

Tea Nordberg

Litiumtestin kehittäminen liekkifotometrille referenssimenetelmän mukaisesti

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Bio- ja elintarviketekniikka

Insinöörityö

5.3.2018

<p>Tekijä Otsikko</p> <p>Sivumäärä Aika</p>	<p>Tea Nordberg Litiumtestin kehittäminen liekkifotometrille referenssimenetelmän mukaisesti</p> <p>32 sivua + 9 liitettä 5.3.2018</p>
<p>Tutkinto</p>	<p>Insinööri (AMK)</p>
<p>Koulutusohjelma</p>	<p>Bio- ja elintarviketekniikka</p>
<p>Ohjaaja(t)</p>	<p>Reagenssituotannon esimies Leena Manninen Yliopettaja Riitta Lehtinen</p>
<p>Työn tarkoitus oli kehittää BWB-XP-liekkifotometrille litiumreferenssimenetelmä, jolla voidaan testata litiumin jäljitettävyyttä referenssimateriaaleihin. Referenssimateriaalina tässä toimii litiumstandardi, johon verrataan liuoksia, joissa käytetään litiumia. Referenssimenetelmä on tarkoin määritelty ja validoitu testausmenettely, mittaus tai analyysi, jota käytetään muiden menetelmien laadullisessa vertailussa ja vertailumateriaalin ominaisuuksien tai vertailuarvojen määrittelyssä.</p> <p>Opinnäytetyön kirjallisessa osuudessa tutkittiin liekkifotometri BWB-XP:n sopivuutta litiumille ja tutustuttiin itse laitteeseen tarkemmin. BWB-XP Performance Plus on monikanavainen, alhaisen lämpötilan liekkifotometri natriumin, kaliumin, litiumin sekä kalsiumin samanaikaiseen mittaamiseen useista näytteistä. Ominaisuuksien perusteella on mitattavien alkuaineiden aallonpituuksille määritetty näiden perusteella omat aallonpituudet sekä näkyvän spektrin väri. Esimerkiksi kun litium lisätään liekkiin, se lähettää säteilyä näkyvän spektrin punaisella alueella.</p> <p>Kokeellisessa osuudessa tutkittiin litiumin käyttäytymistä ja soveltuvuutta liekkifotometrin testaukseen ja menetelmän pystyttämiseen liekille. Työn vaatavuutta kuvaa se, että litium on hyvin herkkä juuri käytettyjen määrien vuoksi. Menetelmässä käytetyt pitoisuudet ovat hyvin pieniä, ja pienikin virhe punnituksessa antaa väärän tuloksen itse ajossa.</p> <p>Saatuihin tuloksiin voi olla tyytyväinen, koska ne olivat sitä mihin tähdättiin. Toistettavuuden osalta mittaustuloksista näkee, että liekkifotometri mittaa ISE kalibraattori 2:sta hieman korkeana. Lineaarisuustestauksessa saatujen tulosten perusteella liekkifotometri mittaa tasoihin nähden korkeampaa tulosta. Tässä osa syynä voi olla mittausvirhe tai nollatason heilahdus. Eroavaisuudet saivat olla kaksi prosenttia edelliseen mittaustulokseen, joten kaikki tulokset hyväksyttiin.</p>	
<p>Avainsanat</p>	<p>Litium, referenssimenetelmä, BWB-XP-liekkifotometri</p>

Author Title	Tea Nordberg Development of a lithium test for a flame photometer according to the reference method
Number of pages	32 pages + 9 annex
Date	5.3. 2018
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Biotechnology and Food Engineering
Instructor (s)	Reagent Production Manager Leena Manninen Principal Lecturer Riitta Lehtinen
<p>The purpose of the thesis was to develop a Lithium reference method for the BWB-XP flame photometer, which can be used to test the traceability of reference materials. The reference material here is a lithium standard to be compared with solutions using lithium. The reference method is a well defined and validated test procedure, measurement or analysis used for the qualitative comparison of other methods and the definition of reference material properties or benchmarks.</p> <p>In the written part of the thesis, the suitability of the flame photometer BWB-XP for lithium was studied and the device was further examined. BWB-XP Performance Plus is a multi-channel low-temperature flame photometer for simultaneous measurement of sodium, potassium, lithium and calcium from multiple samples. Based on the properties, wavelengths of the elements to be measured are determined by their own wavelengths as well as the color of the visible spectrum. For example, when lithium is added to the flame, it transmits the visible spectrum in the red area.</p> <p>The experimental section investigated the behavior and suitability of lithium for the flame photometer test and setting up a method for flame. The demand for work is illustrated by the fact that lithium is very sensitive due to the small quantities used. The concentrations used in the method are very small and even a small mistake in weighing gives the wrong result in the device driving.</p> <p>The results obtained may be welcomed because they were what they intended for. For repeatability, the measurement results show that the flame photometer measures the ISE calibrator 2 slightly high. Based on the results of the linearity testing, the flame photometer measures the result higher than the levels. This part of the reason may be a measurement error or a zero level. Differences could be 2% of the previous measurement result, so all the results were accepted.</p>	
Keywords	Lithium, reference method, BWB-XP Flame photometer

Sisälllys

1	Johdanto	1
2	Liekkifotometri BWB-XP	2
2.1	Liekkifotometrin herkkyuden määrittäminen	8
2.2	Reagenssit ja näytteet	10
2.3	Konelab- ja Indiko-analysaattori	12
2.4	Mittausalueen määrittäminen	13
3	Menetelmän pystytys	14
3.1	Liukuma	17
3.2	Toistettavuus	18
3.3	Lineaarisuus	21
4	Laskentapohjan suunnittelu ja laskentapohja	24
5	Tulokset	27
6	Yhteenveto	31
	Lähteet	31

Liitteet

Liite 1.	Suunnitelmapohja OQ
Liite 2.	Suunnitelmapohja PQ
Liite 3.	ISE-litiumjäljitettävyysslaskentapohja
Liite 4.	Liukuman tulokset
Liite 5.	Toistettavuuden tulokset
Liite 6.	Lineaarisuuden tulokset
Liite 7.	ISE Kalibraattorin insertti
Liite 8.	Raportti OQ
Liite 9.	Raportti PQ

Lyhenteet ja käsitteet

AAS	Atomiabsorptiospektrofotometri
Akkreditointi	Pätevyyden toteaminen
Emissio	Säteilyn tai energian siirtyminen
FAAS	Liekki-atomiabsorptiospektrofotometria
In Vitro	Tutkimusmenetelmä, joka tapahtuu elävän organismin tai solun ulkopuolella.
Kalibrointi	Yksinkertaisimmillaan kalibrointi terminä tarkoittaa mittalaitteen näyttämän vertaamista tarkempaan mittaan kuten esimerkiksi mittanormaaliin. Tuloksena saadaan mittalaitteen virhe, joka voidaan korjata korjauskertoimella tai virittämisellä. Toisaalta kalibroinnilla saadaan tietoa laitteen tilasta.
Kvantitatiivinen	Määrällinen
Lineaarisuus	Lineaarisella mittausalueella mittalaitteen herkkyys on vakio, eli tulosten ja näytteestä tutkittavien aineiden pitoisuuksien välillä on lineaarinen korrelaatio.
Mittausalue	Käytettävällä mittausalueella mittauslaitteen virhe on tunnetuissa, määritetyissä rajoissa.
Mittaussekvenssi	Säännöllinen järjestys
Multi Mode	Useampia kalibrointisuoria
Multi Point	Usean pisteen kalibrointitaso

OQ	Operational qualification, toiminnallinen kvalifointi. Tarkoituksena on osoittaa, että validoinnin kohde toimii suunnitellulla tavalla sekä sopii tarkoitukseen.
PQ	Performance Qualification, osoitetaan prosessin kyky toimia halutulla tavalla niissä spesifioiduissa olosuhteissa, jotka on määritelty.
Read-mode	Datan keräys
Referenssimenetelmä	Tarkoin määritelty ja validoitu menetelmä
Single Point	Yhden pisteen kalibrointitaso
Start Up	Käynnistys
Toistettavuus	Mittaussarjan sisäinen toistettavuus eli peräkkäisten mittaustulosten keskihajonta on sama, kuin yhtä suuriin osiin jaettu näyte analysoituna samoilla mittausolosuhteilla.
Vertailumateriaali	Sertifioituilla vertailumateriaaleilla voidaan yhden tai useamman ominaisarvon osalta osoittaa jäljitettävyys. Näille vertailumateriaaleille annetaan kalibrointitodistusta vastaava todistus eli sertifikaatti mittausepävarmuuksineen.

1 Johdanto

Tämän insinööriyön tilaaja, Thermo Fisher Scientific Oy, kehittää, valmistaa ja markkinoi pipettejä, kuoppalevy- ja molekyylibiologian laitteita, kliinisen kemian analysaattoreita ja näihin kuuluvia reagensseja ja kulutustavaroita. Lisäksi yritys tarjoaa laboratorioautomaattoratkaisuja sekä systeemejä elintarvikkeiden, pesuaineiden ja lannoitteiden laadunvalvontaan sekä vesi- ja ympäristöanalytiikkaan. [1.]

Työn tarkoitus oli kehittää BWB-XP-liekkifotometrille litium-referenssimenetelmä, jolla voidaan testata litiumin jäljitettävyyttä. Menetelmässä referenssimateriaalina toimii NIST SRM 924, joka on Yhdysvaltojen standardien ja teknologian instituutin (NIST) sertifioima. Työssä on tarkoitus testata, soveltuuko liekkifotometri litiumin testaamiseen, sekä luoda ohjeistus jäljitettävyyttämittausten tekemiseen yrityksessä Saksassa sijaitsevan *Referenzinstitut für Bioanalytik*in sijaan.

Akkreditointi on kansainvälisiin kriteereihin perustuva menettelytapa, jonka avulla toimielimen pätevyys ja sen antamien todistusten uskottavuus voidaan luotettavasti todeta. Pätevyyden arvioinnilla osoitetaan kliinisen laboratorion mittaustulosten luotettavuus ja oikeellisuus.

Referenssimenetelmä on tarkoin määritelty ja validoitu testausmenettely, mittaus tai analyysi, jota käytetään muiden menetelmien laadullisessa vertailussa ja vertailumateriaalin ominaisuuksien tai vertailuarvojen määrittelyssä. Referenssimenetelmällä saatujen tulosten mittausepävarmuus tulee olla riittävästi arvioitu ja käyttötarkoitukseen sopiva.

Referenssimenetelmää voidaan käyttää

- muiden samantapaisten mittaus- tai testausmenetelmien validoimiseen ja mittausepävarmuuden määrittämiseen.
- vertailuarvojen määrittämiseen materiaaleille (arvot voidaan kerätä esimerkiksi tietokantoihin).

Opinnäytetyön kirjallisessa osuudessa tutkittiin liekkifotometrin BWB-XP:n sopivuutta litiumin määrittämiseen ja tutustuttiin itse laitteeseen tarkemmin. Kokeellisessa

osuudessa tutkittiin litiumin käyttäytymistä ja soveltuvuutta liekkifotometrin testaukseen ja menetelmän pystyttämistä liekkifotometrille.

2 Liekkifotometri BWB-XP

Liekki-atomiabsorptiospektrometria on yksi atomiabsorptiospektrometriatekniikoista (AAS), jossa voidaan määrittää metallien ja puolimetallien pitoisuus näytteessä (kuva 1). Analyysimenetelmä perustuu näytteen höyrystämiseen liekissä, johon suunnataan atomeille aallonpituudeltaan ominaista valoa, jota saman aineen atomit lähettävät. Höyrystetyn näytteen atomit absorboivat itselleen ominaista valon aallonpituutta voimakkaasti. Näytteen läpi tulevaa valoa verrataan näytteeseen menevään valoon. Valon voimakkuuden vaimeneminen on verrannollinen tutkittavan alkuaineen määrään näytteessä.[2.]

BWB-XP Performance Plus on monikanavainen, alhaisen lämpötilan liekki-fotometri, jolla voidaan mitata natriumia, kaliumia, litiumia ja kalsiumia samanaikaisesti useista eri näytteistä. Se on suunniteltu helppokäyttöiseksi ja luotettavaksi. BWB-XP käyttää mikroprosessoritekniikkaa tuottamaan ja tallentamaan kalibrointikäyriä. [3.]



Kuva 1. BWB-XP Liekkifotometri [2]

Ominaisuuksien perusteella on mitattavien alkuaineiden aallonpituuksille määritetty näiden omat aallonpituudet sekä näkyvän spektrin väri. Esimerkiksi, kun natrium lisätään liekkiin, se lähettää säteilyn näkyvän spektrin keltaiselle alueelle. Taulukossa 1 esitetään alkali- ja maa-alkalimetallien aallonpituudet sekä liekin väri. [3.]

Taulukko 1. Alkuaineen aallonpituudet ja väri

Alkuaine	Emission aallonpituus nm	Liekin väri
Natrium	589	Keltainen
Kalsium	622	Oranssi
Litium	670	Punainen
Kalium	766	Violetti

Lääketieteellisen näytteen pitoisuudet ilmaistaan yleisesti mmol/l (millimoolia litraa kohden), päinvastoin kuin ppm (miljoonasosaa), joka on tyypillinen teolliseen analyysiin käytetty yksikkö. Näiden kahden välinen suhde on seuraava:

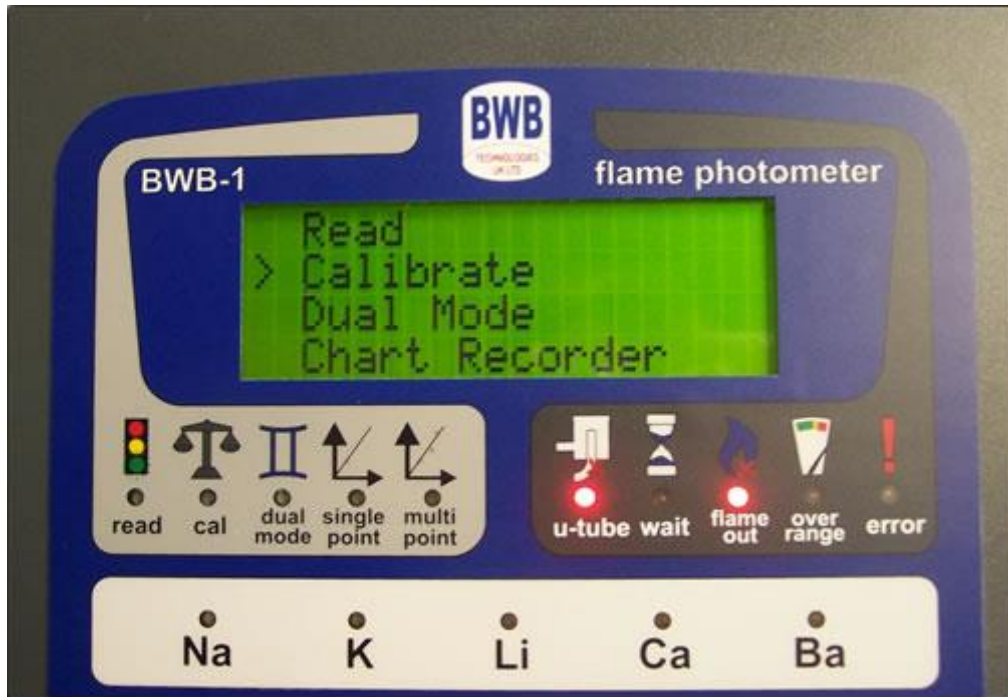
$$\text{Ppm} = A \times \text{mmol} / l$$

$$\text{Mmol} / l = \text{ppm}$$

jossa A = analysoidun atomin atomimassa [3.]

Liekkifotometriä BWB-XB:tä käynnistettäessä tulee näyttöön aloitusvalikko, jossa on kolme asetusta:

1. Liekin kytkentä päälle
2. Huolto
3. Asetukset



Kuva 2. BWB-XP-näyttö

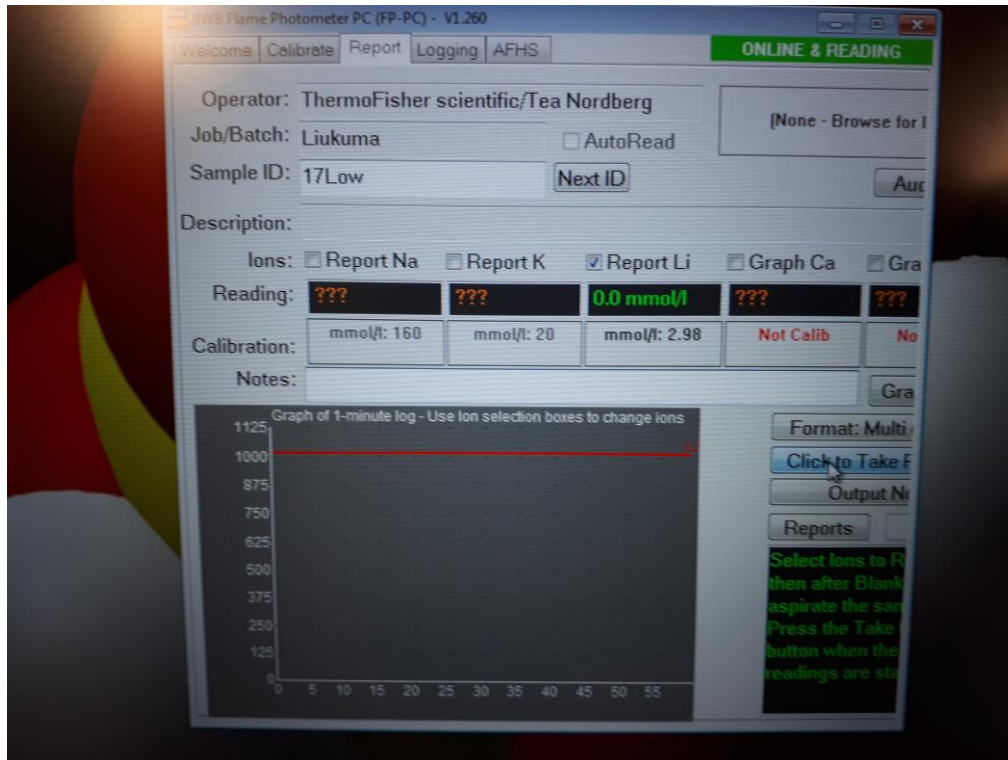
Oletusvaihtoehtona on "ota liekki käyttöön" mikä valitaan ja painetaan "Hyväksy"-painiketta. Laite siirtyy Start Up-tilaan (kuva 2).

Tässä vaiheessa katsotaan, että U-tube-putkistossa on täynnä ionivaihdettua vettä (kuva 3). Jos U-tubessa ei ole vettä laitetta käynnistettäessä, näytöllä palaa punainen valo kuten kuvassa 2 ja liekkiä ei saa syttymään. U-tube-putkistoon virtaa likainen vesi ja näytteet mitä ajossa käytetään.



Kuva 3. U-Tube-putkisto nuolen osoittamassa kohdassa

Avataan tietokoneelta datan keräysohjelma (kuva 4). Liekkifotometrin tulee olla "Read"-moodissa, jotta dataa siirtyy ohjelmistoon.



Kuva 4. Datan keräysohjelma

Päävalikko koostuu seuraavista osista:

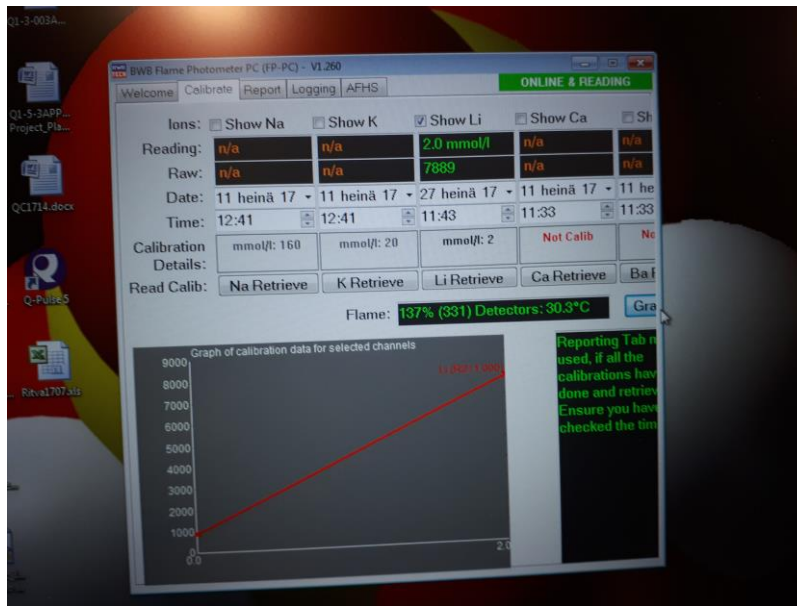
- 1 Lue ioni-tasot
- 2 Kalibroinnit
- 3 Asetukset
- 4 Sammuta liekki.

Ylös- ja alas-painikkeita voidaan korostaa kunkin vaihtoehdon kohdalla tai valita vaihtoehto numerolla. Painamalla "Hyväksy" -painiketta valitaan tämä vaihtoehto. Liekkifotometrin annetaan lämmetä 30 minuuttia. Tänä aikana se stabiloituu, eikä huojuntaa synny mittausten aikana. Stabiloitumisen aikana laitteelle syötetään ionivaihdettua vettä. [3.]

Alkutoimenpiteiden jälkeen voidaan liekkifotometri kalibroida litiumkarbonaattikantaliuoksella, joka toimii kalibraattorina sekä näytteenä. Laitteelta valitaan haluttu analyytti sekä valitaan, kuinka monen pisteen kalibrointi suoritetaan. Laitteeseen voidaan kalibroida joko Single Point-, Multi Point- tai Multi Mode -pisteinä. Laitteen tarkkuus riippuu kalibroinnissa käytettävien standardien tarkkuudesta ja puhtaudesta.

Valintojen jälkeen laite kysyy blank-liuosta, jolla laite nollataan ennen kalibraattorin syöttämistä. Tässä blank-liuoksena käytetään diluent concentrate -liuosta suhteessa 1:999; stock code: 019-015. Nollauksen jälkeen laite kysyy kalibrintiliuoksen pitoisuutta, tässä mmol/l, jonka jälkeen syötetään kalibrintiliuosta. Kun lukema on stabiloitunut, laite ilmoittaa hyväksymisen ja siirtyy päävalikkoon. Hyväksytyt kalibrointi saadaan datankeräysohjelmaan kalibroitivälilehdellä olevalla painikkeella analyyttikohtaisesti, esimerkiksi LI Retrieve.

Kalibroinnin jälkeen määritellään, montako näytettä ajetaan sekä varmistetaan, että laite on read-moodissa. Laitteeseen tallentaa automaattisesti tulokset pdf-muodossa tietokoneelle, josta tulokset voidaan siirtää ennalta määritettyyn tietokantaan. Liekkifotometrille syötetään vuorotellen blank-liuosta ja näytettä. Mittauksen stabilointia seurataan datankeräysohjelmassa, joka piirtää kuvaajaa näytölle (kuva 5). Mittauksen stabiloiduttua painetaan "Take reading"-näppäintä ja laite ottaa lukeman talteen.



Kuva 5. Kalibrointikuvaaja

Näytteiden mittauksen jälkeen liekkifotometri suljetaan. Letkut pestään puhtaalla ionivaihdetulla vedellä sekä suhteessa 2:100 laimennetulla Decon 90-puhdistusliuoksella muutaman minuutin ajan. Näyteletku ja sumutin puhdistetaan vielä mekaanisesti siihen tarkoitetulla langalla. Lopuksi tarkistetaan, että U-tubessa on vettä, sekä tyhjennetään jäteastia tarkoituksen mukaisesti.

Liekkifotometrissä pidetään laitepäiväkirjaa, johon kirjataan käyttötunnit sekä huoltotoimenpiteet ylös. Käyttötuntien tarkastaminen löytyy liekin aloitusvalikosta kohdasta asetukset.

Mittauksien välillä voidaan pitää lyhyt tauko, enintään kaksi tuntia, jolloin vain liekki sammutetaan. Jos laite sammutetaan pidemmäksi aikaa, kuten yön yli, sammutetaan liekki edellä mainitulla tavalla ja tehdään huoltotoimenpiteet, sekä suljetaan kaasuhana kaasupullosta.

Huoltotoimenpiteisiin kuuluu virtausnopeuden tarkastus, letkujen visuaalinen tarkastus, sumuttimen tarkastus, poltin, sekoituskammion ja poltinputken puhdistus. Myös optiset suodattimet ja lasipiippu puhdistetaan.

Virtausnopeus voidaan tarkistaa seuraavasti. Kytetään laite päälle, jolloin päästään aloitusvalikkoon. Valitaan asetukset, josta päästään kohtaan Air compressor only,

näin saadaan pelkkä letkun imuteho päälle. Punnitaan pieni astia jossa on deionisoitua vettä. Syötetään laitteelle vettä yhden minuutin ajan ja punnitaan astia uudestaan. Näin saadaan selville, kuinka paljon vettä laite imee minuutissa. Virtausnopeuden tulisi olla 3-5 ml/min.[3.]

2.1 Liekkifotometrin herkkyuden määrittäminen

Liekkifotometrillä testataan litiumin toimivuutta ja siten sopiiko litium testattavaksi liekille. Testauksesta kirjoitetaan ensin suunnitelma, jossa osoitetaan tarvittavat testit ja toimitaan niiden mukaan. Suunnitelmaa kutsutaan suorituskyvyn kvalifointi eli OQ-vaiheeksi. Liitteessä 2 on määritelty tarkemmin, mitä suunnitelma pitää sisällään. Samalla tehdään suunnitelma toiminnalliselle kvalifioinnille eli OQ-vaiheelle. (Liite1)

Suorituskyvyn testauksella testataan sarjansisäinen toistettavuus sekä lineaarisuus litiumille. Tavoitteena on määrittää tarvittavien rinnakkaisten määrä menetelmävertailua varten sekä sallittu ero. Toiminnallisella testauksella mitataan toistettavuus, liukuma ja nollataso.

Tätä koetta varten tehtiin kantaliuos pelkästään litiumista. Litiumkarbonaattia punnittiin 0,0147g yhteen litraan ja lisättiin ionivaihdettua vettä. Seos sekoitetaan hyvin kääntelemällä mittapulloa. Kantaliuoksesta tehdään standardisuoraliuokset taulukon 2 mukaisesti. Standardisuora pipetoidaan 50 ml:n mittapulloon ja sekoitetaan hyvin. Kuuteen pieneen 50 millilitran dekantterilasiin kaadetaan liuosta juuri tehdyistä standardiliuoksista.



Kuva 6. Dekantterilasi

Taulukko 2. Standardisuora

Pipetoitava määrä	Konsentraatio mmol/l
2,5 ml	0,50 mmol/l
5 ml	1,00 mmol/l
7,5 ml	1,50 mmol/l
8,75 ml	1,75 mmol/l
10 ml	2,0 mmol/l
11,25 ml	2,25 mmol/l

Standardisuorasta valitaan yksi piste, jolla liekkifotometri kalibroidaan. Tästä valitaan 2,0 mmol/l oleva liuos. Valinta perustuu valmistajan sekä ISE kalibraattori 3 liuoksen pitoisuuteen. Valmistaja on määritellyt, että liekkifotometrillä pystytään mittaamaan 2,0 mmol/l litiumia ja siitä ylimenevästä osuudesta ei ole varmuutta. Tässä vaiheessa on testattava, pystyykö laite mittaamaan myös yli menevän pitoisuusmäärän tekemällä standardisuoran liuokset edellä mainitun taulukon 2 mukaisesti.

Liekki kalibroidaan halutulla pitoisuudella edellä mainitulla tavalla ja ilmoitetaan laitteelle pitoisuus. Ionivaihdettua vettä syötetään, jonka jälkeen annetaan blank-liuosta. Blank-liuoksena tässä toimii Diluent Concentrate -liuos. Mittaussekvenssi on, että annetaan vuorotellen nollaliuosta ja standardisuorasta tehtyjä liuoksia.

Mittauksien aikana ainoastaan yksi oleellinen asia huomattiin. Jos liekkiä ei kalibroitu riittävän korkealla kalibrintipisteellä, ei laite kyennyt mittaamaan ylimenevää osaa. Kalibroitua kokeiltiin pitoisuudella 3,00 mmol/l, jolloin laite pystyi mittaamaan halutun pitoisuuden ainoastaan edellä mainittuun pitoisuuteen asti. Yli menevästä osuudesta laite antoi out of limit-ilmoituksen. Tästä pääteltiin, että laite soveltuu mittaamaan vain juuri tuohon pitoisuuteen 2,00 mmol/l asti luotettavasti. Tätä pitoisuutta käytetään jatkossa.

2.2 Reagenssit ja näytteet

Työssä käytetään reagensseina litiumkarbonaattia, natrium-kaliumlaimennosliuosta sekä näytteinä ISE kalibraattori 2:a ja 3:a. Tarvittavat välineet pestään typpihapolla (HNO_3).

Näytteet ja standardit on laimennettava samalla laimennuserällä, joka koostuu suhteella 1:999 Diluent Concentrate -liuoksesta. Kontaminaation välttämiseksi on huolehdittava, että näytteiden ja standardien valmistuksessa käytetään puhtaita raaka-aineita sekä välineitä.

Litium on kemiallisesti erittäin reaktiivinen metalli, eli se reagoi voimakkaasti muiden aineiden kanssa. Muihin raskaampiin alkalimetalleihin natriumiin ja kaliumiin verrattuna se on kuitenkin vähemmän reaktiivinen. Litium reagoi herkästi jo alhaisessa lämpötilassa hapen kanssa oksidiksi ja muiksi happea sisältäviksi yhdisteiksi sekä typen kanssa nitridiksi. Nitridin muodostuminen on poikkeuksellista, sillä vain harvat alkuaineet reagoivat typpimolekyylien kanssa ja alkalimetalleista ainoastaan litium muodostaa nitridin. Kuumennettaessa ilmassa noin 200 °C :ssa (itsesyttymislämpötila 179 °C) se syttyy palamaan. Kuumennettaessa litium reagoi myös voimakkaiden hapettimien, happojen sekä hiilivetyjen, halogeenien, betonin, hiekan ja asbestin kanssa, mikä saattaa aiheuttaa tulipalon tai räjähdysen. Litium reagoi voimakkaasti myös veden kanssa muodostaen litiumhydroksidia ja vetyä. Toisin kuin muiden alkalimetallien ja veden välisessä reaktiossa, vapautuva vety ei yleensä syty palamaan. [4.]

Litiumkarbonaatti on olomuodoltaan valkoista jauhetta, jonka fysikaaliset ja kemialliset ominaisuudet on esitelty taulukossa 3.

Taulukko 3. Litiumkarbonaatin ominaisuudet [4]

Litiumkarbonaatin moolimassa	73,9 g/mol
Sulamispiste	723 °C
Tiheys	$2,1\text{ g/cm}^3$ (vesi = $1,0\text{ g/cm}^3$)
Liukoisuus veteen	$1,3\text{ g/100 ml}$ (20 °C :n lämpötilassa)
Kiehumispiste	1310 °C
CAS-numero	554-13-2

Natriumkloridi on epäorgaaninen suola, joka on muodoltaan valkoista jauhetta ja käytetty yleisesti kemianteollisuudessa. Taulukossa 4 on lueteltuna natriumkloridin yleiset ominaisuudet. [5]

Taulukko 4. Natriumkloridin ominaisuudet [5]

Aineen nimi	Common salt
EY-numero	231-598-3
CAS-numero	7647-14-5
Molekyylikaava	NaCl
Moolimassa	58,44 g/mol
pH	5 – 7 (100 g/l, 20 °C)
Tiheys	2,17 g/cm ³ at 20 °C
Vesiliukoisuus	358 g/l at 20 °C

Kaliumkloridi on muodoltaan valkoista, hieman kostean tuntuista jauhetta. Se liukenee veteen hyvin ja on palamatonta. Taulukossa 5 on lueteltuna sen kemiallisia ominaisuuksia. [6]

Taulukko 5 Kaliumkloridin ominaisuudet [6]

Aineen nimi	Potassium Chloride
EY-numero	231-211-8
CAS-numero	7447-40-7
Molekyylikaava	KCl
Moolimassa	74,55 g/mol
pH	7
Tiheys	1.98 g/cm ³
Muoto	Kiteinen, jauhe

ISE kalibraattori 2 ja 3

Kalibraattoriliuosten käyttötarkoituksena on toimia in vitro -menetelmänä diagnostiseen käyttöön Konelab- ja Indiko-analysaattoreissa.

ISE-kalibraattorit 2 ja 3 on tarkoitettu ioniselektiivisten elektrodien kalibrointiin kaliumin, natriumin, kloridin ja pH:n kvantitatiivisissa mittauksissa seerumista tai plasmasta. (Liite 7).

2.3 Konelab- ja Indiko-analysaattori

Konelab-analysaattori

Konelab-analysaattori on laboratorioissa yleisesti käytetty kliinisen kemian analysaattori, jolla mitataan verestä esimerkiksi natrium- ja kaliumarvoja. Analysaattori sisältää pääsääntöisesti määrittämissä fotometrin ja ionispesifiset elektrodit (ISE). Kyseiset elektrodit mahdollistavat testien tekemisen laajemmalle skaalalle analyysijä. [6] Nykyaikaisissa analyysilaitteissa sisäänrakennettuja toimintoja ovat näytteentunnistus, automaattiset annostelijat, tulostusautomaattikka, sekä laaduntarkkailu. Konelab-analysaattorit koostuvat viidestä pääosasta: segmenttien syöttö, reagenssikiekkko, kyvettilaturi, kyvettien jäteastia ja tislaturveden ja jäteveden astiat. [7]

Konelab-analysaattoreissa mittauksen suorittaa yksikanavainen suodatinfotometri, jossa mittausmenetelmiä on kaksi: kolorimetrinen ja turbidometrinen. Suodatinfotometrissä mittaus perustuu näytteen käsittelyyn. Analysaattori esikäsittelee näytteet ennen mittauksia, jotta näytteestä pystytään mittaamaan absorbanssi. Suoritusteho on noin 200 näytettä tunnissa. Useimpien mittauksien suoritus ja analysointi kestää laitteella keskimäärin 3-12 minuuttia. Näytteet voivat olla kokoverta, plasmaa, seerumia tai virtsaa. Näytteet syötetään laitteelle 5 ml:n ja 7 ml:n näyteputkissa tai 0,5 ml:n ja 2 ml:n näytekupissa, erillisille näytteensyöttösegmenteille. [7.]

Indiko-analysaattori

Indiko-analysaattori on suunniteltu klinikka- ja erikoiskemian testeihin sopivaksi. Se on täysin automatisoitu. Laitteistossa on yhdistettynä järjestelmäreagenssin ja kulutustarvikkeisiin muodostuva kokonaisratkaisu.

Kyseisellä laitteella voidaan testata rutiininomaiset kliiniset kemian testit sekä erityiset testit, kuten spesifiset proteiinit, huumeiden väärinkäytön testaus, terapeuttiivinen lääkeaineiden seuranta ja immunosuppressiiviset lääketutkimukset. Laite on monipuolinen sisältäen automaattiset laimennusominaisuudet, jotka helpottavat näytteen käsittelyä. Käytetyt menetelmät voidaan jäljittää kansainvälisiin vertailumenetelmiin ja materiaaleihin.

Indiko tarjoaa erinomaisen ratkaisun potilaan seurantaan. Tulosten saaminen nopeasti auttaa lääkäreitä tekemään kriittisiä päätöksiä. Järjestelmäreagenssit, jotka on erityisesti kehitetty ja optimoitu Indiko-analysaattoreille, ovat käyttövalmiita, säästävät operaattorin toiminta aikaa ja mahdollistavat tulosten luotettavuuden. [8.]

2.4 Mittausalueen määrittäminen

Kalibrintisuora voidaan määrittää pienimmän neliösumman menetelmällä eli lineaarisella regressiolla. Suoran yhtälö on kaavan 1 mukainen.

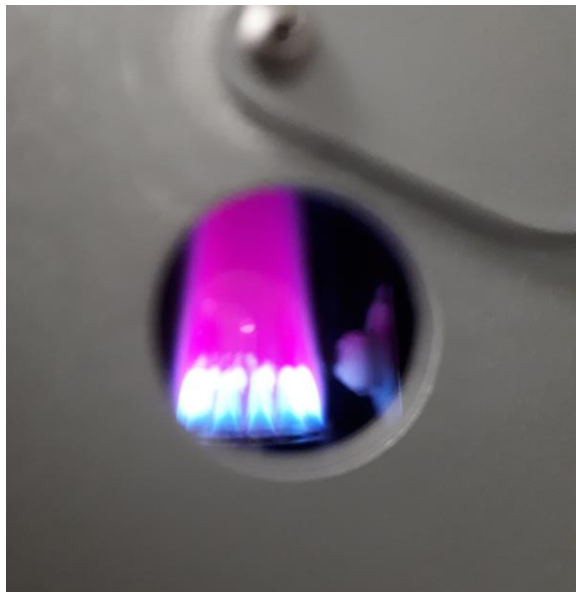
$$y = bx + a, (1)$$

jossa x on tutkittavan yhdisteen pitoisuus, b on suoran kulmakerroin ja a suoran ja y akselin leikkauspiste.

Taulukossa 6 esitetään optimaaliset mittausalueet tunnetuille alkuaineille, jotka valmistaja on määrittänyt.

Taulukko 6. Valmistajan antama optimaalinen mitta-alue

	Single Point		Multi Point
Na	0,05 - 60 ppm	Na	0,05 - 1000 ppm
K	0,05 - 100 ppm	K	0,05 - 1000 ppm
Li	0,1 - 50 ppm	Li	0,1 - 1000 ppm
Ca	2,5 - 100 ppm	Ca	2,5 - 1000 ppm



Kuva 7. Liekin väri litiumin palaessa

3 Menetelmän pystytys

Menetelmää pystytettäessä kaikki tarvittavat lasiastiat happopestään. Näin estetään mahdolliset kontaminaatiot. Puhtaita astioita liotetaan noin 60 minuutin ajan typpihapossa (0,72 mol/l HNO_3 , 1:20 laimennus 65%:sta typpihaposta). Astiat huuhdellaan tämän jälkeen 6 kertaa ionivaihdetulla vedellä. Pesun jälkeen astioita voidaan käyttää joko heti, tai seuraavana päivänä. Astiat voidaan varastoida pölyttömässä paikassa. Pesut kannattaa tehdä aina edellisenä päivänä, koska tähän menee aikaa. Lasiastioita kannattaa varata ylimääräisiä, koska niitä tarvitaan paljon.

Tarvittavaa kemikaalia, tässä litiumkarbonaattia, kuivataan noin neljä tuntia 200°C :ssa. Kuivauksen jälkeen kuivattu jauhe voidaan varastoida eksikaattoriin.

Kuivauspäiväys ja lämpökaapin tiedot merkitään laskentapohjaan. Kuivauksen voi tehdä edellisenä päivänä.

Kantaliuoksesta valmistetaan perusliuos, jota käytetään valmistettaessa kalibroinnissa käytettäviä varsinaisia kalibroitiliuoksia. Alkuainetta tai yhdistettä, josta kalibroitiliuos valmistetaan, täytyy olla saatavilla puhtaana tuotteena. Kalibroitisuoran pitoisuudet valitaan niin, että ne kattavat hyvin näytteiden oletetun pitoisuusalueen, yleensä 0,5-1,5-kertaisesti.

Liuosten teko aloitetaan aina laimeammasta päästä ja väkevin liuos tehdään viimeiseksi. Täyttö käytettyihin mittapulloihin tehdään niin, että ensin pullo täytetään noin puoliväliin laimennusliuoksella ja pipetoidaan standardi tai näyte ja täytetään sitten merkkiin asti (kuva 8). Blank-liuos laimennetaan suoraan Diluent Concentrate -liuoksesta ionivaihdetulla vedellä suhteessa 1:999. Yhden ajokokonaisuuden kaikki valmistetut liuokset laimennetaan samasta Blank-liuoksesta, jota tehdään riittävästi. Kulutus kahden päivän ajoihin on noin neljä litraa.



Kuva 8. Standardit ja näytteet 100 ml:n mittapulloissa

Litiumtestausta varten tehdään natrium-kaliumlaimennusliuos (NaCl 140 mmol/l ja KCl 5,0 mmol/l). Sitten punnitaan 16,36 g NaCl:a ja 0,746 g KCl:a ja siirretään kvantitatiivisesti ionivaihdetulla vedellä huuhdellen kahden litran mittapulloon. Pullo täytetään merkkiin asti ja sekoitetaan kunnolla kääntelemällä pulloa noin 20 kertaa ylösalaisin.

Litiumkantaliuos tehdään seuraavasti: punnitaan 0,74 g kuivattua litiumkarbonaattia (Li_2CO_3) ja siirretään suola kahden litran mittapulloon. Punnitun suolan voi huuhdella natrium-kaliumliuoksella. Sitten lisätään varovasti 10 ml laimennettua suolahappoa (2,3 mol/l) ja pyöritetään pulloa kunnes reaktio loppuu. Natrium-kaliumlaimennusliuosta täytetään merkkiin asti ja sekoitetaan kunnolla. Standardikantaliuos on pitoisuudeltaan 10,0 mmol/l. Litiumpitoisuus lasketaan neljällä desimaalilla Excel- laskentapohjaan.

Seuraavaksi pipetoidaan kantaliuoksesta kuusi standardiliuosta 100 ml:n mittapulloihin taulukon 7 mukaisesti.

Taulukko 7. Standardiliuokset

Nro	LI (10 mmol/l)	Litium Pitoisuus
1	5.00 ml	0.5 mmol/l
2	10.00 ml	1.00 mmol/l
3	15.00 ml	1.50 mmol/l
4	17.50 ml	1.75 mmol/l
5	20.00 ml	2.0 mmol/l
6	22.50 ml	2.25 mmol/l

Varsinaiset työliuokset tehdään standardiliuoksista. Nämä kuusi työliuosta tehdään taulukon 8 mukaisesti laimennussuhteella 1:25 siten, että pipetoidaan yksi milli standardiliuosta ja lisätään natrium-kaliumliuosta merkkiin asti. Tämä sekoitetaan, kuten edellä on tehty.

Taulukko 8. Työliuokset

Nro	Pipetoitava määrä ml	Täyttömäärä natrium-kalium liuosta ml
1	1	24 ml
2	1	24 ml
3	1	24 ml
4	1	24 ml
5	1	24 ml
6	1	24 ml

Liekkifotometri kalibroidaan 2,25 mmol/l litiumstandardilla ja mitataan vuoroin 0-liuosta (tässä Diluent Concentrate -liuos) ja kaikki edellä tehdyt työliuokset. Saadut tulokset tarkastetaan visuaalisesti ja tehdään uusintamittaus, jos jokin piste eroaa selvästi muista. Mikäli poikkeama toistuu, on tehtävä uudet työliuokset. Saadut tulokset syötetään Excel-taulukkoon, jonka avulla saadaan laskettua, kuinka hyvä käyrä on. Tulos on hyvä jos $S_{fit} < 0,03$ mmol/l.

Seuraavaksi mitataan näyte (tässä käytössä ISE kalibraattorit. 2 ja 3) ja valitaan kaksi työliuosta, joiden pitoisuus ympäröi näytteen pitoisuutta. Esimerkiksi ISE kalibraattori 2 on 0,5 mmol/l, valitaan blank-liuos ja työliuoksesta 1,00 mmol/l olevat pitoisuudet. Mittaussekvenssi on matalampi työliuos, näyte, korkeampi työliuos. Sekvenssi toistetaan siten, että saadaan viisi hyväksyttyä mittaussarjaa. Hyväksymiskriteerinä on, ettei yksikään mitattu taso poikkea enemmän kuin 2 % edellisestä mittauksesta.

3.1 Liukuma

Laitteen stabiilisuutta testataan liukuman kautta. Laitteen toimivuutta testataan, saadaanko sama tulos peräkkäin. Liekille annetaan 20 näytettä ja otetaan lukemat ylös datankeräyksellä.

Liuosten valmistus:

- Standard High litiumkarbonaatti (Li_2CO_3)
- Standard Low laimennetaan 019-015 Diluent Concentrate -liuoksesta (1:999 MQ)

Suoritetaan laitteen kalibrointi:

- Standard High litium 2 mmol/l

Nollataso: Mitataan Standard Low; 20 kertaa peräkkäin.

Litiumin liukuma: Toistetaan Standard Low mittausta 30 min kuluttua ensimmäisestä mittauksesta.

Tarvittavat työliuokset tehdään Diluent Concentrate -liuoksesta ja litiumkantaliuoksesta. Niin sanottu blank-liuos tehdään suoraan Diluent Concentrate -liuoksesta ja täytetään ionivaihdetulla vedellä suhteessa 1:999. Kaksi kantaliuosta tarvitaan eli litiumkantaliuos sekä natriumkaliumkantaliuos. Ensin tehdään natriumkaliumliuos, punnitaan 16,36 g natriumkloridia ja 0,746 g kaliumkloridia kahden litran mittapulloon ja täytetään merkkiin asti ionivaihdetulla vedellä. Seuraavaksi tehdään kaksi litraa litiumkantaliuos. Litiumkarbonaattia punnitaan 0,74g ja täytetään merkkiin asti juuri tehdyllä natriumkaliumkantaliuoksella.

Tarvittavat liuokset valmistetaan edellä mainitun mukaisesti. Liekkifotometri kalibroidaan standard high`lla, jonka konsentraatti on 2 mmol/l. Näytteenä tässä toimii Diluent Concentrate -liuos ja näytettä syötetään liekille 20 kertaa peräkkäin. Tässä vaiheessa pidetään 30 minuutin tauko ja syötetään jälleen 20 näytettä. Samalla kalibroinnilla tehdään molemmat vaiheet.

3.2 Toistettavuus

Menetelmän toistotarkkuus ilmaisee keskenään riippumattomien tulosten vastaavuuden. Se ilmoitetaan normaalisti suhteellisena keskihajontana. Toistettavuus on toistotarkkuuden laji, missä mittaukset on tehty toistettavissa olosuhteissa, eli samalla menetelmällä, samasta materiaalista, saman analysoijan toimesta, samassa laboratorioissa ja lyhyellä aikavälillä.

Sarjan sisäinen toistettavuus määritetään useilla rinnakkaisnäytteillä, jotka ajetaan samalla kertaa, jolloin se kerrotaan näytteiden välisenä hajontana. Sarjojen välinen

toistettavuus määritellään useilla rinnakkaisnäytteillä, jotka ajetaan usean päivän aikana, jolloin se kertoo mittauskertojen välisestä hajonnasta. Analysoimalla tulokset yksisuuntaisella varianssianalyysillä (ANOVA) saadaan selville sarjojen sisäinen, sarjojen välinen ja mittausten kokonaishajonta. [9.]

Toistettavuus määritetään tekemällä useita rinnakkaismääryksiä erityyppisistä näytteistä eri pitoisuuksilla. Yleensä näytesarjojen sisäinen vaihtelu on näytesarjojen välistä vaihtelua. Mikäli sarjojen välinen hajonta on merkittävästi suurempi kuin sarjojen sisäinen hajonta, sarjojen välillä esiintyy todellista vaihtelua. Syy vaihteluun on pyrittävä selvittämään. Aiheuttaja voi löytyä analyysitekijöistä, jotka sarjan sisällä pysyvät muuttumattomina (lämpötila, säilyvyys, homogeenisuus), mutta saattavat vaihdella sarjojen välillä.

Litiumin toistettavuus suoritetaan seuraavasti. ISE kalibraattori 3 ja ISE kalibraattori 2 mitataan näytteinä 20 kertaa rinnakkaisina mittauksina. Tavoitteena on määrittää tarvittavien rinnakkaisten mittausten määrä menetelmävertailua varten, sekä havainnollistaa sallittu eroavuus. Näiden sarjojen mittausten välissä liekki kalibroidaan joka kerta uudestaan. Laimennussarjat tehdään Konelab-analysaattorin lineaarisuuden mukaan, jotta nähdään, pystyykö laite mittaamaan lineaarisesti samalla mittausalueella kuin Konelab-analysaattori.

Liukset tehdään, kuten edellä on mainittu, ja kantaliuoksia voidaan käyttää näihin eri osa-alueisiin. Ainoastaan työliuokset tehdään joka kerta uusiksi.

Näytteenä toimivat ISE kalibraattorit 2 ja 3 sekä nollana eli blank-liuoksena Diluent Concentrate. Työliuoksista tehdään sarja alla olevan taulukon 9 mukaisesti.

Taulukko 9. Sarjan sisäinen toistettavuus

1	1,25 ml	0,5 mmol/l
2	2,50 ml	1,0 mmol/l
3	3,75 ml	1,5 mmol/l
4	4,38 ml	1,75 mmol/l
5	5,0 ml	2,0 mmol/l
6	5,63 ml	2,25 mmol/l
7	6,25 ml	2,50 mmol/l

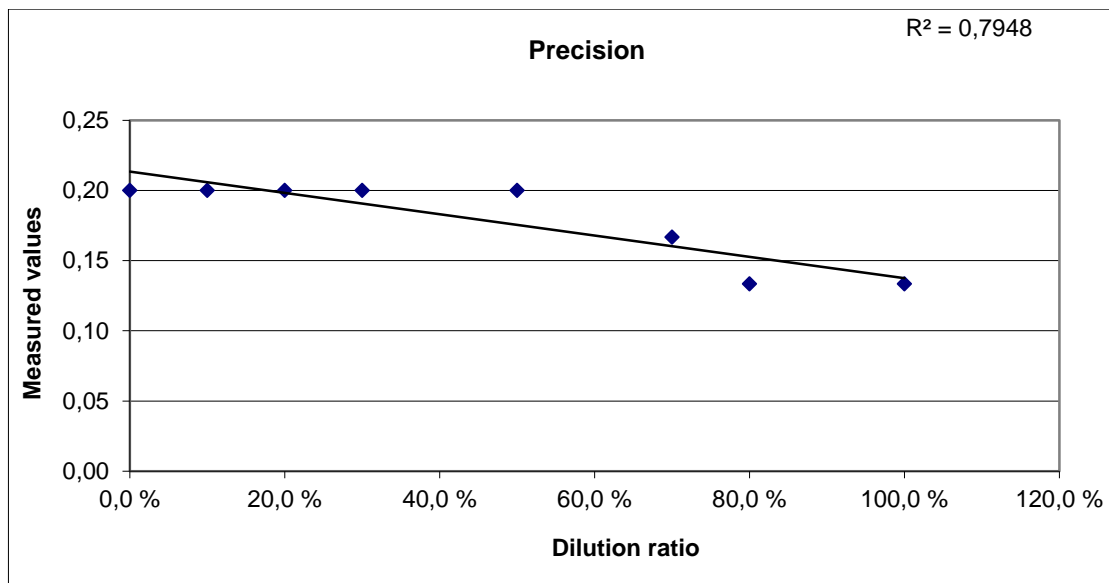
Tarvittavat määrät pipetoidaan 25 ml:n mittapulloihin, joita on seitsemän, ja lisätään natriumkaliumkantaliuosta merkkiin asti. Työliuokset sekoitetaan huolella kääntelemällä pulloja ylösalaisin.

Liekkifotometri kalibroidaan työliuoksella, jonka konsentraatti on 2,0 mmol/l. Tämä määräytyy näytteen high mukaan, koska aikaisemmassa kokeilussa todettiin, ettei liekki pysty mittaamaan kalibroidun suoran yli meneviä tuloksia. Näytteet ISE kalibraattori 2:n ja 3:n ajetaan sekvenssillä blank-liuos – matala näyte – blank-liuos – korkea näyte – blank-liuos mukaisesti. Näytteitä ajetaan kaksi kertaa kymmenen sarjaa. Kuvassa 9 on esitettyä syötetyt tulokset Excel-taulukkoon. Josta saadaan suora, josta nähdään kuinka toistettavasti tulokset menevät käyrällä (kuva 10) sekä mikä on hajonta näytteiden suhteen (kuva 11).

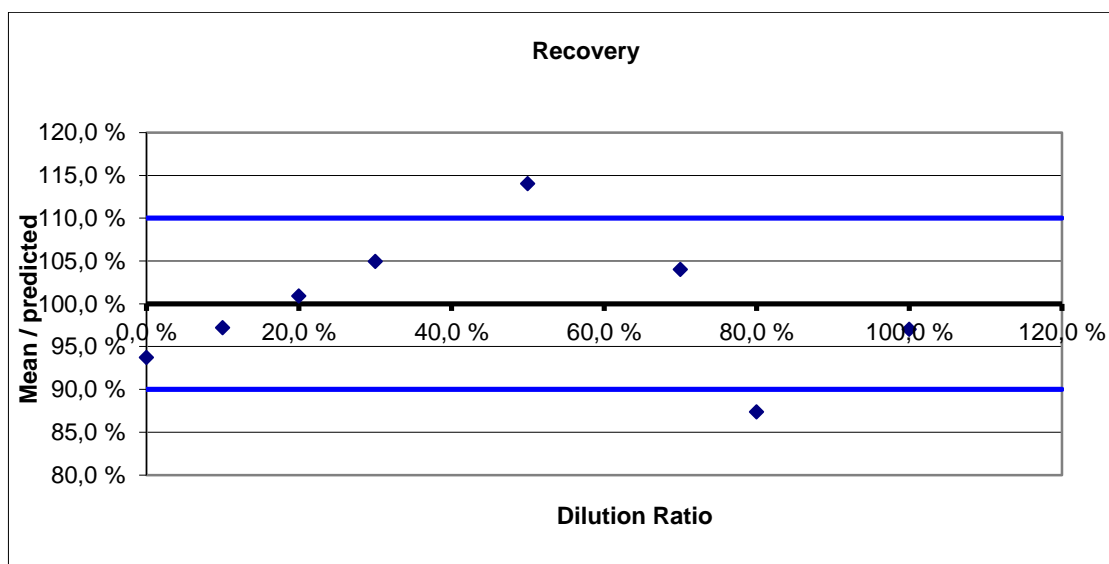
Date: 2017-10
 Analyt: Tea Nordberg
 Instrument: Reagent:
 Factor Intercept: -0,08 0,2133
 Test limit low: 0,5
 Dilution limit low:
 Dilution limit high:
 Test limit high:

Percent Dilution	Dil.ratio	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean	SD	CV%	Predicted	Δ Measured Mean - Predicted	Recovery-% (Mean/Predicted)	Dil. 1+
0,0 %	0,000	0,00	0,30	0,30	0,20	0,173	87 %	0,21	-0,01	93,8 %	
10,00 %	0,100	0,00	0,30	0,30	0,20	0,173	86,6 %	0,21	-0,01	97,2 %	
20,00 %	0,200	0,00	0,30	0,30	0,20	0,173	86,6 %	0,20	0,00	100,9 %	
30,00 %	0,300	0,00	0,30	0,30	0,20	0,173	86,6 %	0,19	0,01	105,0 %	
50,00 %	0,500	0,00	0,30	0,30	0,20	0,173	86,6 %	0,18	0,02	114,0 %	
70,00 %	0,700	0,00	0,20	0,30	0,17	0,153	91,7 %	0,16	0,01	104,0 %	
80,00 %	0,800	0,00	0,20	0,20	0,13	0,115	86,6 %	0,15	-0,02	87,4 %	
100,00 %	1,000	0,00	0,20	0,20	0,13	0,115	86,6 %	0,14	0,00	97,0 %	

Kuva 9. Excel-pohjalle syötetyt toistettavuuden ISE kalibraattori 2 saadut tulokset



Kuva 10. Sarjan sisäinen toistettavuuskäyrä



Kuva 11. Toistettavuuden hajonta

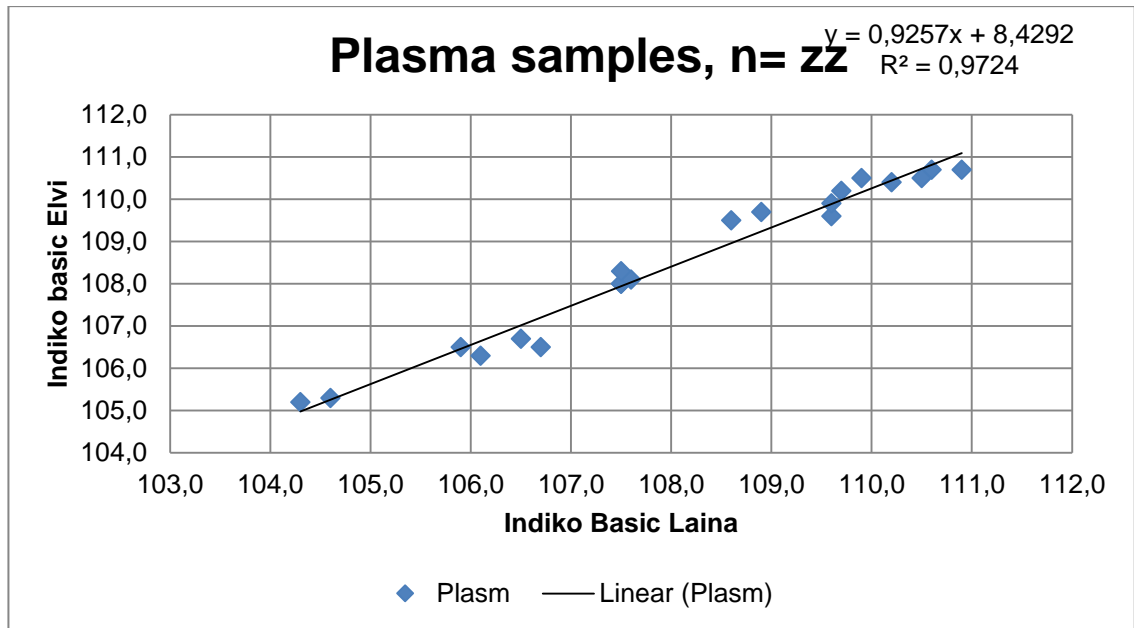
3.3 Lineaarisuus

Lineaarisuudella tarkoitetaan analyttisen menetelmän kykyä antaa tietyllä alueella hyväksyttävä lineaarinen korrelaatio tulosten ja näytteiden tutkittavan aineen pitoisuuden välillä. Mikäli järjestelmän ulostulon muutoksen suhde sisäänmenon muutokseen on vakio, järjestelmän sanotaan olevan lineaarinen. Poikkeamaa tästä kutsutaan epälineaarisuudeksi. [9.]

Lineaarisuuden määrittäminen suositellaan tehtäväksi yleensä vähintään viidellä eripitoisella jäljitettävästi valmistetulla näytteellä (nollanäytteen lisäksi). Näiden näytteiden mitattavan aineen pitoisuuden tulisi olla kattava vaadittavalla mittausalueella. Mikäli mahdollista, jokaisella pitoisuudella suoritetaan useampia toistoja (esimerkiksi 10 kpl). Lineaarisuustutkimusten avulla määritetään samalla myös analyysimenetelmän luotettava mittausalue, jolla hyväksyttävä tarkkuus ja täsmällisyys voidaan saavuttaa. Se on yleensä laajempi kuin lineaarinen alue.

Analysoitavan aineen toteamisrajan määrittäminen perustuu taustan hajonnan tutkimiseen analysoimalla nollanäytteitä toistuvasti. Nollanäytteelle suoritettujen rinnakkaismääritysten perusteella lasketaan taustalle keskiarvo ja keskihajonta. Toteamisraja on se analysoitavan aineen pitoisuus, jonka vaste vastaa nollanäytteen vasteiden keskiarvoa lisättynä kolmikertaisella keskihajonnalla (95% todennäköisyydellä). Toteamisrajalla analyyttille mitatun vasteen tai määritetyn pitoisuuden tulee olla niin suuri, että sen ei enää voida katsoa johtuvan taustan satunnaisvaihtelusta.

Tuloksien avulla laaditaan regressiosuora käyttämällä pienimmän neliösumman menetelmää. Tästä graafisesta esityksestä voidaan silmämääräisesti arvioida menetelmän lineaarinen alue (kuva 12).

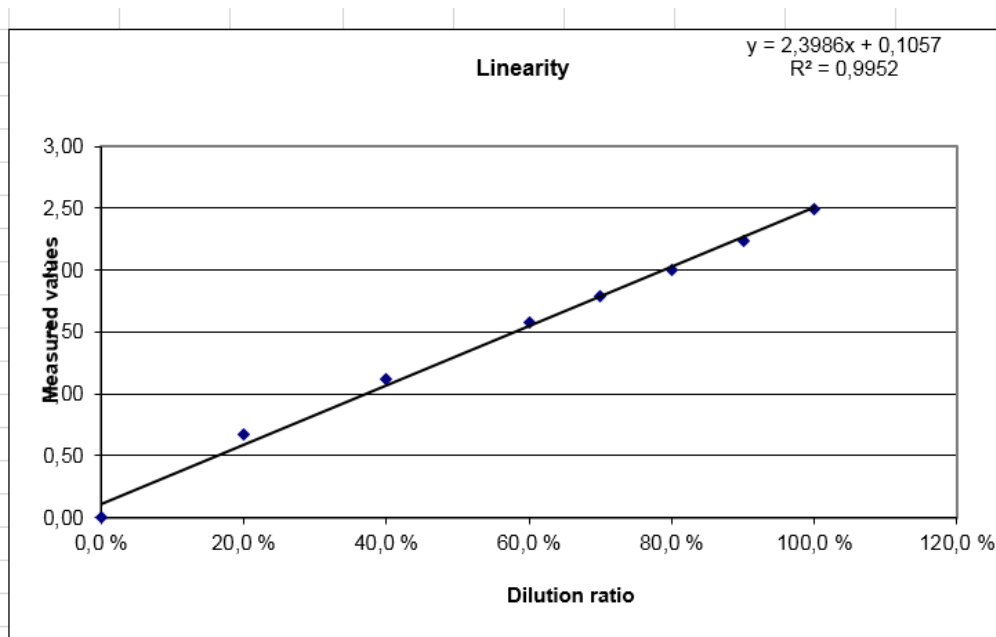


Kuva 12. Graafinen esitys lineaarisesta suorasta; Thermo Fisher Scientific Oy:n Indiko-analysaattorien vertailuajo

Liukset valmistetaan, kuten edellä on mainittu. Jo tehtyjä liuksia voidaan käyttää näihin kolmeen eri osa-alueeseen. Työliukset pitää tehdä joka kerta uudestaan. Tässä käytettiin taulukon 8 mukaan tehtyjä työliuksia. Sekä syötetyt tulokset että niiden laskennat on kuvattu kuvassa 13. Laskentojen pohjalta saatu lineaarisuusikäyrä on kuvassa 14.

Analyst:									
				Instrument: BWB-XP Flame Photometer					
Factor	2,399			Reagent: Litium					
Intercept	0,1057			Sample: Litium					
Percent Dilution	Dil.ratio	Rep 1	Rep 2	Mean	SD	CV%	Predicted	Δ Measured Mean - Predicted	Recovery-% (Mean/Predicted)
0,0 %	0	0	0	0,00	0,000	#DIV/0!	0,11	-0,106	0,0 %
20,0 %	0,2	0,675	0,675	0,68	0,000	0,0 %	0,59	0,090	115,3 %
40,0 %	0,4	1,113	1,116	1,11	0,002	0,2 %	1,07	0,049	104,6 %
60,0 %	0,6	1,573	1,568	1,57	0,004	0,2 %	1,54	0,026	101,7 %
70,0 %	0,7	1,795	1,785	1,79	0,007	0,4 %	1,78	0,005	100,3 %
80,0 %	0,8	2,003	2,003	2,00	0,000	0,0 %	2,02	-0,022	98,9 %
90,0 %	0,9	2,232	2,234	2,23	0,001	0,1 %	2,26	-0,031	98,6 %
100,0 %	1	2,490	2,496	2,49	0,004	0,2 %	2,50	-0,011	99,6 %

Kuva 13. Excel-pohjalle syötetyt lineaarisuusajoista saadut tulokset



Kuva 14. Lineaarisuuskäyrä

4 Laskentapohjan suunnittelu ja laskentapohja

Laskentapohjalla tarkoitetaan määrämuotoon laadittua MS Excel -tiedostoa, jolla käsitellään aina tietyssä vakimuodossa olevaa raakadataa. Raakadatalle tarkoitetaan yleensä saatuja mittaustuloksia. Laskentapohjaa käytetään monien testaustulosten ja tuotannon mittaustulosten käsittelyyn. Erityisesti asiakasarvoihin vaikuttavat laskentapohjat on validoitava ennen niiden käyttöönottoa. Jos ei näihin käytettävää pohjaa validoida, on toisen henkilön kuin pohjan tekijän tarkistettava käytetyt laskut ja kuitattava tarkastus testausdokumentaatioon.

Laskentapohja tehtiin Excel-taulukko-ohjelmalla. Tällä laskentapohjalla on funktioita kuten laskenta, haku, tietokantafunktiot ja soluviittaukset. Laskentapohjan tulee olla lukittu ja sen rakenteen suojattu, jotta käyttäjä pystyy syöttämään dataa vain tiettyihin ennalta määrättyihin soluihin. Taustatietosivu määritettiin sekä kahden ajopäivän tulossivut.

Taustatietosivulle kirjataan seuraavat asiat:

- käytetyt laitteet
- tekijä
- ajopäivät
- ajetut näytteet ja kontrollit lot-tietoineen
- käytetyt kemikaalit valmistaja/ lot /exp -tietoineen
- käytetty vaaka (vaa'an omista dokumenteista saatavilla tieto kalibroinnista ja tarkistuspunnituksista)
- lämpökaapin tiedot ja kuivatukseen käytetyt lämpötilat
- liuostenvalmistuksen aikaiset huoneenlämpötilat sekä happopesun ajankohta ja kuka on tekijä.

Jokaiselle reagenssille annetaan numeroyhdistelmä, joka on tuotteen Lot -numero. Vanhenemispäiväksi merkitään ensimmäisenä vanhenevan kittikomponentin materiaalin vanhenemispäivä. Jos materiaalin vanhenemispäivä on muu kuin kuukauden viimeinen päivä ja vanhenemispäiväksi merkitään edellisen kuukauden viimeinen päivä esimerkiksi 20.02.18 → 31.01.18. Vanhenemispäivä ilmoitetaan muodossa vvvv-kk-pp eli edellisen esimerkin mukaan vanhenemispäiväksi tulee 2018-01-31. Helmikuussa kuukauden viimeisenä päivänä käytetään aina päivää 28 (jolloin ei tarvitse huomioida karkausvuotta).

Mikäli säilyvyysaikaa halutaan lyhentää/pidentää valmistajan antamasta ajasta, lasketaan vanhenemisaika valmistajan ilmoittamasta vanhenemispäivästä. Jos vanhenemispäivämääräksi tulee jokin muu kuin kuukauden viimeinen päivä, noudatetaan yllä mainittua käytäntöä edellisen kuukauden viimeisestä päivästä. Näin pystytään jäljittämään reagenssi jälkeenpäin, jos ilmenee, että kyseisessä tuotteessa on jotain, mikä estää sen toimimisen analysaattoreissa. Taustatietosivun taulukoiden avulla on laskettavissa standardisuoran liuosten konsentraatiot punnittujen kemikaalimäärien perusteella sekä standardisuoran kahden rinnakkaisen tuloksen keskiarvot, kuten kuvassa 15 on esitettyinä. Standardisuoran laskennallisia konsentraatioita käytetään tavoitearvoina standardien mittauksissa konsentraatiot kopioituvat suoraan tulossivulle.

Liuostuotannossa valmistettaville liuksille on määritetty säilyvyysajat, jotka löytyvät tuoterakenteissa olevista valmistuspöytäkirjoista. Säilyvyysajan merkitsemisessä

noudatetaan samaa tapaa kuin lopputuotteissa. Lopputuotteen vanhenemispäiväksi merkitään ensimmäisenä vanhenevan raaka-ainekomponentin vanhenemispäivä. Näin toimitaan, kun käytetään valmiita liuosraaka-aineita. Kuivista jauhemaisista raaka-aineista valmistetuista lopputuotteen vanhenemispäivä määräytyy valmistuksesta. Kuivia jauhemaisia raaka-aineita (suoloja) voidaan käyttää vanhenemispäivänsä loppuun saakka.

Kuusi standardinäytettä ajetaan ensin kahtena rinnakkaisena ja tuloksista lasketaan taustatietosivuilla keskiarvot. Standardinäytteiden tuloksia verrataan tulosvälilehdellä laskennallisiin tavoitearvoihin ja tuloksista piirretään kuvaaja (x = mitattu tulos, y = tavoitearvo).

Mittapisteiden kautta piirretään sovitettu suora, jonka perusteella mitatuille tuloksille lasketaan suoralta uusi konsentraatio ($y = ax+b$, jossa a = kulmakerroin, x = mitattu tulos, b = y -akselin leikkauspiste). Laskettujen konsentraatioiden ja tavoitearvojen perusteella piirretään uusi

kuvaaja, jossa x = tavoitearvo ja y = laskettu konsentraatio. Sfitiä varten lasketaan jokaisesta standardista: $(\text{laskettu kons} - \text{tavoite})^2 / n(\text{std})-2$, näiden arvojen summan neliöjuuri on Sfit, Sfit % taas $\text{Sfit} / (\text{laskettujen std-kons keskiarvo})$. Sfit % kertoo standardisuoran laadun, LI- testauksissa Sfit %:n tulee olla alle 0,8 %.

Varsinaisista näyteajojen tuloksista tulossivulla lasketaan ensin sovitetun suoran kautta laskennalliset tulokset, joita käyttäen lasketaan varsinainen interpoloitu tulos. Interpoloiduissa tuloksissa otetaan huomioon blank-näytteiden tulokset, jotka vähennetään varsinaisista tuloksista. Laskennallisista ja interpoloiduista tuloksista lasketaan keskiarvot, SD:t ja CV %:t. Lopuksi kaikista näytteen keskiarvotuloksista lasketaan kokonaiskeskiarvo, jota verrataan näytteen tavoitearvoon. Tavoitteen ja lopputuloksen väliltä lasketaan poikkeama ja poikkeama %. Liitteessä 3 on koottuna Excel-laskentapohjasta tietoa.

M Li₂CO₃= 0,07389 g/mmol

Päivä 1

std	punnittu g	tilavuus l	c (tavoite) mmol/l
kantaliuos 1	0,0147	0,1	1,99

std	pipetoitu l	tilavuus l	c(tavoite) mmol/l
1	0,005	0,025	0,4
2	0,010	0,025	0,8
3	0,015	0,025	1,2
4	0,020	0,025	1,6
5	0,025	0,025	2,0
6	0,030	0,025	2,4

Kuva 15. Excel-pohjalle tehdyt punnitusmäärät ja konsentraatiot

5 Tulokset

Tulokset on koottuna taulukoihin 10, 11, 12, 13, 14 ja 15 kuvakaappausohjelmalla.

Kuvakaappausohjelma on Snipping Tool/Leikkaustyökalu, jonka avulla voi ottaa kuvakaappauksen tietystä osasta tietokoneen näyttöä tai tuloksista esimerkiksi pdf-tiedostoista.

Toistettavuuden osalta mittaustuloksista näkee, että liekkifotometri mittaa 0,6 mmol/l ISE kalibraattori 2:sta, joka on matala taso mittauksissa (taulukko 10). Saatu tulos poikkeaa määritellystä tasosta, joka on 0,5 mmol/l, joten tulos näyttää korkeampaa tasoa. Tämä voi johtua pipetointivirheestä tai laitteen kalibroinnista. Imutehokin voi vaikuttaa tulokseen: esimerkiksi, jos letku osuu astian reunaan, laite ei saa tarpeeksi nestettä imettyä ja tämä puolestaan vaikuttaa saatuun tulokseen. Korkean tason näyte puolestaan meni niin kuin pitää tulosten osalta. Tulokset on koottuna taulukossa 11. Määrättyihin rajoihin saadut tulokset kuitenkin riittivät.

Taulukko 10. Toistettavuus ISE kalibraattori 2 tulokset

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: sarjan sisäinen
 Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
 Lastest Calibrations:
 11:52 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:53 / 10 Aug 17	std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	1std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	2std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	3std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	4std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	5std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	6std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	7std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	8std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	9std low	0.6

Notes:

Taulukko 11. Toistettavuus ISE kalibraattori 3 tulokset

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: sarjan sisäinen
 Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
 Lastest Calibrations:
 11:42 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:45 / 10 Aug 17	std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	1std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	2std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	3std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	4std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	5std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	6std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	7std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	8std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	9std high	2.0

Notes:

Lineaarisuustestauksessa saatujen tulosten perusteella liekkifotometri mittaa tasoihin nähden korkeampaa tulosta. Taulukossa 12 on esitettyinä pitoisuudet, haluttiin saada. Saatuja tuloksia verrataan taulukossa 13 oleviin lineaarisuuden tuloksiin, jotka nämä poikkeavat toisistaan.

Taulukko 12. Litiumin pitoisuudet

Litium Pitoisuus
0.5 mmol/l
1.00 mmol/l
1.50 mmol/l
1.75 mmol/l
2.0 mmol/l
2.25 mmol/l
2,50 mmol/l

Taulukko 13. Lineaarisuustulokset

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: Lineaarisuus
 Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
 Lastest Calibrations:
 12:17 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2.5 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
12:18 / 10 Aug 17	nolla mmol/l	0.0
12:18 / 10 Aug 17	1 nolla mmol/l	0.0
12:18 / 10 Aug 17	nollaviisi mmol/l	0.6
12:18 / 10 Aug 17	1nollaviisi mmol/l	0.6
12:19 / 10 Aug 17	yksnolla mmol/l	1.1
12:19 / 10 Aug 17	1 yksnolla mmol/l	1.1
12:20 / 10 Aug 17	yksviisi mmol/l	1.6
12:20 / 10 Aug 17	1 yksviisi mmol/l	1.6
12:20 / 10 Aug 17	yksseitsemaviisi mmol/l	1.8
12:20 / 10 Aug 17	yksseitsem-75viisi mmol/l	1.8
12:21 / 10 Aug 17	kaksinolla mmol/l	2.0
12:21 / 10 Aug 17	1 kaksinolla mmol/l	2.0
12:21 / 10 Aug 17	kaksikaksi viisi mmol/l	2.2
12:21 / 10 Aug 17	1 kaksikaksi viisi mmol/l	2.2
12:22 / 10 Aug 17	kaksiviisi nolla mmol/l	2.5
12:22 / 10 Aug 17	1 kaksiviisi nolla mmol/l	2.5

Notes:

Liukuman testauksessa käytettiin nollatasona Diluent Concentrate-liuosta ja itse tehtyä kalibraattori high:ta. Nollatason ajojen perusteella voidaan todeta, ettei liukumaa synny, ja liukuman osalta liekkifotometri toimii hyvin. Taulukossa 14 on koottuna liukuman tulokset nollatason (low) sekä kalibraattorin high'n osalta tulokset on taulukossa 15.

Taulukko 14 Nollatason tulokset

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: Liukuma
 Description:
 Lastest Calibrations:
 11:33 / 11 hein 17 Li-mmol/l: 2.98 .. R2=1.000

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:38 / 11 Jul 17	Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	1Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	2Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	3Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	4Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	5Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	6Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	7Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	8Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	9Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	10Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	11Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	12Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	13Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	14Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	15Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	16Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	17Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	18Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	19Low	0.0

Notes:

Taulukko 15 Kalibraattorin high tulokset

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: Liukuma
 Description:
 Lastest Calibrations:
 11:33 / 11 hein 17 Li-mmol/l: 2.98 .. R2=1.000

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
12:08 / 11 Jul 17	cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	1cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	2cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	3cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	4cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	5cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	6cal high	3.0
12:09 / 11 Jul 17	7cal high	3.0
12:10 / 11 Jul 17	8cal high	3.0
12:10 / 11 Jul 17	9cal high	3.0

Notes:

6 Yhteenveto

Opinnäytetyön tavoitteena oli tutkia, soveltuuko liekkifotometri litiumin testaamiseen, sekä luoda pohja referenssimenetelmien tekemiseen Thermo Fisher scientificissa.

Työn suorittamiseen tehtiin liukuma nollatasolla ja kalibraattori high:lla sekä toistettavuus- ja lineaarisuusajoja. Lisäksi tehtiin suunnitelma laskentapohjan luomiseen. Liukuman osalta tuloksista voidaan havaita, ettei liukumaa tapahdu. Laitte antaa tasaisesti nollatasosta nollaa ja kalibraattori high:n osalta 3 mmol/l, mikä oli vaatimuskin. Toistettavuuden taso vaihteli hieman. ISE kalibraattori 2:n osalta tulokseksi saatiin 0,6 mmol/l vaikka taso olisi pitänyt olla 0,5 mmol/l. ISE kalibraattori 3 antoi hyviä tuloksia. Taso säilyi samana koko ajon vaikka välillä annettiinkin väliin nollaliuosta sekä ISE kalibraattori 2:sta.

Lineaarisuusajoissa oli havaittavissa heilumista tasonäytteiden välissä. Määritellyt pitoisuudet vaihtelivat välillä 0,5-1,75 mmol/l. Alkupään tuloksissa taso oli hivenen korkeampaa kuin lopun tuloksista. Tässä huomattiin tason stabiloituvan ilman heiluntaa, mitä useammin näytteitä ajettiin läpi. Pitoisuudet olivat pieniä, joten osasyynä heiluntaan saattoi olla virtausnopeus ja nesteen määrä, sekä letkun kulma näytekupissa.

Työn aikana opin käyttämään liekkifotometriä hyvin ja laite tuli tutuksi. Löysin uusia asioita, kuinka liekin kanssa toimitaan ja miten paljon pitoisuudet vaikuttavat liekin toimintaan. Yrityksen vastaava ohjaaja puolestaan oli tyytyväinen suoritukseen ja saatuihin tuloksiin. Suoritettujen alustavien tutkimusten jälkeen on vuorossa varsinainen referenssimenetelmän pystytys, siihen vaadittavien ajojen tekeminen, ohjeistuksen laatiminen sekä laskentapohjan loppuun vieminen. Tämä osio tullaan tekemään myöhemmin, ja se on jatko-osa tälle työlle. Referenssimenetelmän tekeminen yrityksessä säästää aikaa ja rahaa.

Lähteet

- 1 Verkkoaineisto: <https://www.thermofisher.com/fi/en/home.html>. Luettu 30.06.2017
- 2 Opetushallitus, a. Laboratorioanalyysit, 5.3.atomiabsorbtiiospektrometria. [wwwsivusto] Verkkoaineisto: http://www03.edu.fi/oppimateriaalit/laboratorio/analyysimenetelmat_5-3_atomiabsorbtiiospektrometria.html. Luettu 20.08.2017
- 3 Verkkoaineisto: http://www.gebooth.com/docs/default-source/bwb-technologies/xp_operator_manual.pdf?sfvrsn=0. Luettu 30.09.2017
- 4 Verkkoaineisto: <http://kappa.ttl.fi/kemikaalikortit/khtml/nfin1109.htm>. Luettu 17.08.2017
- 5 Verkkoaineisto: <http://www.isvet.fi/tiedotteet/natriumkloridi.pdf>. Luettu 17.08.2017
- 6 Verkkoaineisto: https://fi.vwr.com/assetsvc/asset/fi_FI/id/7669664/contents. Luettu 12.10.2017
- 7 Thermo Scientific. KoneLab 20i-analysaattorin valmistajan käyttömanuaali. 2009.
- 8 Juutilainen, J.; Seppälä, K & Lampinen, H. Konelab 20i kliinisen kemian analysaattorin koestus. Kliinlab 6/2000, 96-99
- 9 Verkkoaineisto: <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/98640000>. Luettu 31.05.2017
- 10 Jaarinen Soile, Niiranen Jukka. 2005. Laboratorion analyysitekniikk. Edita: Helsinki.

Liitteessä 1 suunnitelmapohjan luonnoksen OQ- vaiheet.

Toiminnallinen kvalifointi = OQ

QC-1714-OQ BWB-XP liekkifotometri, CML0535

1. Prosessin kuvaus ja laitteen BWB-XP liekkifotometri CML0535 spesifikaatiot
Menetelmä perustuu näytteessä olevien tutkittavien atomien virittämiseen ylemmälle energiatasolle. Atomit pyrkivät palaamaan perusenergiatasolle ja emittoituu valoa, joka rekisteröidään /mitataan litiumia BWB-XP-liekkifotometrillä. Emittoituneen valon määrä on suhteessa näytteessä olevien ionien määrään.

2. Testauksen kuvaus
Testataan laitteen stabiilisuutta liukuman kautta.

3. Testattavat kohdat	Testattu (kuittaus ja pvm) Liitteet	
Litiummittauksen nollataso		
Litiummittauksen toistettavuus		
Litiummittauksen liukuma		

4. Testaussuunnitelma

Liekkifotometri käynnistetään käyttöohjeen mukaisesti.

Litiumin nollataso, toistettavuus ja liukuma sisältyvät kaikki tähän yhteen testaus kokonaisuuteen.

Tehdään liuokset:

Standard High Litiumkarbonaatti (Li_2CO_3) → Punnitaan 0,0147g Li_2CO_3 / 100ml ja lisätään 500 µl HCl nopeuttamaan liukenemistä (2,0 mmol/l)

- Standard Low laimennetaan 019-015 Diluent Concentrate -liuoksesta (1:999 MQ)

Suoritetaan kalibrointi:

- Standard Low Diluent Concentrate 1:999 MQ
- Standard High Litium 2 mmol/l

Nollataso: Mitataan Standard Low 20 rinnakkaista. Tämän jälkeen mitataan ISE std 3.

Toistettavuus: Mitataan ISE kalibraattori 3 980885, liuosta 20 rinnakkaista mittausta.

Liukuma: Toistetaan Standard Low:n mittausta 30 min kuluttua ensimmäisestä mittauksesta.

Jos testaus ei mene hyväksymiskriteereihin, testaus voidaan uusia yhden (1) kerran.

Rinnakkaisten määrä:

20 rinnakkaisella pystyy jo havainnoimaan, alkaako liukumaa esiintyä. 20 rinnakkaista ei myöskään ole liian pitkä sarja testauksen suoritukseen nähden.

5. Tulosten käsittely – näytteiden keräily

Lasketaan toistettavuus, nollataso ja liukuma Excelissä. Raakadata ja laskennat tallennetaan laitteen verkkohakemistoon

(V:\CDX\Production\Diagnostiikka\Yhteiset\Tuotannon_laitteet\BWB_liekkifotometri).

6. Hyväksyntäkriteerit

Toistettavuuden tavoite $\text{Li} \leq 1\%$, nollatason liukuma < alle 2 mmol/l (Valmistajan spesifikaatio laitteelle)

7. Aikataulu ja resurssit

Heinäkuu 2017 Tea Nordberg

Kommentteja
OQ-vaiheesta kirjoitetaan raportti ja hyväksytään Agilessa.
OQ-vaiheen hyväksyy Marja Keurulainen ja Heikki Ryyänen .

Liitteessä 2 on suunnitelmapohjan luonnoksen PQ- vaiheet.

Suorituskyvyn kvalifiointi = PQ

BWB-XP liekkifotometri, CML0535

1. Testaussuunnitelma BWB-XP liekkifotometri CML0535
<p>Sarjansisäinen toisettavuus litiumille:</p> <p>Tavoitteena määrittää tarvittavien rinnakkasten määrä menetelmävertailua varten sekä sallittu ero.</p> <p>Kalibrointi-<u>liuokset</u></p> <p>Standard Low: Laimennetaan 1:999 MQ vedellä 019-015 Diluent Concentrate</p> <p>Standard High (2,0 mmol/l) → Punnitaan 0,0147g Li₂CO₃ / 100ml ja lisätään 500 µl suolahappoa nopeuttamaan liukenemistä</p> <p>Näytteet:</p> <p>ISE kalibraattori 2 980884 [Li 0,5 mmol/l]</p> <p>ISE kalibraattori 3 980885 [Li 2,0 mmol/l]</p> <p>Mittaus: Näytteistä ajetaan 10 rinnakkaista mittausta kolmena sarjana. Jokaiselle sarjalle tehdään oma kalibrointi.</p> <p>Lineaarisuus litiumille:</p> <p>Tehdään laimennussarjat Konelabin lineaarisuuden mukaan, jotta nähdään, pystyykö laite mittaamaan lineaarisesti samalla mittausalueella kuin Konelab. Mitataan kaikki liuokset neljänä rinnakkaisena. Kalibrointi-<u>liuosten</u> yli 5 %:n meneviä liuoksia ei todennäköisesti pystytä mittaamaan, mutta osuus selviää testauksissa.</p> <p>Li-kantaliuos 2,0 mmol/l → laimennukset vähintään 6 tasoa tasaisin välein.</p>

2. Tulosten käsittely
<p>Tulokset syötetään Excel-<u>taulukko</u>on ja tallennetaan laitekansioon V:\CDX\Production\Diagnostiikka\Yhteiset\Tuotannon_laitteet\BWB_liekkifotometri.</p> <p>Tulostaulukot lisätään myös raportin liitteeksi agileen projektin xx alle.</p>

3. Hyväksyntäkriteerit

Laitteen tulee toimia sille tarkoitetulla tavalla.

Sarjan sisäinen toistettavuus $\geq 0,8\%$

Valmistajan manuaalissa ei ole spesifikaatiota lineaarisuusalueelle. Manuaalissa optimi mittausalue yhdenpisteen kalibroinnilla Li 0-2,0 mmol/l ja useamman pisteen kalibroinnilla

Li 0 mmol/l-4,0 mmol/l.

Mittausalue jolla toimitaan LT testauksissa. Li 020 mmol/l- 2,0 mmol/l.

4. Aikataulu ja resurssit

Tea Nordberg 2017/07

5. Raportti

Validointitulokset kootaan yhteen validointikansioon ja kirjoitetut raportit löytyvät verkosta V:\CDX\Production\Diagnostiikka\Yhteiset\Tuotannon_laitteet\BWB_liekkifotometri sekä Agileen projektin xx alle.

Vastuu: Leena Manninen

Laskentapohja

Liitteessä 3 on esiteltyä valmis laskentapohja

ThermoFisher				
SCIENTIFIC				
ISE LI - jäljitettävyyssmittaukset				
A Reference Method for the Determination of Lithium in Serum				
NBS Special Publication 260-63		Standardit: M Li ₂ CO ₃ = 0,073899		
Liekkifotometri:		Päivä 1		
Tekijä:		std	punnittu	
Pvm:		g		
Kantaliuokset tehty:		kantaliuos 1		
Näytteet		std	pipetoitu	
		1	l	
		2		
		3		
		4		
		5		
Kemikaalit		6		
		Standardisuoran ajo, 2		
		std	l	
		1		

Lämpökaappi:			Päivä 2			
			std	punnittu	tilavuus	c (tavoite)
Käytetyt kuivauslämpötilat:				g	l	mmol/l
			kantaliuos 2		0,05	0,00
			std	pipetoitu	tilavuus	c(tavoite)
Käytetyt pipetit:				l	l	mmol/l
			1		0,025	0,00
			2		0,025	0,00
			3		0,025	0,00
			4		0,025	0,00
			5		0,025	0,00
			6		0,025	0,00
Lämpötila liuosten valmistuksessa:						
			Standardisuoran ajo, 2 rinnakkaista:			
	päivä 1	päivä 2				
ennen			std	I	II	ka
jälkeen			1			
			2			
Happopesu tehty astioille:			3			
			4			
			5			
			6			

Päivä 1												
Sample 1				Sample 2				Sample 3				
Ajo 1												
	matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std	
Tavoite								Tavoite				
1				1				1				
2				2				2				
3				3				3				
4				4				4				
5				5				5				
Ajo 2												
	matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std	
1				1				1				
2				2				2				
3				3				3				
4				4				4				
5				5				5				
Ajo 3												
	matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std	
1				1				1				
2				2				2				
3				3				3				
4				4				4				
5				5				5				

Yli 2% edellisestä luvusta eroava tulos muuttuu punaiseksi.



ISE LI - jäljitettävyyssmittaukset

Liekkifotometri:

Tekijä:

Pvm:

Näyte:

Teor. näytteen Li-pitoisuus:

mmol/l
mmol/l
mmol/l

Lisätietoja:

PÄIVÄ 1

Liuos	tavoite	mitattu	laskettu
1	0,00		
2	0,00		
3	0,00		
4	0,00		
5	0,00		
6	0,00		

Sfit

a	b
---	---

(y=ax+b)

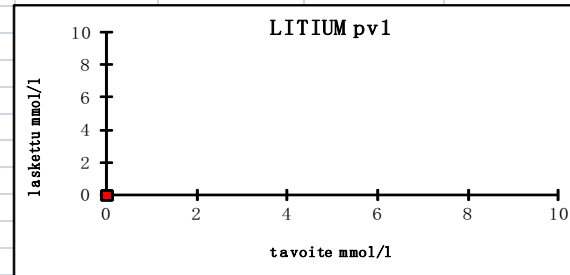
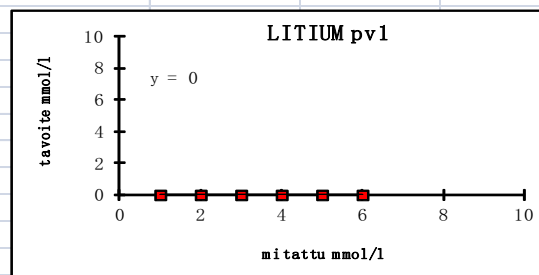
R²

Sfit

Sfit %

Sfit % muuttuu punaiseksi, jos arvo >1%

KAAVA TULOKSEN INTERPOLOINTIIN SUORALTA



- C = näyte mmol/l
- C1 = matala standardi mmol/l (tavoite)
- C2 = korkea standardi mmol/l (tavoite)
- Y = näyte (mitattu) - blank Li
- X1 = matala std (mitattu) - blank Li - blank Na
- X2 = korkea std (mitattu) - blank Li - blank Na

blank Li =

blank Na =

	laskennalliset tulokset			interpol. näyte	laskennalliset tulokset			interpol. näyte	laskennalliset tulokset			interpol. näyte
	matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std		matala std	näyte	korkea std	
Ajo1												
keskiarvo												
SD												
CV %												
Ajo2												
keskiarvo												
SD												
CV %												
	Teoreettinen LI-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%				Teoreettinen LI-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%				Teoreettinen Li-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%			
					Kahden päivän tulokset:				Kahden päivän tulokset:			
	Teoreettinen LI-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%				Teoreettinen LI-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%				Teoreettinen LI-pit. Kokonaiskeskiarvo Poikkeama Poikkeama%			

Liukuman tulokset

Liitteessä 4 on liukuman tulokset yhdeltä ajopäivältä.

ThermoFisher scientific BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg Job/Batch: Liukuma Description: Lastest Calibrations: 11:33 / 11 hein 17

Li-mmol/l: 2.98 .. R2=1.000

Manual Readings:

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg

Job/Batch: Liukuma

Description:

Lastest Calibrations:

11:33 / 11 hein 17

Li-mmol/l:

2.98 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:38 / 11 Jul 17	Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	1Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	2Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	3Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	4Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	5Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	6Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	7Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	8Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	9Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	10Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	11Low	0.0
11:38 / 11 Jul 17	12Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	13Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	14Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	15Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	16Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	17Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	18Low	0.0
11:39 / 11 Jul 17	19Low	0.0

Notes:

Notes:

Report name: ThermoFisher scientific_Tea Nordberg_2017-07-11@11-39-34_Liukuma_Low-19Low.pdf Generated by FP-PC V1.260 - 11:39 / 11 Jul 17, using results obtained from a BWB Flame Photometer.

Toistettavuuden tulokset

Liitteessä 5 on sarjan sisäisen toistettavuuden tulokset.

ThermoFisher scientific BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg Job/Batch: sarjan sisäinen Description: kalibroitu 0.74g / 2 l

Lastest Calibrations: 11:42 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
Job/Batch: sarjan sisäinen
Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
Lastest Calibrations:
11:42 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:		
Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:45 / 10 Aug 17	std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	1std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	2std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	3std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	4std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	5std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	6std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	7std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	8std high	2.0
11:45 / 10 Aug 17	9std high	2.0

Notes:

Notes:

ThermoFisher scientific BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg Job/Batch: sarjan sis inen Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
Lastest Calibrations: 11:42 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
Job/Batch: sarjan sis inen
Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
Lastest Calibrations: 11:52 / 10 elo 17
Li-mmol/l: 2 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
11:53 / 10 Aug 17	std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	1std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	2std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	3std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	4std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	5std low	0.6
11:53 / 10 Aug 17	6std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	7std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	8std low	0.6
11:54 / 10 Aug 17	9std low	0.6

Notes:

Notes:

Lineaarisuuden tulokset

Liitteessä 6 on esiteltyä lineaarisuuden tulokset.

ThermoFisher scientific BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg Job/Batch: Lineaarisuus Description: kalibroitu 0.74g / 2 l

Lastest Calibrations: 12:17 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2.5 .. R2=1.000

Manual Readings:

ThermoFisher scientific

BWB Flame Photometer - Report

FP Serial#: 20120112 (FW-2.27 HW-1.30) on Communications Port: USB1 (COM5)

Operator: Tea Nordberg
 Job/Batch: Lineaarisuus
 Description: kalibroitu 0.74g / 2 l
 Lastest Calibrations:
 12:17 / 10 elo 17 Li-mmol/l: 2.5 .. R2=1.000

Manual Readings:

Time / Date	Sample ID	Li-mmol/l
12:18 / 10 Aug 17	nolla mmol/l	0.0
12:18 / 10 Aug 17	1 nolla mmol/l	0.0
12:18 / 10 Aug 17	nollaviisi mmol/l	0.6
12:18 / 10 Aug 17	1nollaviisi mmol/l	0.6
12:19 / 10 Aug 17	yksnolla mmol/l	1.1
12:19 / 10 Aug 17	1 yksnolla mmol/l	1.1
12:20 / 10 Aug 17	yksviisi mmol/l	1.6
12:20 / 10 Aug 17	1 yksviisi mmol/l	1.6
12:20 / 10 Aug 17	yksseitsem-viisi mmol/l	1.8
12:20 / 10 Aug 17	yksseitsem-75viisi mmol/l	1.8
12:21 / 10 Aug 17	kaksinolla mmol/l	2.0
12:21 / 10 Aug 17	1 kaksinolla mmol/l	2.0
12:21 / 10 Aug 17	kaksikaksiviisi mmol/l	2.2
12:21 / 10 Aug 17	1 kaksikaksiviisi mmol/l	2.2
12:22 / 10 Aug 17	kaksiviisinolla mmol/l	2.5
12:22 / 10 Aug 17	1 kaksiviisinolla mmol/l	2.5

Notes:

Ise kalibraattori 1, 2, 3 ja 4 insert

Liitteessä 7 on kopio Ise kalibraattorin insertistä, joka toimitetaan kaikille tuotteen ostaville asiakkaille.

Page 1 D01653_C_insert_ISE Calibrators_MU.doc

EN v.2.0

Konelab™
ISE CALIBRATORS

REF	ISE Calibrator 1	4 x 400 ml
884031	ISE Calibrator 2 & 3	2 x 20 ml + 2 x 20 ml
884034	ISE Calibrator 4	2 x 20 ml

INTENDED USE

For the in vitro diagnostic use in Konelab analyzers 601, 301, 201 and 20XT1.
The ISE Calibrators 1, 2 & 3 and 4 are intended for calibration of ion selective electrodes for quantitative measurements of K⁺, Na⁺, Cl⁻, ionized Ca²⁺ and pH in serum or plasma or U^r in serum or K⁺ and Na⁺ in urine.

COMPOSITION

NaCl, CH₃COONa, KCl, CaCl₂, MgCl₂, LiCl, buffer and preservative.
These products do not contain any human constituents.

PRECAUTIONS

For in vitro diagnostic use only.
Do not swallow.

HANDLING

Liquid, ready for use.
Use 2 ml of calibrator solutions in cups for the calibration.
Do not store calibrators 2 & 3 and 4 in cups in analyzer more than 1 hour.

It is recommended to do calibration at least once a month and always when electrodes have been replaced or every time a new lot of bottle or bag of ISE Calibrator 1, 2, 3, 4 is used or whenever control results require recalibration.
Note: Check that there are no bubbles in the calibration cups or on the surface of calibrators 2, 3 and 4 when you insert cups into the Konelab analyser.

LIMITATIONS

Do not use any bag or vial that has visible evidence of microbial growth or any damage.

STORAGE AND STABILITY

Reagents in unopened bags or vials are stable at 2...30 °C until the expiration date printed on the label.
After opening ISE Calibrators 2 & 3 and 4 are stable for 18 weeks.

Store ISE Calibrators 2 & 3 and 4 tightly capped when not in use.

After placing ISE Calibrator 1 to analyzer it is usable for 18 weeks.

ASSIGNED VALUES (1)

Concentrations are given in mmol/L.

Ion	ISE Cal 1	ISE Cal 2	ISE Cal 3	ISE Cal 4
K ⁺	4.5 ± 1%	8.0 ± 1%	3.0 ± 1%	150 ± 1%
Na ⁺	140 ± 1%	120 ± 1%	150 ± 1%	50 ± 1%
Ca ²⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
Cl ⁻	101.5 ± 1%	82 ± 1%	108 ± 1%	
Li ⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
pH	7.38 ± 0.02 (37°C)	6.94 ± 0.02 (37°C)	7.38 ± 0.02 (37°C)	

TRACEABILITY

Values of Na⁺ and Cl⁻ are traceable to NIST SRM 919, values of K⁺ are traceable to NIST SRM 918 and values of Li⁺ are traceable to NIST SRM 924.
Ca²⁺ is traceable to JCCRM 321-1.
pH measurement system is calibrated using solutions traceable to the NIST pH scale.

TEST PROCEDURE

More information see Konelab Reference Manual.

QUALITY CONTROL

Available controls:
Ntrol, code 981043
Abtrl, code 981044
Select Ion Low, code 981059
Select Ion Normal, code 981058
Select Ion High, code 981054
It is recommended to use two level controls.
Use quality control samples at least once a day and after each calibration and every time a new bottle or bag of calibrator is used.

BIBLIOGRAPHY

1. Data on file at Thermo Electron Oy.

MANUFACTURER

Thermo Electron Oy
Clinical Chemistry & Automation Systems
Ratatie 2, P.O. Box 100, FI-01521 Vantaa, Finland
Tel. +358 9 329 100, Fax +358 9 3291 0300
www.thermo.com/konelab

Date of revision (yyyy-mm-dd)

2005-09-05

Changes from previous version
Document format changed.



DE v.2.0

Konelab™
ISE CALIBRATORS

REF	ISE Calibrator 1	4 x 400 ml
884031	ISE Calibrator 2 & 3	2 x 20 ml + 2 x 20 ml
884034	ISE Calibrator 4	2 x 20 ml

ANWENDUNGSBEREICH

Zur In-vitro-Diagnostik mit den Konelab-Analysengeräten 601, 301, 201 und 20XT1.

Die ISE-Kalibratoren 1, 2 & 3 und 4 sind zur Kalibrierung von ionenselektiven Elektroden für die quantitative Messung von K⁺, Na⁺, Cl⁻, ionisiertem Calcium [Ca²⁺] und pH in Serum oder Plasma oder U^r in Serum oder K⁺ und Na⁺ in Urin bestimmt.

ZUSAMMENSETZUNG

NaCl, CH₃COONa, KCl, CaCl₂, MgCl₂, LiCl, Puffer und Konservierungsmittel.

Das Produkt enthält keine Bestandteile humanen Ursprungs.

SICHERHEITSSAßNAHMEN

Nur zur In-vitro-Diagnostik.

Nicht schlucken.

HANDHABUNG

Gebrauchsfertige Flüssigkeit.

Für die Kalibrierung je 2 ml Kalibratorlösung in die Probekupps geben.

Kalibratoren 2 & 3 und 4 maximal eine Stunde lang in Probekupps im Analysengerät lassen.

Mindestens einmal monatlich kalibrieren, außerdem nach jedem Einsetzen neuer Elektroden oder jedes Mal, wenn eine neue Charge ISE-Kalibrator 1, 2, 3, 4 verwendet wird und immer wenn die Kontrolleergebnisse eine Rekalibrierung erforderlich machen.
Hinweis: Darauf achten, dass sich in den Gefäßen mit den Kalibratoren oder an der Kalibratoroberfläche 2, 3 und 4 keine Luftblasen befinden, wenn sie in das Konelab-Analysengerät eingesetzt werden.

GRENZEN

Es dürfen keine Beutel oder Phiole mit sichtbarem Anzeichen von Mikrobenwachstum oder sonstigen Beschädigungen verwendet werden.

LAGERUNG UND HALTBARKEIT

In ungeöffneten Phiole sind die Reagenzien bei 2...30 °C bis zum auf dem Etikett angegebenen Verfallsdatum haltbar.
Geöffnete ISE-Kalibratoren 2 & 3 sowie 4 sind 18 Wochen lang haltbar.

ISE-Kalibratoren 2 & 3 sowie 4 bei Nichtgebrauch dicht verschlossen lagern.

Nach dem Einsetzen in das Analysengerät ist der ISE-Kalibrator 1 18 Wochen lang verwendbar.

WERTEBESTIMMUNGEN (1)

Konzentrationsangaben in mmol/L.

Ion	ISE Cal 1	ISE Cal 2	ISE Cal 3	ISE Cal 4
K ⁺	4.5 ± 1%	8.0 ± 1%	3.0 ± 1%	150 ± 1%
Na ⁺	140 ± 1%	120 ± 1%	150 ± 1%	50 ± 1%
Ca ²⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
Cl ⁻	101.5 ± 1%	82 ± 1%	108 ± 1%	
Li ⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
pH	7.38 ± 0.02 (37°C)	6.94 ± 0.02 (37°C)	7.38 ± 0.02 (37°C)	

RÜCKVERFOLGBARKEIT

Die Na⁺- und Cl⁻-Werte sind auf NIST SRM 919 rückführbar; die Werte für K⁺ auf NIST SRM 918 und die für Li⁺ auf NIST SRM 924.
Ca²⁺ ist auf JCCRM 321-1 rückführbar.

Das System zur Bestimmung des pH-Werts wird mit Lösungen kalibriert, die auf die NIST-pH-Skala rückführbar sind.

TESTDURCHFÜHRUNG

Ausführliche Informationen finden Sie im Konelab-Referenzhandbuch.

QUALITÄTSKONTROLLE

Lieferbare Kontrollen:
Ntrol, Code 981043
Abtrl, Code 981044
Select Ion Low / Select Ion Niedrig, Bestellnr. 981059
Select Ion Normal / Select Ion Normal, Bestellnr. 981058
Select Ion High / Select Ion Hoch, Bestellnr. 981054

Es wird empfohlen, zwei Kontrollen unterschiedlicher Konzentration zu verwenden.

Mindestens einmal täglich sowie nach jeder Kalibrierung und bei jeder Verwendung eines neuen Reagenzfläschchens eine Qualitätskontrolle durchführen.

LITERATURHINWEISE

1. Datenbestände der Thermo Electron Oy.

HERSTELLER

Thermo Electron Oy
Clinical Chemistry & Automation Systems
Ratatie 2, P.O. Box 100, FI-01521 Vantaa, Finland
Tel. +358 9 329 100, Fax +358 9 3291 0300
www.thermo.com/konelab

Date of revision (JJJJ-MM-TT)

2005-09-05

Änderungen gegenüber der vorherigen Fassung
Formatänderungen.



FR v.2.0

Konelab™
ISE CALIBRATORS

REF	ISE Calibrator 1	4 x 400 ml
884031	ISE Calibrator 2 & 3	2 x 20 ml + 2 x 20 ml
884034	ISE Calibrator 4	2 x 20 ml

UTILISATION

Pour usage diagnostique in vitro sur les analyseurs Konelab 601, 301, 201 et 20XT1.

Les calibrateurs ISE 1, 2 & 3 et 4 sont destinés au calibrage des électrodes sélectives des ions pour la mesure quantitative des ions K⁺, Na⁺, Cl⁻, Ca²⁺ ionisé et du pH dans le sérum ou le plasma ou U^r dans le sérum ou des ions K⁺ et Na⁺ dans l'urine.

COMPOSITION

NaCl, CH₃COONa, KCl, CaCl₂, MgCl₂, LiCl, tampon et conservateur.

Ces produits ne contiennent aucun composant d'origine humaine.

PRECAUTIONS

Usage diagnostique in vitro uniquement. Ne pas avaler.

PRÉPARATION

Liquide, prêt à l'emploi. Utiliser 2 ml de solutions de calibrage dans les cuvettes pour le calibrage.

Ne pas laisser séjourner les calibrateurs 2 & 3 et 4 dans les cuvettes sur l'analyseur pendant plus d'une heure.

Il est recommandé d'effectuer le calibrage au moins une fois par mois et après chaque remplacement des électrodes ou chaque fois que l'on utilise un nouveau lot de calibrateur ISE 1, 2, 3, 4 ou chaque fois que les résultats des contrôles nécessitent un recalibrage.

Remarque : Contrôler l'absence de bulles dans les cuvettes de calibrage ou à la surface des calibrateurs 2, 3 et 4 lors de l'insertion des cuvettes dans l'analyseur Konelab.

LIMITES

Ne pas utiliser la poche ou le flacon si celui-ci présente des signes visibles de contamination microbienne ou de tout autre dommage.

CONSERVATION ET STABILITÉ

Les réactifs contenus dans les poches ou les flacons scellés sont stables à 2...30 °C jusqu'à la date de péremption figurant sur l'étiquette.

Après ouverture, les calibrateurs ISE 2 & 3 et 4 sont stables pendant 18 semaines.

Conserver les calibrateurs 2 & 3 et 4 hermétiquement fermés lorsqu'ils ne sont pas utilisés.

Une fois installé dans l'analyseur, le calibrateur ISE 1 est utilisable pendant 18 semaines.

VALEURS ATTRIBUÉES (1)

Les concentrations sont indiquées en mmol/L.

Ion	Cal 1 ISE	Cal 2 ISE	Cal 3 ISE	Cal 4 ISE
K ⁺	4.5 ± 1%	8.0 ± 1%	3.0 ± 1%	150 ± 1%
Na ⁺	140 ± 1%	120 ± 1%	150 ± 1%	50 ± 1%
Ca ²⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
Cl ⁻	101.5 ± 1%	82 ± 1%	108 ± 1%	
Li ⁺	1.0 ± 1.5%	0.5 ± 1.5%	2.0 ± 1.5%	
pH	7.38 ± 0.02 (37°C)	6.94 ± 0.02 (37°C)	7.38 ± 0.02 (37°C)	

TRAÇABILITÉ

Les valeurs de Na⁺ et de Cl⁻ sont traçables par rapport à la préparation NIST SRM 919, les valeurs de K⁺ sont traçables par rapport à la préparation NIST SRM 918 et les valeurs de Li⁺ sont traçables par rapport à la préparation NIST SRM 924.

Les valeurs de Ca²⁺ sont traçables par rapport à la préparation JCCRM 321-1.

Le système de mesure du pH est calibré au moyen de solutions traçables par rapport à l'échelle de pH NIST.

PROCÉDURE DE TEST

Pour un complément d'information, se reporter au manuel de référence Konelab.

CONTRÔLE DE QUALITÉ

Contrôles disponibles :
Ntrol, code 981043
Abtrl, code 981044
Select Ion Low / Select Ion bas, code : 981059
Select Ion Normal / Select Ion normal, code : 981058
Select Ion High / Select Ion haut, code : 981054

Il est conseillé d'utiliser deux niveaux de contrôles.

Utiliser les échantillons de contrôle de qualité au moins une fois par jour, après chaque calibrage et chaque fois que l'on entame un nouveau flacon ou une nouvelle poche de calibrage.

BIBLIOGRAPHIE

1. Données disponibles sur fichiers chez Thermo Electron Oy.

FABRICANT

Thermo Electron Oy
Clinical Chemistry & Automation Systems
Ratatie 2, P.O. Box 100, FI-01521 Vantaa, Finland
Tel. +358 9 329 100, télécopie +358 9 3291 0300
www.thermo.com/konelab

Date de révision (aaaa-mm-jj)

2005-09-05

Modifications par rapport à la version précédente
Modification de format du document.

Liitteessä 8 on raportti OQ-vaiheesta



TESTAUSRAPORTTI

Titteli / Osasto	Nimen selvennys	Allekirjoitus/ Päivämäärä tai Agile DHF-C
Tuote specialisti/ R&D	Mirja Kurki	
Laatukemisti/ QARC	Marja Keurulainen	

Versiot			
Versio	Päivämäärä	Tekijä	Päivityksen syy
01	18.1.2018	Tea Nordberg	-

QC-1714-OQ BWB-XP LIEKKIFOTOMETRI, CML0535

Testi: SARJANSISÄINEN TOISTETTAVUUS- JA LIUKUMA LITIUMLLE

1. Yleistä

Suunnitelmanro	DHF-C15975	Raporttinro	
Testausvaihe	<input type="checkbox"/> Feasibility <input checked="" type="checkbox"/> Verifiointi	<input type="checkbox"/> Validointi	<input type="checkbox"/> Muu:
Aikataulu/ Testaaja	2017/10 Tea Nordberg		
Vastuhenkilö	Leena Manninen		
Katselmoinnit	Agile DHF-C tai Review pvm ja katselmoijat		

2. Viitteet ja noudatetut dokumentit

Dokumentti	Tila
BWB-XP Flame Photometer Operator manual	Hyväksytty
Q1-4-1SOP-3 ISE-liuosten_laadunvarmistus-SOP	Hyväksytty

3. Testauksessa käytetyt kemikaalit

Kemikaali	Valmistaja ja koodi:	Testi	Exp	Lot
NaCL	Honeywell/Fluka	Litium	2020-07	H0620
Li ₂ CO ₃	Sigma	Litium	2020-11	WXBB7307V
KCL	Honeywell/Fluka	Litium	2021-04	SZBG3080H

TESTAUSRAPORTTI
4. Testauksen kalibraattori

Yllämainituista kemikaaleista (kohta 3) valmistettu standardisuoran korkein näyte.

5. Testinäytteet

Toistettavuustesti

<u>Nimi:</u>	<u>Valmistaja ja koodi:</u>	<u>Lot</u>	<u>Exp</u>
Ise standard 2	980884	M896	2018-03
Ise standard 3	980885	M897	2018-03

Liukumatesti

<u>Nimi:</u>	<u>Valmistaja</u>	<u>Lot</u>	<u>Exp</u>
Standard High Litiumkarbonaatti (Li ₂ CO ₃)	Sigma Aldrich	WXBB7307V	2020-11
Standard Low laimennetaan Diluent Concentrate-liuoksesta (1:999 MQ)	BWB Technologies UK ltd BWB019-015	S151102DC	2017-11

6. Testauksen analysaattorit

<u>Laitte:</u>	<u>Laitenumero:</u>	<u>Ohjelmaversio:</u>
BWB-XP Liekkifotometri	CML0535	1.260

7. Muut testaukselle oleelliset asiat

Liekkifotometri ei mittaa kalibroinnin yli meneviä näytteitä, joten testi on kalibroitava hieman korkeammalle kuin halutaan testata, että varmasti myös korkea näyte on kalibrointialueella.

8. Testaukseen liittyvät mahdolliset riskit

Testauksessa ei esiintynyt mahdollisiksi riskeiksi listattuja tapahtumia.

9. Testauksen suoritus ja muut testaukselle oleelliset asiat

Testataan käyttöohjeen toimivuus/käytettävyys

Litiumin toistettavuus: Mitattiin ISE Calibrator 2 ja 3 (980884, 980885) liuosta 20 rinnakkaista mittausta.

Toistettavuus mittausta tehtiin suunnitelman mukaisesti, ensin mitattu standard low:ta kymmenen (10) rinnakkaista, tämän jälkeen kaksikymmentä (20) rinnakkaista ISE Calibrator 3:sta niin, että jokaisen mittauksen väliin on annettu standard low:ta.

TESTAUSRAPORTTI
Litiumin liukuma:

Liukuman mittaus tehtiin suunnitelman mukaan, ensin mittaussarja standard low:ta kaksikymmentä (20) rinnakkaista, tämän jälkeen standard high:ta kymmenen (10) rinnakkaista. Kolmenkymmenen (30) minuutin kuluttua, toinen mittaussarja standard low:ta kaksikymmentä (20) rinnakkaista.

10. Tulokset

LIUKUMA						
Analyytti ja näyte	Testiajo	Tulos	sd	Cv%	liukuma	rajat
LI, std low	Alkumittaus n 20	0,5 mmol/l	0	0	-	-
LI, std low	Loppumittaus n20	0,5 mmol/l	0	0	0 mmol/l	< 2 mmol/l
TOISTETTAVUUS						
Analyytti ja näyte	Testiajo	Tulos	sd	Cv%	Tavotearvo	Cv% rajat
LI, ISE Standard 3	n 20	2,0 mmol/l	0	0,0	2,0 mmol/l	≤ 0,8%
Li, ISE Standard 3	n 20	2,0 mmol/l	0	0,0	2,0 mmol/l	≤ 0,8%
Analyytti ja näyte	Testiajo	Tulos	sd	Cv%	Tavotearvo	Cv% rajat
LI, ISE Standard 2	Alkumittaus n 20	0,6 mmol/l	0	0,0	0,5 mmol/l	≤ 0,8%
Li, ISE Standard 2	Loppumittaus n20	0,6 mmol/l	0	0,0	0,5 mmol/l	≤ 0,8%

11. johtopäätökset

Toistettavuus	Hyväksymiskriteeri	Tulos	Täyttää vaatimukset	
			Kyllä	Ei
hajontaprosentti	≤ 0,8%	0,0 %	X	
Liukuma	Hyväksymiskriteeri	Tulos	Täyttää vaatimukset	
			Kyllä	Ei
	Nollatason liukuma < alle 2 mmol/l (Valmistajan spesifikaatio laitteelle)	0,5 mmol/l	X	

Liukuma

Liitiumnäytteellä ei esiintynyt liukumaa, nollataso pysyi samana molemmilla testaussarjoilla.

Toistettavuus:

Litium testauksen toistettavuus on hyvä, hajontaa ei esiintynyt lainkaan vaan sarjojen kaikki tulokset olivat 2,0mmol/l ja hajontaprosentti oli 0,0 %.



TESTAUSRAPORTTI

12. Poikkeamat testaussuunnitelmasta ja/tai työohjeesta Hylätyt testiajokokonaisuudet ja hylkäämisen syyt

Testaus suoritettiin suunnitelman mukaan. Testauksessa ei ollut hylättyjä testikokonaisuuksia.

13. Testauksen tulosten arkistointipaikat

Sähköinen data:

Agile DHF-QC-1316_QC-1714

