\bar{b}}$ )

$S_{\bar{b}}$ 按公式(15)计算:

$$S_{\bar{b}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (b_i - \bar{b})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (b_i - \bar{b})^2}{19}} \dots\dots\dots(15)$$

式中:

- $S_{\bar{b}}$ ——绝对偏移标准差;
- $b_i$ ——每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移;
- $\bar{b}$ ——两个方法间的绝对偏移;
- $n$ ——患者样本数(20)。

8.2.4.2.4.2 相对偏移标准差[ $S_{rel}(\bar{b})$ ]

$S_{rel}(\bar{b})$ 按公式(16)计算:

$$S_{rel}(\bar{b}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (b_{irel} - \bar{b}_{rel})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (b_{irel} - \bar{b}_{rel})^2}{19}} \dots\dots\dots(16)$$

式中:

- $S_{rel}(\bar{b})$ ——相对偏移标准差;
- $b_{irel}$ ——每个样本测量结果在两个方法间的相对偏移;
- $\bar{b}_{rel}$ ——两个方法间的相对偏移;
- $n$ ——患者样本数(20)。

8.2.5 结果判读(实例参见附录 B)

8.2.5.1 判读项

绝对偏移(或相对偏移)。

8.2.5.2 判读标准

8.2.5.2.1 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )正负号与厂家声称一致,且绝对值 $\leq$ 厂家声称值,则验证厂家声称值可靠。

8.2.5.2.2 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )正负号与厂家声称一致,但绝对值 $>$ 厂家声称值,则需将偏移值与验证区间(Verification interval, VI)比较,如在验证区间内,说明此差异无显著统计学意义,应认可厂家声称值。如二者数值很接近,为可靠起见,可以添加 10~20 个样本测量,将所得数据与之前的数据合并计算,能增加结果的可靠程度。

8.2.5.2.3 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )超出验证区间,表明厂家声称的正确度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。

8.2.5.3 判读方法

8.2.5.3.1 计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )与厂家声称值相比较

8.2.5.3.1.1 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )正负号与厂家声称一致,且绝对值 $\leq$ 厂家声称值,则验证厂家声称



的偏移值可靠。

8.2.5.3.1.2 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )正负号与厂家声称一致,但绝对值 $>$ 厂家声称值,则需将计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )与验证区间比较。

8.2.5.3.2 验证区间的计算

8.2.5.3.2.1  $t$ 点的确定

设定假排除率(False rejection rate) $\alpha$ 的值为1%和5%,一般用5%。

$t$ 点为自由度 $n-1$ 的 $t$ -分布,此处 $n$ 代表患者样本数。计算举例,如 $\alpha$ 为1%, $n$ 为20,则自由度为19时,( $100-\alpha$ )的 $t$ -分布的 $t$ 点=2.539。

8.2.5.3.2.2 绝对偏移验证区间

绝对偏移验证区间按公式(17)计算:

$$\beta - \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{n}} = \beta - \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{20}} \quad \text{和} \quad \beta + \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{n}} = \beta + \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{20}} \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

- $\beta$  —— 厂家声称偏移值;
- $S_{\bar{b}}$  —— 绝对偏移标准差;
- $n$  —— 患者样本数(20)。

8.2.5.3.2.3 相对偏移验证区间

相对偏移验证区间按公式(18)计算:

$$\beta - \frac{t \times S_{rel}(\bar{b})}{\sqrt{n}} = \beta - \frac{t \times S_{rel}(\bar{b})}{\sqrt{20}} \quad \text{和} \quad \beta + \frac{t \times S_{rel}(\bar{b})}{\sqrt{n}} = \beta + \frac{t \times S_{rel}(\bar{b})}{\sqrt{20}} \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

- $\beta$  —— 厂家声称偏移值;
- $S_{rel}(\bar{b})$  —— 绝对偏移标准差;
- $n$  —— 患者样本数(20)。

8.2.5.3.3 计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )与验证区间相比较

8.2.5.3.3.1 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )在验证区间内,则验证厂家声称值可靠。

8.2.5.3.3.2 如果计算值 $\bar{b}$ (或 $\bar{b}_{rel}$ )超出验证区间,表明厂家声称值未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。

8.3 用参考物质进行正确度验证实验

8.3.1 参考物质的来源

8.3.1.1 新鲜冷冻人血清或其他未经过加工的人类物质

从下列网站可查到部份此类物质名单, [www.bipm.org/en/comitees/jctlm/jctlm-db/](http://www.bipm.org/en/comitees/jctlm/jctlm-db/)。

8.3.1.2 检验医学溯源联合委员会(Joint Committee on Traceability in Laboratory Medicine, JCTLM)公布的二级参考物质

从下列网站([www.bipm.org/en/comitees/jctlm/jctlm-db/](http://www.bipm.org/en/comitees/jctlm/jctlm-db/))可查到部份此类物质名单。但此类



参考物质的基质和/或添加物质不是来自人类,可能存在基质效应,影响其互通性,使用前应验证其互通性。

8.3.1.3 其他定值物质

8.3.1.3.1 大型能力比对或室间质评的样本

其定值常为大量实验室测量结果的均值,有时这个均值只代表不同仪器和不同试剂结果,此均值是否适用于验证实验室的测量体系应证实。该类样本也有可能缺乏互通性。解释结果时要充分考虑上述问题。

8.3.1.3.2 同方法组的室间质评物质

由使用同一检测系统,或同一检验方法,或同一试剂盒的实验室形成同方法组(peer group)。用此类室间质评物质,其均值可作为有权威的赋值。应注意参加测量实验室的数量,通常应大于10个实验室。同时还应注意试剂批号的影响。

8.3.1.3.3 厂家提供的验证正确性的物质

这些产品往往指明用于该厂家特定的试剂或检验方法,不适用于其他厂家的产品。

8.3.1.3.4 第三方提供的赋值物质

某些厂家可提供验证不同测量系统正确度的物质。应注意该物质的赋值实验室数量,赋值的不确定度及所用试剂批号等赋值条件,以协助判断赋值物质的可靠性。

注:当使用此类物质验证正确度时,解释结果时应注意。

8.3.2 参考物质赋值不确定度

8.3.2.1 厂家提供赋值的“标准不确定度”或“合成标准不确定度”。

8.3.2.2 厂家提供赋值的“扩展不确定度”(U)。应注意其覆盖因子。如为2,覆盖范围95%,则标准不确定度为U/2;如为3,覆盖范围99%,标准不确定度为U/3。

8.3.2.3 厂家提供赋值的“可信区间”(CI)。赋值标准不确定度:CI/2。

8.3.2.4 室间质评物质(标准差和实验室数量)赋值标准不确定度按公式(19)计算:

$$u_{\text{标}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots(19)$$

式中:

S——标准差;

n——实验室数量。

8.3.3 参考物质浓度

8.3.3.1 宜能覆盖整个测量区间。

8.3.3.2 至少应含二个测量浓度,其中之一应为医学决定水平。

8.3.3.3 还应注意选择在所用试剂盒或检验方法精密度最佳浓度处进行实验,以减小随机误差对验证结果的影响。

8.3.4 实验方法

8.3.4.1 参考物质准备:按照说明书的要求准备参考物质。

8.3.4.2 校准方法:根据厂家说明书规定的方法进行校准。



8.3.4.3 校准频率:每个批次测量应分别进行校准。

8.3.4.4 室内质控:每批样本测量前后应分别进行室内质控样本测量。如出现室内质控失控或其他操作问题,则应将此批次数据弃去,加做一个批次测量。

8.3.4.5 样本测量:宜进行5个批次测量,应不少于3批。每个浓度样本单批测量2次。

8.3.5 数据处理(每个样本测量数据分别处理)

8.3.5.1 测量数据有效性判断

室内质控在控,测量数据有效。

8.3.5.2 有效数据处理(实例参见附录C)

8.3.5.2.1 填表

将有效数据与初步计算数据填入表3。

表3 用参考物质进行正确度验证数据处理表

设备:\_\_\_\_\_ 分析项目:\_\_\_\_\_ 浓度:\_\_\_\_\_

试剂批号:\_\_\_\_\_ 校准品批号:\_\_\_\_\_

项目	测量结果	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$	日期/操作者
第一批	第一次( $x_1$ )			
	第二次( $x_2$ )			
第二批	第一次( $x_3$ )			
	第二次( $x_4$ )			
第三批	第一次( $x_5$ )			
	第二次( $x_6$ )			
第四批	第一次( $x_7$ )			
	第二次( $x_8$ )			
第五批	第一次( $x_9$ )			
	第二次( $x_{10}$ )			

表中:  
 $x_i$ ——每批单次测量结果;  
 $\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值;  
 $n$ ——测量总次数(10)。

8.3.5.2.2 总均值( $\bar{x}$ )

$\bar{x}$ 按公式(20)计算:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5 + x_6 + x_7 + x_8 + x_9 + x_{10}}{10} \dots\dots\dots(20)$$

式中:

$x_i$ ——每批单次测量结果;

$n$ ——测量总次数(10)。



8.3.5.2.3 实验室参考物质测量偏移值( $b_{\text{参}}$ )

$b_{\text{参}}$ 按公式(21)计算:

$$b_{\text{参}} = \bar{x} - x_{\text{赋}} \dots\dots\dots (21)$$

式中:

- $b_{\text{参}}$ ——参考物质测量偏移值;
- $\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值;
- $x_{\text{赋}}$ ——参考物质赋值。

8.3.5.2.4 标准差( $S_x$ )

$S_x$ 按公式(22)计算:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2 + (x_4 - \bar{x})^2 + (x_5 - \bar{x})^2 + (x_6 - \bar{x})^2 + (x_7 - \bar{x})^2 + (x_8 - \bar{x})^2 + (x_9 - \bar{x})^2 + (x_{10} - \bar{x})^2}{9}} \dots\dots\dots (22)$$

式中:

- $x_i$ ——每批单次测量结果;
- $n$ ——测量总次数(10);
- $\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值。

8.3.5.2.5 参考物质测量标准不确定度( $s_a$ )

假设此参考物质为室间质评样本, $s_a$ 按公式(23)计算:

$$s_a = \frac{S_{\text{program}}}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots (23)$$

式中:

- $S_{\text{program}}$ ——室间质评结果标准差;
- $n$ ——参加室间质评的实验室数量。

8.3.6 结果判读(实例参见附录 C)

8.3.6.1 判读项

偏移值和偏移值的验证区间。

8.3.6.2 判读标准

- 8.3.6.2.1 如果实验室参考物质测量偏移值 $\leq$ 参考物质赋值的不确定度,则验证厂家声称值可靠。
- 8.3.6.2.2 如果实验室参考物质测量偏移值 $>$ 参考物质赋值的不确定度,则应将此偏移值的验证区间与参考物质赋值比较。如在验证区间内,说明此差异无统计学意义,应认可厂家声称值可靠。如二者数值很接近,可将该浓度添加 2~5 个测量,将所得数据与之前的数据合并计算,能增加结果的可靠程度。如超出验证区间,表明厂家声称的正确度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。



### 8.3.6.3 判读方法

#### 8.3.6.3.1 实验室参考物质测量偏移值与赋值的不确定度比较

8.3.6.3.1.1 如果实验室参考物质测量偏移值 $\leq$ 赋值的不确定度,则验证厂家声称的正确度可靠。

8.3.6.3.1.2 如果实验室参考物质测量偏移值 $>$ 赋值的不确定度,则应将此偏移值的验证区间与赋值比较。

#### 8.3.6.3.2 偏移验证区间的计算

8.3.6.3.2.1 设定假排除率(false rejection rate) $\alpha$ 。一般选为1%或5%。

8.3.6.3.2.2 设定赋值无偏移,即 $\beta=0$ 。

8.3.6.3.2.3 自由度按公式(24)计算:

$$\nu = 2n - 1 \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:

$\nu$ ——自由度;

$n$ ——测量总次数(10);

2——每次测量时重复的次数(如重复测量数次不同,相应改为3或4)。

8.3.6.3.2.4  $t$ 点的确定:按 $2n-1$ 自由度,在 $t$ -分布决定 $(100-\alpha)$ 百分比的 $t$ 点。例如 $\alpha$ 为1%, $n$ 为5,则自由度为9,此时 $t$ 点为2.821。点很易从统计学书籍中查出。

8.3.6.3.2.5 验证区间,按公式(25)计算:

$$VI = \bar{x} \pm t_{1-\alpha, 2n-1} \times \sqrt{s_x^2 + s_a^2} \quad \dots\dots\dots (25)$$

式中:

$VI$ ——验证区间;

$\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值;

$t_{1-\alpha, 2n-1}$ ——按 $2n-1$ 自由度,在 $t$ -分布决定 $(100-\alpha)$ 百分比的 $t$ 点;

$n$ ——测量总次数(10);

$s_x$ ——标准差;

$s_a$ ——参考物质测量标准不确定度。

#### 8.3.6.3.3 偏移的验证区间与参考物质赋值相比较

8.3.6.3.3.1 参考物质赋值如在验证区间内,说明此差异无统计学意义,应认可厂家声称值可靠。如二者数值很接近,可将该浓度添加2~5个测量,将所得数据与之前的数据合并计算,能增加结果的可靠程度。

8.3.6.3.3.2 如超出验证区间,表明厂家声称的正确度未得到临床实验室验证,应与厂家联系并取得帮助。

## 9 线性(测量区间)验证

### 9.1 准备工作

为了得到正确的试剂盒线性(测量区间)验证结果,实验室负责人应选用熟悉仪器和检验方法、富有责任心的技术人员进行验证实验。在开始验证实验前应确认仪器处于良好状态,并建立具体可执行的验证方案。至少应包括:



- 操作人员；
- 使用的设备；
- 设备的校准；
- 环境(温度、湿度、空气污染等)；
- 不同测量的时间间隔；
- 其他:试剂种类和批号等。

## 9.2 线性验证实验

### 9.2.1 样本的选择

#### 9.2.1.1 样本选择原则

9.2.1.1.1 所用样本应尽可能与所测量样本相似。所用样本不应含有说明书上指出的干扰,如黄疸、溶血和乳糜血。

9.2.1.1.2 宜选用与厂家线性评价一致的样本。

9.2.1.1.3 如厂家选择不当,为避免所得结论不当,临床实验室也可自己选用恰当的样本。

#### 9.2.1.2 样本类别

##### 9.2.1.2.1 患者样本库

患者样本库是进行线性验证理想样本。为得到不同浓度的样本,一般都选择高、低二个浓度的样本,理想的高浓度和低浓度应在测量区间的高低二端。按不同比例混匀上述二种浓度,而得到不同稀释度的样本。

##### 9.2.1.2.2 患者样本添加分析物

若不易得到的高浓度患者样本,可考虑向患者样本中添加高浓度被测物质溶液。为减少对样本基质的影响,尽可能减少添加溶液量(小于10%),并记录溶剂种类。

##### 9.2.1.2.3 用处理过的低浓度样本稀释患者样本库

以低浓度样本作为稀释液可避免基质效应,若不易得到低浓度患者样本,可对患者样本进行处理,如透析、热处理和层析等。但应注意,这些处理有可能会改变分析物和(或)基质的理化特性。

##### 9.2.1.2.4 用厂家推荐(提供)的稀释液稀释样本库

某些厂家在评估线性(测量区间)时,使用特定的稀释液(如牛白蛋白溶液)。此时厂家应说明稀释液种类、来源方法,或者能提供此类特定的稀释液,供临床实验室验证用。

##### 9.2.1.2.5 用生理盐水稀释样本库

在实际测量中,当测量样本浓度超过线性范围,可采用生理盐水稀释2倍再测,临床实验室应检查用生理盐水稀释样本后,是否能得到预期结果。考虑到生理盐水与样本基质不同,不宜用此类样本作线性实验。

##### 9.2.1.2.6 商品质控品(校准品)和线性物质

某些厂家使用商品质控品(校准品)和线性物质作为决定“测量区间”的样本。



## 9.2.2 线性验证实验样本的制备

### 9.2.2.1 稀释所用容量器具、移液器要求

9.2.2.1.1 应正确使用经过校准的容积量具。

9.2.2.1.2 应使用高精度的自动注加器,如 Hamilton 自动注加器是一种很好混匀二种浓度样本的方法。

9.2.2.1.3 吸取小容量体积时,宜使用阳性置换(positive-displacement)注加器。

9.2.2.1.4 在同一容积注加二份高、低患者样本时,应使用同一支注加器,根据注加次数不同,制成不同浓度样本。

### 9.2.2.2 不同稀释度(浓度)样本制备

9.2.2.2.1 应根据实验需要,决定每一份样本的实际制备体积。

9.2.2.2.2 宜采用高低二个浓度样本按不同比例准确稀释的方法制备。

示例:准备高、低浓度(最好分别为测量区间的高、低限)患者样本库,分别命名为样本 5 和样本 1。然后,按下列公式制成 5 个浓度样本:

- 样本 1:低浓度患者样本库;
- 样本 2:三份样本 1 与一份样本 5 混匀;
- 样本 3:二份样本 1 与二份样本 5 混匀;
- 样本 4:一份样本 1 与三份样本 5 混匀;
- 样本 5:高浓度患者样本库。

## 9.2.3 线性验证实验样本的数量

临床实验室验证线性(测量区间)时,应在厂家声称的线性范围内取 5~7 个浓度样本。宜考虑各浓度间距基本相等,必要时可在特定浓度如医学决定水平设定测量点。

## 9.2.4 实验方法

9.2.4.1 校准方法:根据厂家说明书规定的方法进行校准。

9.2.4.2 室内质控:样本测量前后应分别进行室内质控样本测量。如出现室内质控失控或其他操作问题,则应将此次数据弃去,重新测量。

9.2.4.3 样本测量:应尽可能在一个批次测量中完成实验。每一浓度宜随机测量,至少应重复 2 次,如可能,宜重复测量 3~5 次。

## 9.3 数据处理

### 9.3.1 测量数据有效性判断

9.3.1.1 实验日质控数据确认:按室内质控规则评价数据有效性。

9.3.1.2 离群值判断标准:单次测量数据超出样本均值 $\pm 4SD$ 。

9.3.1.3 数据剔除量:小于总测量数据量的 5%。

### 9.3.2 有效数据处理(实例参见附录 D)

将有效数据与初步计算数据填入表 4。



表4 线性验证数据处理表

设备：\_\_\_\_\_ 分析项目：\_\_\_\_\_ 浓度：\_\_\_\_\_

试剂批号：\_\_\_\_\_ 校准品批号：\_\_\_\_\_

稀释度	第一次测量	第二次测量	均值
1			
2			
3			
4			
5			

### 9.3.3 画图

9.3.3.1 线性回归图：以稀释度为横轴，每个稀释度的测量均值为纵轴做线性回归图。

9.3.3.1.1 肉眼判断有无离群值。

9.3.3.1.2 求出线性回归方程式  $y=b_0+b_1x$  和相关系数的平方  $r^2$ 。

9.3.3.1.3 初步判断厂家提供的线性范围是否符合要求。如果  $r^2 > 0.995$ ，则可以初步判断厂家提供的线性范围符合要求。

9.3.3.2 差异图：根据线性回归方程式求出每一稀释度符合线性的理论浓度，计算每一稀释度实测值和计算理论值的差异。以理论浓度值为横轴，差值为纵轴做图。统计不同浓度处的差异。若不同浓度处差异值都在厂家声称的允许差异百分数(差异限)内，可确认厂家声称可测量范围是可接受的。

### 9.4 结果判读

#### 9.4.1 判读项

9.4.1.1 相关系数  $r$  或其平方  $r^2$ 。

9.4.1.2 各浓度差异值。

#### 9.4.2 判读标准

9.4.2.1 实验所得结果是否符合厂家声称的方程式  $y=b+ax$ ，相关系数  $r$  或其平方  $r^2$  是否  $> 0.995$ 。

9.4.2.2 在临床判断值的差异值，是否小于或等于厂家声称值。

#### 9.4.3 判读方法

9.4.3.1 如果  $r^2 > 0.995$ ，则可以初步判断厂家提供的线性范围符合要求。

9.4.3.2 若不同浓度处差异值都在厂家声称的允许差异百分数(差异限)内，可确认厂家声称可测量范围是可接受的。

9.4.3.3 当线性验证结果不符合上述通过标准时，应重复实验或者增加测量样本数量到 7~11 个(特别有可能是曲线时)，或者增加每个浓度样本重复测量次数(特别当变异系数较大时)。

9.4.3.4 如果重复测量结果仍未得到理想结果，临床实验室应与厂家联系并取得帮助。或者临床实验室尝试寻找是否存在以下问题：



- 样本中存在干扰物质；
- 测量时出现交叉污染或者结果出现偏离或漂移；
- 方法或试剂盒存在较大的变异；
- 测量结果具有较大偏移。



附 录 A  
(资料性附录)  
精密度验证实例

## A.1 实例简述

本例中临床实验室共测量 5 天,每天测量一批,每批重复测量 3 次。

## A.2 有效数据处理

## A.2.1 有效数据与初步计算数据见表 A.1

表 A.1 精密度验证数据处理表

设备: XYZ                      分析项目: AB                      浓度: 140 mg/dL  
试剂批号: MK243                      校准品批号: RNC59YR

项目	第 1 批	第 2 批	第 3 批	第 4 批	第 5 批
日期/操作人员	2/20 TF	2/21 JL	2/22 GG	2/23 KW	2/24 SR
第一次测量结果: $x_1$	140	138	143	143	142
第二次测量结果: $x_2$	140	139	144	143	143
第三次测量结果: $x_3$	140	138	144	142	141
每批测量结果之和: $\sum_{i=1}^n x_i = x_1 + x_2 + x_3$	420	415	431	428	426
每批测量结果均值: $\bar{x}_d = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3}$	140.00	138.33	143.67	142.67	142.00
每批第一次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_1 - \bar{x}_d$	0	-0.33	-0.67	0.33	0.00
每批第一次测量结果与每批测量结果均值之差的平方: $(x_1 - \bar{x}_d)^2$	0	0.108 9	0.448 9	0.108 9	0.000 0
每批第二次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_2 - \bar{x}_d$	0	0.67	0.33	0.33	1.00
每批第二次测量结果与每批测量结果均值之差的平方: $(x_2 - \bar{x}_d)^2$	0	0.448 9	0.108 9	0.108 9	1.000 0
每批第三次测量结果与每批测量结果均值之差: $x_3 - \bar{x}_d$	0	-0.33	0.33	-0.67	-1.00



表 A.1 (续)

项 目	第 1 批	第 2 批	第 3 批	第 4 批	第 5 批
日期/操作人员	2/20 TF	2/21 JL	2/22 GG	2/23 KW	2/24 SR
每批第三次测量结果与每批测量结果均值之差的平方： $(x_3 - \bar{x}_d)^2$	0	0.108 9	0.108 9	0.448 9	1.000 0
每批单次测量结果与每批测量结果均值之差的平方和： $\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_d)^2 = (x_1 - \bar{x}_d)^2 + (x_2 - \bar{x}_d)^2 + (x_3 - \bar{x}_d)^2$	0	0.666 7	0.666 7	0.666 7	2.000 0
每批测量批内方差： $sd_{run}^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_d)^2}{n-1}$ $= \frac{(x_1 - \bar{x}_d)^2 + (x_2 - \bar{x}_d)^2 + (x_3 - \bar{x}_d)^2}{2}$	0	0.333 4	0.333 4	0.333 4	1.000 0
每批测量结果均值与总均值之差： $\bar{x}_d - \bar{x}$ [见公式(2)]	1.33	3.00	2.34	1.34	0.67
每批测量结果均值与总均值之差的平方： $(\bar{x}_d - \bar{x})^2$	1.768 9	9.000 0	5.475 6	1.795 6	0.448 9
表中： $n$ —— 每批重复测量次数(3)； $x_i$ —— 每批单次测量结果； $\bar{x}_d$ —— 每批测量结果均值； $sd_{run}$ —— 每批测量重复标准差； $\bar{x}$ —— 总均值，即所有批次测量结果均值。					

A.2.2 按公式(1)计算重复标准差( $S_r$ )

$$\begin{aligned}
 S_r &= \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^D sd_{runi}^2}{D}} = \sqrt{\frac{sd_{run1}^2 + sd_{run2}^2 + sd_{run3}^2 + sd_{run4}^2 + sd_{run5}^2}{5}} \\
 &= \sqrt{\frac{0.000\ 0 + 0.333\ 4 + 0.333\ 4 + 0.333\ 4 + 1.000\ 0}{5}} \\
 &= 0.632
 \end{aligned}$$

A.2.3  $S_1$ 的计算：A.2.3.1 按公式(2)计算总均值( $\bar{x}$ )：

$$\bar{x} = \frac{\sum_{d=1}^D \bar{x}_d}{D} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \bar{x}_3 + \bar{x}_4 + \bar{x}_5}{5} = \frac{140.00 + 138.33 + 143.67 + 142.67 + 142.00}{5} = 141.33$$

式中：

 $D$  —— 测量天(批)数：本例中  $D=5$ ； $\bar{x}_d$  —— 每批测量结果均值。



A.2.3.2 按公式(3)计算批间方差( $S_b^2$ ):

$$S_b^2 = \frac{\sum_{d=1}^D (\bar{x}_d - \bar{x})^2}{D-1} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_2 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_3 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_4 - \bar{x})^2 + (\bar{x}_5 - \bar{x})^2}{4} \\ = \frac{1.7689 + 9.000 + 5.4756 + 1.7956 + 0.4489}{4} = 4.62225$$

式中:

$D$ ——测量天(批)数:本例中  $D=5$ ;

$\bar{x}_d$ ——每批测量结果均值;

$\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值。

A.2.3.3 按公式(4)计算  $S_1$

$$S_1 = \sqrt{\frac{n-1}{n} \times S_r^2 + S_b^2} = \sqrt{\frac{2}{3} \times S_r^2 + S_b^2} = \sqrt{\frac{2}{3} \times 0.40004 + 4.62225} = 2.21 \text{ mg/dL}$$

式中:

$S_1$ ——验证实验室的期间标准差;

$S_r$ ——验证实验室的重复标准差;

$n$ ——每批重复测量次数,本例中  $n=3$ ;

$S_b^2$ ——批间方差。

### A.3 结果判读

#### A.3.1 重复精密度

##### A.3.1.1 计算值 $S_r$ 与厂家声称值 $\sigma_r$ 相比较

计算值  $S_r(0.632 \text{ mg/dL}) < \text{厂家声称值 } \sigma_r(1.0 \text{ mg/dL})$ ,表明厂家声称的重复精密度可靠,不需再计算验证值。

##### A.3.1.2 验证结论

计算值  $S_r < \text{厂家声称值 } \sigma_r$ ,表明厂家声称的重复精密度可靠。

#### A.3.2 期间精密度

##### A.3.2.1 计算值 $S_1$ 与厂家声称值 $\sigma_1$ 相比较

计算值  $S_1(2.21 \text{ mg/dL}) > \text{厂家声称值 } \sigma_1(2.0 \text{ mg/dL})$ ,需将计算值  $\sigma_1$ 与验证值比较。

##### A.3.2.2 验证值的计算

###### A.3.2.2.1 按公式(9)计算自由度( $T$ ):

$$T = \frac{[(n-1)S_r^2 + (S_b^2)]^2}{\left(\frac{n-1}{D}\right)S_r^4 + \left(\frac{n^2(S_b^2)^2}{D-1}\right)} = \frac{[2S_r^2 + 3(S_b^2)]^2}{0.4S_r^4 + \frac{9(S_b^2)^2}{4}} \\ = \frac{(2 \times 0.632^2) + (3 \times 4.62225)^2}{0.4 \times 0.632^4 + \frac{9 \times 4.62225^2}{4}} = \frac{(0.8008 + 13.86675)^2}{0.010281 + 48.07169} = 4.47$$



式中:

$n$  ——每批重复测量次数,本例中;

$S_r$  ——验证实验室的重复标准差;

$S_b^2$  ——批间方差;

$D$  ——测量天(批)数,本例中  $D=5$ 。

A.3.2.2.2 C点的确定:假定  $\alpha=5\%$ ,2个水平时,从表 E.1 查得:

$$C=11.14$$

A.3.2.2.3 按公式(10)计算自由度验证值:

$$\text{验证值} = \frac{\sigma_1 \times \sqrt{C}}{\sqrt{T}} = \frac{2.0 \times \sqrt{11.14}}{\sqrt{4.47}} = 3.16 \text{ mg/dL}$$

式中:

$\sigma_1$  ——厂家声称的期间标准差,本例中  $\sigma_1=2.0 \text{ mg/dL}$ ;

$C$  ——Chi-Square 分布时所决定的百分点;

$T$  ——自由度。

A.3.2.3 计算值  $S_1$  与验证值相比较

计算值  $S_1(2.21 \text{ mg/dL}) < \text{验证值}(3.16 \text{ mg/dL})$ ,验证厂家声称的期间精密度可靠。

A.3.2.4 验证结论

计算值  $S_1 > \text{厂家声称值 } \sigma_1$ ,但  $< \text{验证值}$ ,表明厂家声称的期间精密度可靠。



附录 B  
(资料性附录)

用患者样本与其他检验方法/试剂盒进行比较的正确度验证实例

B.1 实例简述

本例中厂家声称的葡萄糖测量方法在 126.0 mg/dL(7.00 mmol/L)时的偏移值为 2.0 mg/dL, 临床实验室共测量 20 个患者样本, 每个样本测量一次。

B.2 有效数据处理

B.2.1 有效数据的初步计算

B.2.1.1 每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移( $b_i$ )按公式(11)计算。

B.2.1.2 两个方法间的绝对偏移( $\bar{b}$ ),按公式(13)计算:

$$\bar{b} = \frac{\sum_{i=1}^n b_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{20} b_i}{20} = \frac{50}{20} = 2.50 \text{ mg/dL, 本例中 } n=20.$$

B.2.2 将有效数据与初步计算数据填入表 B.1

表 B.1 用患者样本与其他检验方法/试剂盒进行比较的正确度验证数据处理表

$R_i$	$R_c$	$b_i$	$b_i - \bar{b}$	$(b_i - \bar{b})^2$
76	77	-1	-3.5	12.25
127	121	6	3.5	12.25
256	262	-6	-8.5	72.25
303	294	9	6.5	42.25
29	25	4	1.5	2.25
345	348	-3	-5.5	30.25
42	41	1	-1.5	2.25
154	154	0	-2.5	6.25
398	388	10	7.5	56.25
93	92	1	-1.5	2.25
240	239	1	-1.5	2.25
72	69	3	0.5	0.25
312	308	4	1.5	2.25
99	101	-2	-4.5	20.25
375	375	0	-2.5	6.25
168	162	6	3.5	12.25



表 B.1 (续)

$R_i$	$R_c$	$b_i$	$b_i - \bar{b}$	$(b_i - \bar{b})^2$
59	54	5	2.5	6.25
183	185	-2	-4.5	20.25
213	204	9	6.5	42.25
436	431	5	2.5	6.25
合计		50		357.00

表中：  
 $R_i$  —— 实验方法结果；  
 $R_c$  —— 比较方法结果；  
 $b_i$  —— 每个样本测量结果在两个方法间的绝对偏移；  
 $\bar{b}$  —— 两个方法间的绝对偏移；  
 $b_{i\text{rel}}$  —— 每个样本测量结果在两个方法间的相对偏移；  
 $\bar{b}_{\text{rel}}$  —— 两个方法间的相对偏移。

B.2.3 偏移图

B.2.3.1 画图：以  $b_i$  为纵轴，比较方法的结果为横轴作偏移图，见图 B.1。

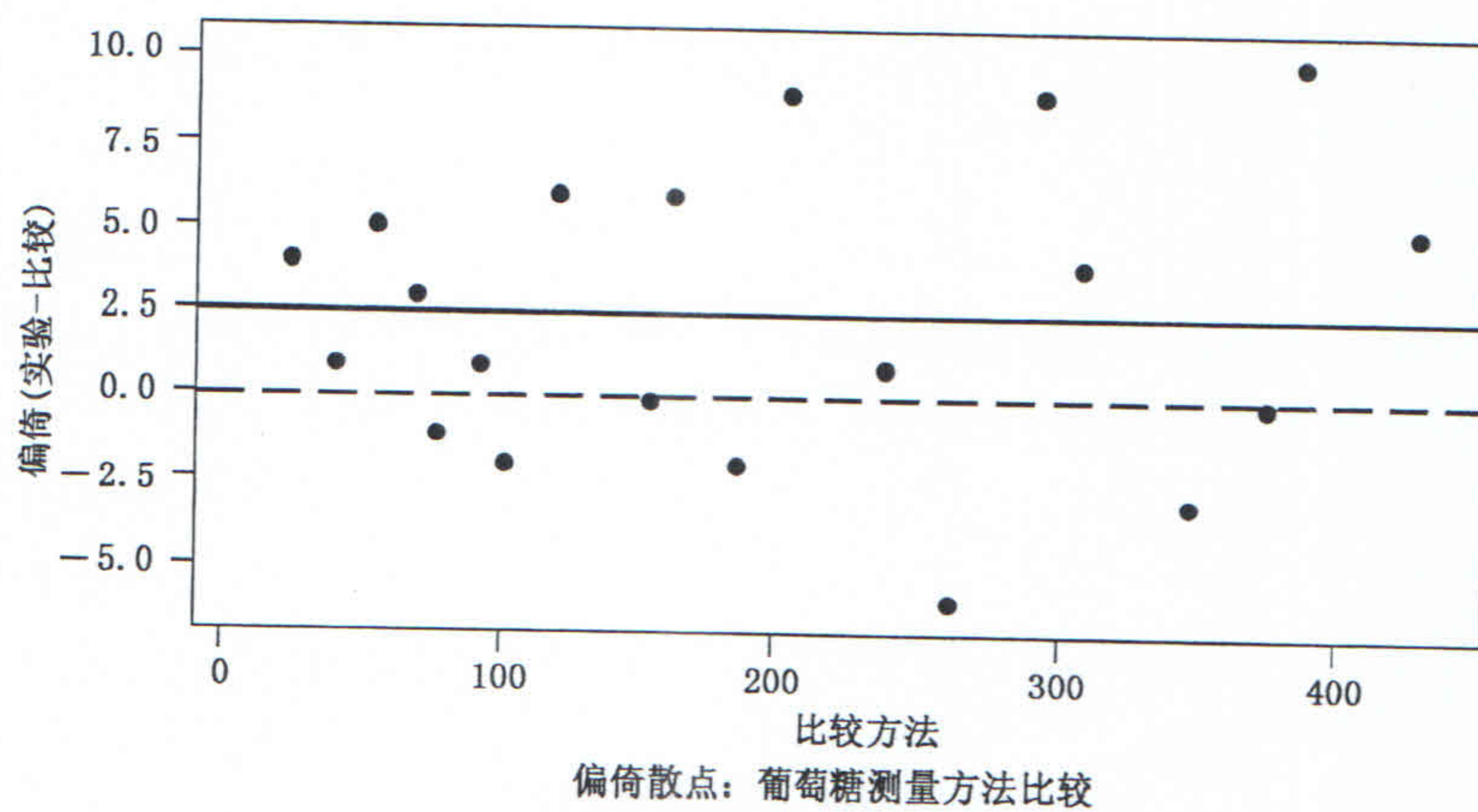


图 B.1 偏移图

注：图中实线为平均偏移值 2.50 mg/dL；虚线代表理想值 0。

B.2.3.2 结论：偏移分布变化固定，均匀分布在实线二侧，可取均值与厂家声称的数值进行比较。

B.2.3.3 按公式(15)计算绝对偏移标准差( $S_{\bar{b}}$ )：

$$S_{\bar{b}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (b_i - \bar{b})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (b_i - \bar{b})^2}{19}} = \sqrt{\frac{357.00}{19}} = 4.33 \text{ mg/dL, 本例中 } n=20。$$



### B.3 结果判读

#### B.3.1 计算值 $\bar{b}$ 与厂家声称值相比较

计算值 $\bar{b}$ (2.50 mg/dL)正负号与厂家声称值(2.0 mg/dL)一致,但绝对值 $>$ 厂家声称值,则需将计算值 $\bar{b}$ 与验证区间比较。

#### B.3.2 验证区间的计算

##### B.3.2.1 $t$ 点的确定

$n=20$ ,则自由度=19。假定 $\alpha=1\%$ ,则查得 $(100-\alpha)$ 的 $t$ 分布的 $t$ 点=2.539

##### B.3.2.2 按公式(17)计算绝对偏移验证区间

$$\beta - \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{n}} = 2.00 - \frac{2.539 \times 4.33}{\sqrt{20}} = 0.46 \text{ mg/dL}$$

$$\beta + \frac{t \times S_{\bar{b}}}{\sqrt{n}} = 2.00 + \frac{2.539 \times 4.33}{\sqrt{20}} = 4.46 \text{ mg/dL}$$

$\beta$  —— 厂家声称偏移值,本例中 $\beta=2.0$  mg/dL;

$S_{\bar{b}}$  —— 绝对偏移标准差;

$n$  —— 患者样本数,本例中 $n=20$ 。

#### B.3.3 计算值 $\bar{b}$ 与验证区间相比较

计算值 $\bar{b}$ (2.50 mg/dL)在验证区间(0.46 mg/dL~4.46 mg/dL)内,验证厂家声称的偏移值可靠。

#### B.3.4 验证结论

计算值 $\bar{b}$ 正负号与厂家声称值一致,但绝对值 $>$ 厂家声称值;进一步验证后:计算值 $\bar{b}$ 在验证区间内,表明厂家声称的偏移值可靠。



附 录 C  
(资料性附录)

用参考物质进行正确度验证实例

### C.1 实例简述

本例中参考物质赋值为 40 mg/dL, 参考物质赋值时的测量标准不确定度为 0.149 mg/dL。临床实验室共测量 5 天, 每天测量一批, 每批重复测量 2 次。

### C.2 有效数据处理

#### C.2.1 将有效数据与初步计算数据填入表 C.1

表 C.1 用参考物质进行正确度验证数据处理表

设备: XYZ                      分析项目: Glucose                      浓度: 40 mg/dL  
试剂批号: MK243                      校准品批号: RNC59YR

项目		测量结果	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$	日期/操作者
第一批	第一次( $x_1$ )	37	-0.7	0.49	2/20TF
	第二次( $x_2$ )	38	0.3	0.09	
第二批	第一次( $x_3$ )	39	1.3	1.69	2/21JL
	第二次( $x_4$ )	37	-0.7	0.49	
第三批	第一次( $x_5$ )	38	0.3	0.09	2/22GG
	第二次( $x_6$ )	36	-1.7	2.89	
第四批	第一次( $x_7$ )	39	1.3	1.69	2/23KW
	第二次( $x_8$ )	38	0.3	0.09	
第五批	第一次( $x_9$ )	38	0.3	0.09	2/24SR
	第二次( $x_{10}$ )	37	-0.7	0.49	

表中:  
 $x_i$  —— 每批单次测量结果;  
 $\bar{x}$  —— 总均值, 即所有批次测量结果均值;  
 $n$  —— 测量总次数(10)。

#### C.2.2 按公式(20)计算总均值( $\bar{x}$ )

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5 + x_6 + x_7 + x_8 + x_9 + x_{10}}{10} = \frac{377}{10} = 37.7 \text{ mg/dL}$$

式中:

$x_i$  —— 每批单次测量结果;

$n$  —— 测量总次数, 本例中  $n=10$ 。



## C.2.3 按公式(21)计算实验室参考物质测量偏移值

$$b_{\text{参}} = \bar{x} - x_{\text{赋}} = 37.7 - 40 = -2.3 \text{ mg/dL}$$

式中:

$b_{\text{参}}$ ——参考物质测量偏移值;

$\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值;

$x_{\text{赋}}$ ——参考物质赋值,本例中  $x_{\text{赋}} = 40 \text{ mg/dL}$ 。

C.2.4 按公式(22)计算标准差( $S_x$ )

$$\begin{aligned} S_x &= \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2 + (x_4 - \bar{x})^2 + (x_5 - \bar{x})^2 + (x_6 - \bar{x})^2 + (x_7 - \bar{x})^2 + (x_8 - \bar{x})^2 + (x_9 - \bar{x})^2 + (x_{10} - \bar{x})^2}{9}} \\ &= \sqrt{\frac{0.49 + 0.09 + 1.69 + 0.49 + 0.09 + 2.89 + 1.69 + 0.09 + 0.09 + 0.49}{9}} \\ &= \sqrt{\frac{8.1}{9}} \\ &= 0.949 \text{ mg/dL} \end{aligned}$$

式中:

$\bar{x}$ ——总均值,即所有批次测量结果均值;

$n$ ——测量总次数,本例中  $n = 10$ 。

C.2.5 本例中参考物质为室间质评样本,按公式(23)计算参考物质测量标准不确定度( $s_a$ )

$$s_a = \frac{S_{\text{program}}}{\sqrt{n}} = \frac{1.73}{\sqrt{135}} = 0.149 \text{ mg/dL}$$

式中:

$S_{\text{program}}$ ——室间质评结果标准差;

$n$ ——参加室间质评的实验室数量,  $n = 135$ 。

## C.3 结果判读

## C.3.1 实验室参考物质测量偏移值与赋值的不确定度比较

实验室参考物质测量偏移值  $>$  赋值的不确定度,则应将此偏移值的验证区间与赋值比较,

## C.3.2 偏移验证区间的计算

C.3.2.1 设定假排除率(false rejection rate) $\alpha$ 。一般选为 1%或 5%。

C.3.2.2 设定赋值无偏移,即  $\beta = 0$ 。

C.3.2.3 按公式(24)计算自由度:

$$\nu = 2n - 1 = 9$$

式中:

$\nu$ ——自由度;

$n$ ——测量总次数,本例中  $n = 10$ ;

2——每次测量时重复的 2 次。



C.3.2.4  $t$  点的确定:自由度为 9。假定  $\alpha=1\%$ ,此时查得  $t$  点为 2.821。很易从统计学书籍中查出。

C.3.2.5 按公式(25)计算验证区间:

$$\begin{aligned} VI &= \bar{x} \pm t_{1-\alpha, 2n-1} \times \sqrt{S_x^2 + S_a^2} \\ &= 37.7 \pm 2.821 \times \sqrt{0.949^2 + 0.149^2} = 37.7 \pm 2.821 \sqrt{0.923} \\ &= 37.7 \pm 2.71 = 34.99 \text{ mg/dL} \sim 40.41 \text{ mg/dL} \end{aligned}$$

式中:

$VI$  ——验证区间;

$\bar{x}$  ——总均值,即所有批次测量结果均值;

$t_{1-\alpha, 2n-1}$  ——按  $2n-1$  自由度,在  $t$ -分布决定  $(100-\alpha)$  百分比的  $t$  点,本例中  $t=2.821$ ;

$n$  ——测量总次数,本例中  $n=10$ ;

$S_x$  ——标准差;

$S_a$  ——参考物质测量标准不确定度。

### C.3.3 偏移的验证区间与参考物质赋值相比较

参考物质赋值(40 mg/dL)在验证区间内(34.99 mg/dL~40.41 mg/dL),说明此差异无统计学意义,应认可厂家声称值可靠。

### C.3.4 验证结论

实验室参考物质测量偏移值  $>$  赋值的不确定度,但参考物质赋值在验证区间内范围内,表明厂家声称的正确度可靠。



附录 D  
(资料性附录)  
线性验证实例

D.1 实例简述

本例中厂家声称方程式为  $y=b+ax, r^2 > 0.995$ , 浓度误差  $\pm 0.2$  mg/dL。

D.2 有效数据处理

D.2.1 将有效数据与初步计算数据填入表 D.1

表 D.1 线性验证数据处理表

设备: XYZ                      分析项目: AB                      浓度: mg/dL  
试剂批号: MK243              校准品批号: RNC59YR

稀释度	第一次测量	第二次测量	均值 (实测浓度)	理论浓度	实测浓度-理论浓度
1	4.7	4.6	4.65	4.85	-0.20
2	7.8	7.6	7.70	7.54	0.17
3	10.4	10.2	10.30	10.22	0.08
4	13.0	13.1	13.05	12.91	0.15
5	15.5	15.3	15.40	15.59	-0.19

D.2.2 画图

D.2.2.1 线性回归图

以稀释度为横轴, 每个稀释度的测量均值为纵轴做线性回归图, 见图 D.1。

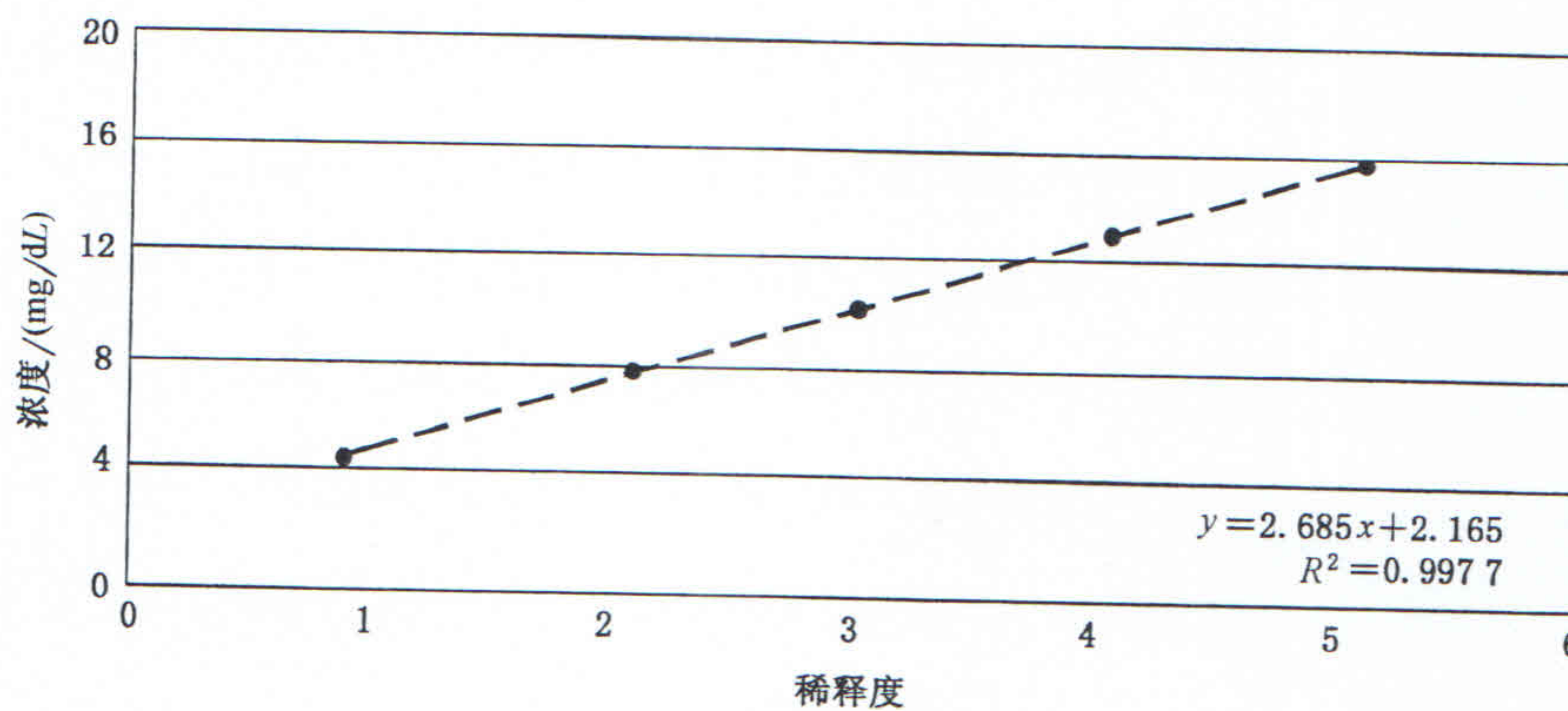


图 D.1 线性回归图



## D.2.2.2 差异图

根据线性回归方程式求出每一稀释度符合线性的理论浓度,计算每一稀释度实测浓度和计算理论浓度的差异。以理论浓度值为横轴,差值为纵轴做图,见图 D.2。

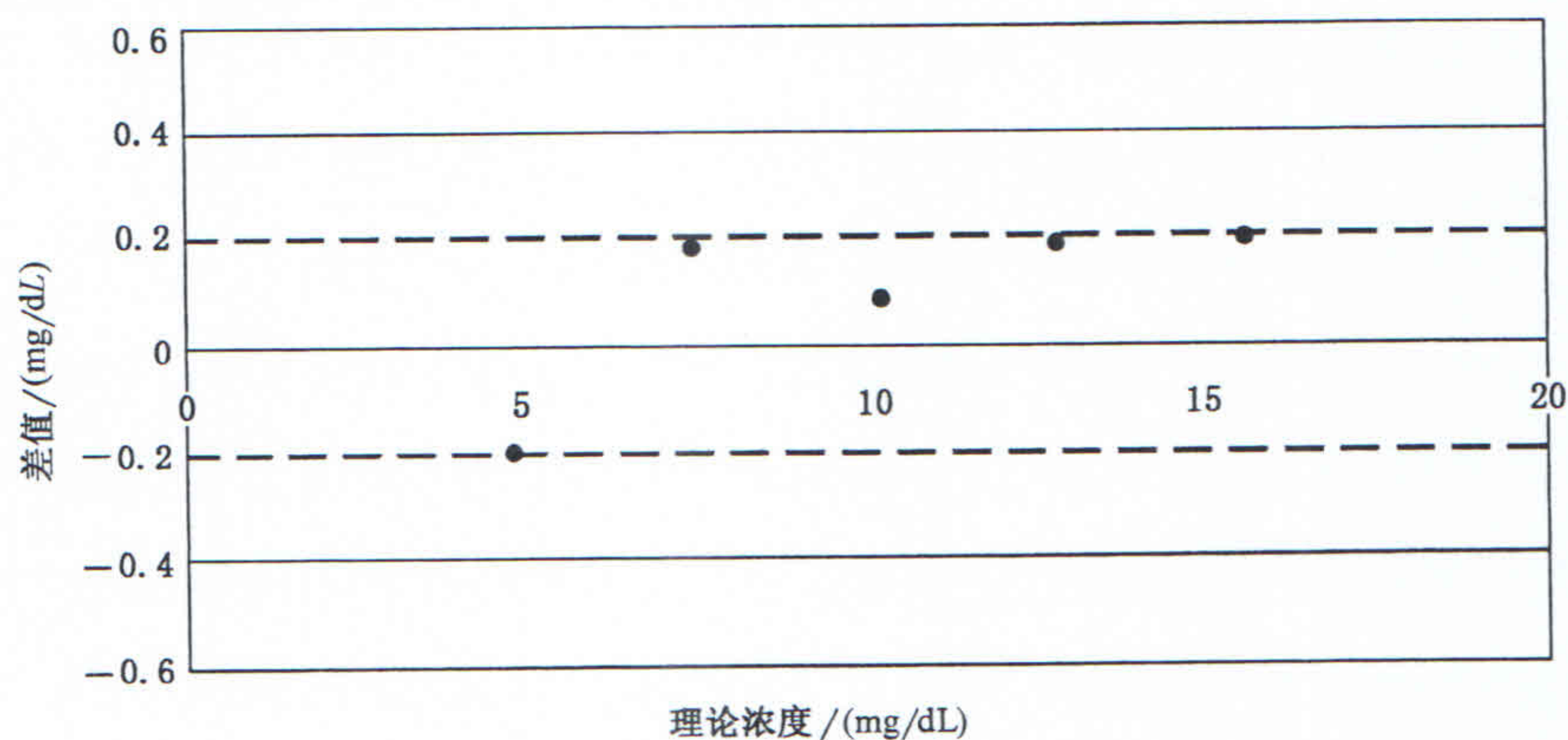


图 D.2 差异图

## D.3 结果判读

## D.3.1 图 D.1 所示:

- 肉眼判断有无离群值;
- 线性回归方程式  $y=20\ 685+2.165x$  和相关系数的平方  $r^2=0.997\ 7$ ;
- $r^2>0.995$ ,可以初步判断厂家提供的线性范围符合要求。

D.3.2 图 D.2 所示:统计不同浓度处的值都在厂家声称的浓度误差范围内( $\pm 0.2\ \text{mg/dL}$ ),可确认厂家声称线性范围是可接受的。

D.3.3 验证结论:厂家声称的线性范围是可靠。



附录 E  
(资料性附录)

Chi-Square 分布时所决定的百分点

Chi-Square 分布时所决定的百分点见表 E.1。

表 E.1 Chi-Square 分布时所决定的百分点

自由度( $\nu$ )	C 点(水平数)		
	2	3	4
3	9.35	10.24	10.86
4	11.14	12.09	12.76
5	12.83	13.84	14.54
6	14.45	15.51	16.24
7	16.01	17.12	17.88
8	17.53	18.68	19.48
9	19.02	20.21	21.03
10	20.48	21.71	22.56
11	21.92	23.18	24.06
12	23.34	24.63	25.53
13	24.74	26.06	26.98
14	26.12	27.48	28.42
15	27.49	28.88	29.84
16	28.85	30.27	31.25
17	30.19	31.64	32.64
18	31.53	33.01	34.03
19	32.85	34.36	35.40
20	34.17	35.70	36.76
21	35.48	37.04	38.11
22	36.78	38.37	39.46
23	38.08	39.68	40.79
24	39.36	41.00	42.12
25	40.65	42.30	43.35



## 参 考 文 献

- [1] GB/T 6379(所有部分) 测量检验方法与结果准确度(正确度与精密度)
- [2] JJF 1001—2011 通用计量术语与定义
- [3] ISO. Statistics—Vocabulary and Symbols—Part 2: Statistical Quality Control. ISO 3534-2. Geneva: International Organization for Standardization; 1993
- [4] Krouwer JS. Setting performance goals and evaluation total analytical error for diagnostic Assays. Clin Chem. 2002; 48: 919-927
- [5] ISO. In Vitro diagnostic medical devices—Measurement of quantities in biological samples Metrological traceability of values assigned to calibrators and control materials. ISO 17511. Geneva: International Organization for Standardization; 2003
- [6] ISO. In Vitro diagnostic medical devices—Measurement of quantities in biological samples Metrological traceability of values assigned to catalytic concentration of enzymes in calibrators and control materials. ISO 18153. Geneva: International Organization for Standardization; 2003
- [7] ISO. Statistics—Vocabulary and Symbols—Part 1: Probability and General Statistical Terms. ISO 3534-1. Geneva: International Organization for Standardization; 1993
- [8] ISO. International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. Geneva: International Organization for Standardization; 1993
- [9] 42 CFR Part 493. Medicare, and CLIA Program; Laboratory Requirements Relating to Quality Systems and Certain Personnel Qualification; 1992
- [10] Garber CC, Carey RN. Evaluation of methods. In: Kaplan LA, Pesce AJ. eds, Clinical Chemistry Theory, Analysis, and Correlation. 4<sup>th</sup> ed St. Louis: Mosby; 2003: 402-426
- [11] Koch DD, Peters T Jr. Selection and evaluation of methods. In: Burtis CA, Ashwood ER, eds. Tietz Textbook of Clinical Chemistry. 3<sup>th</sup> ed. Philadelphia: W. B. Saunders Co; 1999: 508-526
- [12] Petersen PH, Fraeter CG, Kallner A, Kenny D, Strategies to set global analytical quality specifications in laboratory medicine, Scand J Clin Lab Invest. 1999; 59: 475-585
- [13] Fraster CG. Biological Variation: From Principles to practice. Washington, DC: AACC Press; 2001
- [14] Wesgard JO, Burnett RW. Precision requirement for cost-effective operation of analytical process. Clin Chem. 1990; 36: 1629-1632
- [15] ASQC. Glossary and Tables for Statistical Quality Control. Milwaukee, WI: asqc Quality Press; 1983: 1160
- [16] ISO. ISO 15193: In vitro diagnostic medical devices—Measurement of quantities in samples of biological origin—Presentation of reference measurement procedures. First edition. Switzerland; 2002
- [17] EP6-A Evaluation of the Linearity of Quantitative Analytical Method. Wayne, PA: National Committee for Clinical Laboratory Standards, 1986
- [18] EP7-P Interference Testing in Clinical Chemistry. Wayne, PA: National Clinical Laboratory Standards, 1986
- [19] EP9-A Method Comparison and Bias Estimation Using Patient Samples. Wayne, PA: National Committee for Clinical Laboratory Standards, 1995
- [20] EP14-A Evaluation of matrix effect. Wayne, PA: National Committee for Clinical Laboratory Standards, 2000



[21] EP15-P User Demonstration of Performance for Precision and Accuracy. Wayne, PA: National Committee for Clinical Laboratory Standards, 1998

[22] 卫生部临床检验中心.《医疗机构临床实验室管理办法》及配套文件.北京:卫生部临检中心,2006

---