

山 西 省 地 方 标 准

DB14/T 2798—2023

检测实验室化学分析法方法验证规范

2023 - 07 - 12 发布

2023 - 10 - 12 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 基本要求 2

5 验证识别和方案编制 3

6 方案实施 3

7 验证报告 5

附录 A（资料性） 实验室内相对标准偏差 6

附录 B（资料性） 方法验证报告内容 7

参考文献 8

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由山西省市场监督管理局提出、组织实施。

山西省市场监督管理局对标准的组织实施情况进行监督检查。

本文件由山西省认证认可和检验检测监管标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：山西省检验检测中心（山西省标准计量技术研究院）。

本文件主要起草人：田小鹏、李慧青、王冠英、杨美玲、何婧芳、白云飞、刘菲菲、成斌、郭沐昀、武喜明。

检测实验室化学分析法方法验证规范

1 范围

本文件规定了检测实验室化学分析法方法验证的相关术语和定义、基本要求、验证识别、方案编制、方案实施和验证报告等。

本文件适用于山西省辖区内检测实验室首次使用标准，或标准在使用过程中涉及到检测方法原理、仪器设施、操作方法等发生变更时开展的化学分析法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

GB/T 32467-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制术语及定义

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

化学分析法 methods of chemical analysis

化学分析法是以物质的化学反应及其计量关系为基础的分析方法，又称经典化学分析法，主要有重量分析（称重分析）和滴定分析（容量分析）法。

注：化学分析法通常用于测定常量组分。

[来源：《分析化学 第6版 上册》]

3.2

方法验证 verification of methods

实验室通过核查，提供客观有效证据证明满足检测方法规定的要求。

[来源：GB/T 27417-2017，3.2]

3.3

选择性 selectivity

测量系统按规定的测量程序使用并提供一个或多个被测量的测得的量值时，每个被测量的值与其他被测量或所研究的现象、物体或物质中的其他量无关的特性。

[来源：GB/T 27417-2017，3.11]

3.4

方法检出限 method detection limit; MDL

通过分析方法全部检测过程后（包括样品预处理），目标分析物产生的信号能以一定的置信度区别于空白样品而被检测出来的最低浓度或含量。

[来源：GB/T 32467-2015，9.20]

3.5

正确度 trueness

无穷多次重复测量所得测量值的平均值与一个参考量值间的一致程度。

[来源：GB/T 27417-2017，3.23]

3.6

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的量值间的一致程度。

[来源：GB/T 27417-2017，3.15]

4 基本要求

4.1 方法验证的原则

方法验证过程或活动参与人员应该独立完成验证工作，验证的内容应完整、准确。

4.2 方法验证的对象

方法验证适用于现行有效的国际标准、区域标准、国家标准、行业标准、地方标准，以及国家部委发布的规范性文件等。

4.3 方法验证的程序

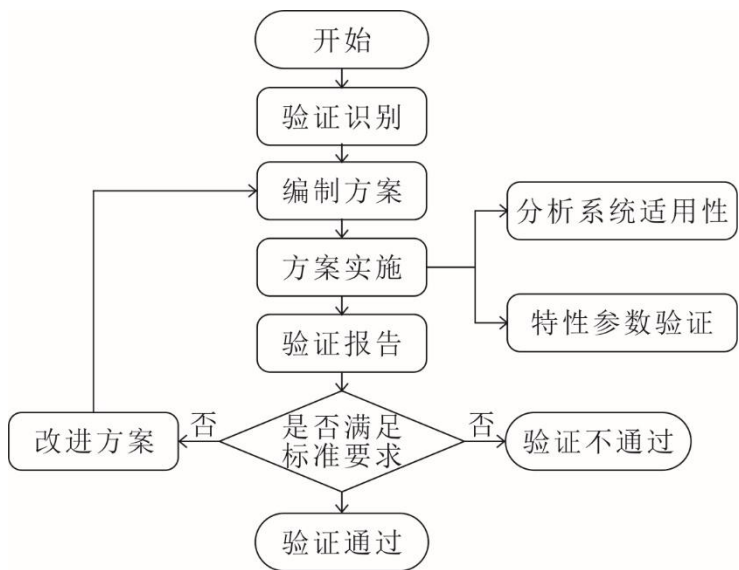


图1 化学分析法方法验证程序

5 验证识别和方案编制

5.1 验证识别

对需验证的标准方法进行识别，主要包括：方法是否现行有效、可采用的分析方法、资源配置要求、方法特性参数等。

5.2 方案编制

依据相关规范性文件和所需验证的标准方法，编写验证方案。方案的主要内容包括：标准内容及适用范围、方法原理、试剂和材料、仪器设备、样品前处理、特性参数等。

6 方案实施

6.1 分析系统适应性

6.1.1 人员

- a) 所有可能影响实验室活动的人员应行为公正，并按照实验室管理体系要求工作；
- b) 实验室应确保相关人员具备其开展实验室活动的能力，以及评估偏离影响程度的能力；
- c) 承担化学检测的人员开展工作前，应经过包括基础理论知识、检测方法、质量控制方法以及仪器设备原理、操作和维护等方面的知识培训，并经能力确认和授权。

6.1.2 材料与设备

- a) 材料与设备的配置应满足标准要求，包括但不限于：测量仪器、软件、测量标准、标准物质、试剂、消耗品或辅助装置；
- b) 设备在投入使用前，应检定或校准并确认，以确认其是否满足检测要求；

- c) 实验室根据仪器设备的特性、使用频率进行期间核查，以确认其是否持续满足检测要求。

6.1.3 设施与环境

- a) 实验室应确保其工作环境满足检测的要求；
- b) 实验室应控制环境风险和检测人员健康风险。

6.2 特性参数验证

6.2.1 选择性

- 6.2.1.1 对于化学分析法，一般情况下具有一定的选择性；
- 6.2.1.2 在有干扰的情况下，如基质成分、代谢物、降解产物、内源性物质等，可联合使用但不限于下述方法检查干扰：
 - a) 在代表性空白样品中添加一定浓度的有可能干扰分析物定性和（或）定量的物质；
 - b) 在标准品中加入一定量的、实际样品中可能存在的杂质，考察目标物是否受到杂质的干扰。

6.2.2 检出限

- 6.2.2.1 滴定分析法的检出限一般根据所用的滴定管产生的最小液滴的体积来计算，可通过式（1）计算：

$$MDL = k\lambda \frac{\rho V_0 M_1}{M_0 V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：MDL—方法检出限，g/ml；
λ—被测组分与滴定液的摩尔比；
ρ—滴定液的质量浓度，g/ml；
V₀—滴定管所产生的最小液滴体积，ml；
M₀—滴定液的摩尔质量，g/mol；
V₁—被测组分的取样体积，ml；
M₁—被测项目的摩尔质量，g/mol；
k—当为一次滴定时，k=1；当为反滴定或间接滴定时，k=2。

- 6.2.2.2 重量分析法检出限应根据天平感量、检测样品体积或质量等相关因素试验得出。

6.2.3 正确度

- 正确度可通过以下方法验证：
- a) 标准物质分析法，用有证标准物质进行重复性分析，重复检测结果的平均值与有证标准物质的标准值之差应满足要求。
 - b) 若有证标准物质无法获得，可采用回收率测定法，回收率应满足要求。

6.2.4 精密度

- 6.2.4.1 精密度一般可采用相对标准偏差、允差、重复性限（r）、再现性限（R）等评估：
 - a) 在检测范围内选择低、中、高三个适当浓度或含量的样品进行测定，取样检测次数应不少于 6 次，根据测定结果计算所得的相对标准偏差应满足标准要求。
 - b) 平行测定结果的绝对差值应满足标准要求。

- c) 测定结果应满足标准要求的重复性限 (r) 和再现性限 (R)。
- 6.2.4.2 若标准中无精密度要求, 其重复测定的相对标准偏差可参考附录 A 的要求。
- 6.2.5 根据所验证标准方法的要求, 验证其他特性参数。

7 验证报告

- 7.1 依据相关规范性文件、所验证的标准方法和验证方案, 对验证过程中所得的数据进行分析, 撰写验证报告 (见附录 B), 通过方法验证确认实验室是否有能力按照标准方法开展检测活动:
 - a) 经验证符合标准方法要求, 则验证通过, 实验室有能力按照标准方法开展检测活动;
 - b) 经验证不符合标准方法要求, 需改进方案重新验证, 仍不满足要求, 则验证不通过, 实验室不能按照标准方法开展检测活动。
- 7.2 实验室应安排专人统一负责归档保存验证记录, 以备查阅。

附 录 A
(资料性)
实验室内相对标准偏差

实验室内相对标准偏差见表A. 1。

表 A. 1 实验室内相对标准偏差

被测组分含量/%	相对标准偏差/%
1	2.7
10	1.9
100	1.3

本表参考GB/T 27404-2008附录F. 2。

附 录 B
(资料性)
方法验证报告内容

化学分析法方法验证报告包括但不限于以下内容：

- a) 标准方法名称及编号；
- b) 验证人员；
- c) 标准物质（适用时）；
- d) 设备设施；
- e) 环境条件；
- f) 特性参数试验及分析；
- g) 验证结论（详述是否满足标准方法要求）；
- h) 审核人和批准人的签名、日期。

参 考 文 献

- [1] 武汉大学. 分析化学（第六版 上册）[M]. 北京: 高等教育出版社. 2016.
 - [2] GB/T 27025-2019 检验和校准实验室能力的通用要求
 - [3] GB/T 32465-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求
 - [4] HJ 168-2020 环境监测分析方法标准制订技术导则
 - [5] RB/T 214-2017 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求
-