ICS 03.120.10
CCS A 01

DB14

山 西 省 地 方 标 准

DB14/T 2797—2023

检测实验室化学分析法方法确认规范

2023－07－12 发布　　2023－10－12 实施

山西省市场监督管理局　　发 布

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 3
5 确认识别和方案编制 3
6 方案实施 4
7 确认报告 5
附录 A（资料性）　实验室内相对标准偏差 6
附录 B（资料性）　方法确认报告内容 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、杨美玲、何婧芳、刘菲菲、王冠英、李慧青、白云飞、成斌、郭沐昀、武喜明。

检测实验室化学分析法方法确认规范

1 范围

本文件规定了检测实验室化学分析法方法确认的相关术语和定义、基本要求、确认识别、方案编制、方案实施和确认报告等。

本文件适用于山西省辖区内各检测实验室开展化学分析法方法确认。

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

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

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

实验室内方法确认 in-house method validation

在一个实验室内，在合理的时间间隔内，用一种方法在预定条件下对相同或不同样品进行的分析试验，以证明特定检测方法满足预期的用途。

［来源：GB/T 27417-2017，3.3］

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

测量范围 measuring range

在规定条件下，由具有一定的仪器的测量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。

［来源：GB/T 27417-2017，3.17］

3.5

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］

3.6

定量限 limit of quantification；LOQ

指样品中的目标物能够被定量检测的最低浓度或最低量，其测定结果需要一定的正确度和精密度做保证。

［来源：GB/T 27417-2017，3.14］

3.7

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］

3.8

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］

3.9

稳健度 ruggedness

实验条件变化对分析方法的影响程度。

注：这些条件在方法中规定，或根据规定稍加改动，包括样品种类、基质、保存条件、环境或样品制备条件等。所有在实践中可能影响分析结果的实验条件（例如：试剂稳定性、样品组成、pH、温度等）的任何变化都应当指

明。

［来源：GB/T 27417-2017，3.26］

3.10

测量不确定度 measurement uncertainty

根据所用到的信息，表征赋予被测量值分散性的非负参数。

［来源：JJF 1059.1-2012，3.12］

4 基本要求

4.1 方法确认的原则

方法确认过程或活动参与人员应该独立完成确认工作，确认的内容应完整、准确。

4.2 方法确认的对象

方法确认适用于非标准方法，包括由知名的技术组织或有关科学书籍和期刊公布的，或由仪器设备制造商指定的方法、实验室制定的方法，实验室扩充和修改后的标准方法。

4.3 方法确认的程序

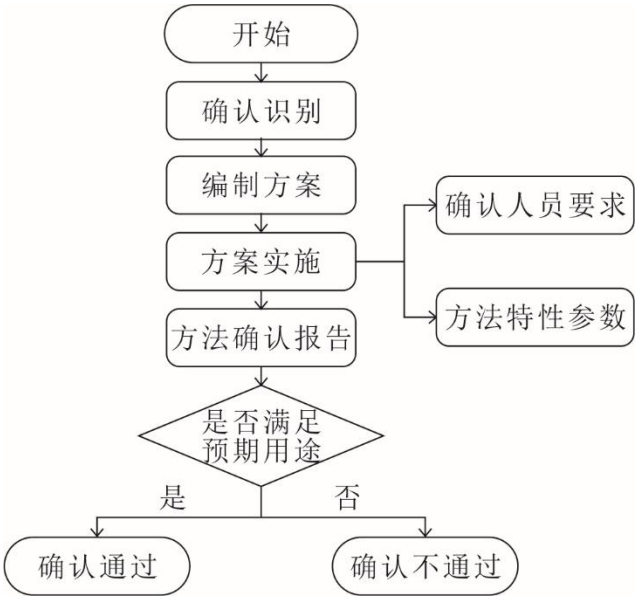

图 1 化学分析法方法确认程序

5 确认识别和方案编制

5.1 确认识别

对需要确认的方法进行识别，主要内容包括：需满足的预期用途、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

依据需要确认的方法编制方案，主要内容包括：适用对象、方法原理、试剂和材料、仪器设备、方法确认需进行确认的特性参数。

6 方案实施

6.1 方法确认人员要求

6.1.1 承担方法确认的人员应行为公正，并按照实验室管理体系要求工作。

6.1.2 参加方法确认的人员应具备相应能力。

6.1.3 承担方法确认的人员开展工作前，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。

6.2 特性参数确认

6.2.1 选择性

对于化学分析方法，一般情况下具有一定的选择性；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，需检查干扰。实验室可联合使用但不限于下述方法检查干扰：

a) 分析 6-10 次的代表性空白样品，检查是否对目标分析物有干扰；

b) 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；

c) 在标准物质中加入一定量的、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 测量范围

6.2.2.1 方法确认测量范围应关注最低浓度水平（定量限）、关注浓度水平和最高浓度水平。

6.2.2.2 方法确认的测量范围需根据产品标准或技术标准等的要求确定测量范围是否满足要求，并对其精密度和正确度进行试验。

6.2.3 检出限

6.2.3.1 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：

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

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；

V_0—滴定管所产生的最小液滴体积，ml；

M_0—滴定液的摩尔质量，g/mol；

V_1—被测组分的取样体积，ml；

M_1—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。

6.2.3.2 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。

6.2.4 定量限

实验室一般取3~10倍检出限作为方法的定量限。

6.2.5 正确度

正确度可通过以下方法进行确认：

a) 标准物质分析法，用与基质匹配且浓度相近的有证标准物质进行重复分析（6-10 次），重复检测的平均值应参考其标准值。

b) 回收率测定法，将已知浓度的分析物加到样品中，按照预定的分析方法进行检测，测得的实际浓度减去原先未添加分析物时样品的测定浓度并除以所添加浓度的百分率即可得到回收率。

c) 参加实验室间比对或与经典方法、公认方法进行比对，评价检测结果是否存在显著性差异，可采用 t 值检验法或 En 值法。

6.2.6 精密度

6.2.6.1 精密度的确认包括重复性和再现性，一般可采用相对标准偏差、允差、重复性限（r）、再现性限（R）等来评估：

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方法要求。

b) 平行测定结果的绝对差值应满足方法要求。

c) 测量结果应满足方法要求的重复性限（r）和再现性限（R）。

6.2.6.2 若方法中对精密度没有要求，则用相对标准偏差表示，不同浓度或含量样品的实验室内相对标准偏差值可参考附录 A 的要求。

6.2.7 稳健度

按GB/T 27417-2017的5.7进行。

6.2.8 测量不确定度

按JJF 1059.1-2012进行。

6.2.9 根据需确认方法的要求，确认其他特性参数。

7 确认报告

7.1 按照确认方案，对方法确认过程中所得的数据进行分析，撰写方法确认报告（见附录 B），通过数据分析结果判定该方法是否可以满足特定的预期用途或应用。

a) 经确认可以满足特定的预期用途或应用，则确认通过；

b) 经确认不能满足特定的预期用途或应用，则确认不通过。

7.2 实验室应安排专人统一负责归档保存确认记录，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）
方法确认报告内容

化学分析法方法确认报告包括但不限于以下内容：

a) 方法名称和唯一性编号；
b) 适用范围；
c) 确认人员的资格；
d) 标准物质（适用时）；
e) 特性参数试验及分析；
f) 确认结论（详述是否满足预期用途或应用）；
g) 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] HJ 168-2020 环境监测分析方法标准制订技术导则
[4] 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