

山 西 省 长 治 市 地 方 标 准

DB 1404/T 18—2021

检验检测实验室仪器分析方法验证要求 光谱法

2021-11-10 发布

2021-12-10 实施

长治市市场监督管理局 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 要求·····	2
5 特性参数·····	3
6 撰写验证报告·····	4
附录 A（资料性）方法验证记录表 ·····	5

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。

本文件由长治市市场监督管理局提出并监督实施。

本文件由长治市实验室标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：长治市综合检验检测中心。

本文件主要起草人：刘伟、张琪、李慧青、武曦、苏佳丽、邵慧芳、吴素玲。

检验检测实验室仪器分析方法验证要求光谱法

1 范围

本文件规定了检验检测实验室仪器分析方法验证要求 光谱法的要求、特性参数及撰写验证报告。

本文件适用于检验检测机构开展原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法的方法验证。

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 27417-2017 合格评定化学分析方法确认和验证指南

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

标准

通过标准化活动，按照规定的程序，经协商一致制定，为各种活动或其结果提供规则、指南或特性，共同使用和重复使用的文件。

[来源：GB/T 20000.1—2014，5.3]

3.2

方法验证

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

仪器分析法

仪器分析法，也称为现代分析法，是以物质的物理组成或物理化学性质为基础，探求这些性质在分析过程中所产生分析信号与被分析物质组成的内在关系和规律，进而对其进行定性、定量、进行形态和结构分析的一类测定方法，常会用到各种比较贵重、精密的分析仪器。

3.4

选择性

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：ISO/IEC指南99—2007，4.13]

3.5

定量限

样品中被测组分能被定量测定的最低浓度或最低量，此分析结果应能确保一定的正确度和精密度。

[来源：GB/T 27417-2017，3.14]

3.6

原子吸收光谱法

原子吸收光谱法(AAS)又称原子吸收分光光度法，是利用被测元素基态原子蒸气对其共振辐射线的吸收特性进行元素定量分析的方法。

3.7

原子荧光光谱法

原子荧光光谱法(AFS)是利用原子荧光谱线的波长和强度进行物质的定性及定量分析方法。

3.8

电感耦合等离子体发射光谱法

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)是以等离子体为激发光源的原子发射光谱分析方法，可进行多元素的同时测定。

4 要求

4.1 方法验证的依据

检验检测实验室仪器分析方法验证应依据：

- a) 所验证的标准方法；
- b) 验证内容应根据检查项目的要求，结合所采用分析方法的特点确定；
- c) 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求；
- d) 政府行业管理部门的特殊要求。

4.2 人员

检验检测实验室参加实验活动的人员应满足以下要求：

- a) 检测人员应接受过包括检测方法、质量控制方法以及有关化学安全和防护、救护知识的培训并保留相关记录。操作光谱分析仪器或相关设备的人员还应接受过涉及仪器原理、操作和维护等方面知识的专门培训，掌握相关的知识和专业技能；
- b) 实验室应确保与检测相关的技术人员能力；
- c) 只有经过技术能力评价确认满足要求的人员才能授权其独立从事检测活动。对从事化学领域方法开发、修改、验证和确认的人员的授权，至少应授权到相应的检测技术。实验室应定期评价被授权人员的持续能力。评价记录和授权记录应予以保存。

4.3 设备与材料

检验检测实验室仪器分析方法验证过程中涉及到的设备和材料应满足以下要求：

- a) 设备在投入使用前，应核查、检定或校准，确保在有效期内，并确认其功能应处于正常状态；
- b) 对标准方法所需的并影响检测结果的材料或设备进行验证，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。

4.4 设施与环境

实验室要确保其工作环境满足检验检测的要求。当环境条件不利于检验检测的开展时，应停止检验检测活动。标准方法或者技术规范对环境条件有要求时或环境条件影响检验检测结果时，实验室应通过监测、控制、记录环境条件，然后与标准方法进行对比，以确认其是否满足检测标准规定的要求。

5 特性参数

5.1 选择性

一般情况下，分析方法在没有重大干扰的情况下应具有一定的选择性。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，需检测或排除干扰，保证检测结果的准确性。

5.2 检出限

检出限是前处理方法和检测方法检出能力的集合，是分析方法可以在样品中检测到目标物的最低浓度或最小量。检出限的计算和表达方法较多，包括空白标准偏差法、信噪比法、逐步稀释法、目视评估法等。在光谱分析中，检出限一般是该方法的空白溶液7次以上标准偏差(SD)的3倍所对应的浓度；或者以扣除空白值后，吸光度为0.01相对应的浓度为检出限。

5.3 定量限

定量限体现了分析方法灵敏定量检测的能力。主要从其可信性考虑，如测试是否是基于法规要求、目标测量不确定度和可接受准则等。在光谱分析中，方法检出限一般是该方法的空白溶液7次以上标准偏差(SD)的10倍所对应的浓度。

5.4 线性及校准

5.4.1 当检测方法文本中给出了方法的线性范围时，实验室应直接使用。当方法文本中未给出方法的线性范围时，实验室应考察方法的线性范围。如果在实际的检测工作中不需要方法更宽的线性范围时，实验室只需给出方法线性范围大于检测所需范围的结论。

5.4.2 根据线性范围，确定校准曲线的工作范围，尽量满足如下要求：

- a) 校准曲线工作范围内设置至少6个校准点（包括空白或一个低浓度校准点），浓度范围尽可能覆盖一个或多个数量级；
- b) 线性回归方程的相关系数以方法标准规定为准；若无规定，对于定量分析方法，相关系数不低于0.99。

5.5 正确度

验证正确度的一般方法如下：

- a) 使用有证标准样品进行正确度分析，重复检测的平均值与接受参考值的偏差不得超过 $\pm 10\%$ ；
- b) 结合回收率进行正确度的验证。利用样品的基质匹配且浓度相近的有证标准物质进行测定。若有证标准物质无法获得，应研究替代物回收率，一般可采用空白样品加标回收或待测样品加标回收。好

的回收率是分析方法准确的必要但非充分条件，即一个准确的分析方法必有有满意的回收结果，反之，在某些特殊的情况下，满意的回收率也不一定能推断测定结果是绝对准确的。方法回收率的偏差范围可参照GB/T 27417-2017中5.5进行评价；

c) 参加能力验证计划、与经典的方法或公认的方法进行比对等。

5.6 精密度

精密度包括重复性和再现性，一般用相对标准偏差表示，在工作曲线范围内选择低、中、高三个适当的浓度点进行测定，取样检测次数应不少于6次，计算相对标准偏差。

5.7 测量不确定度

5.7.1 应针对每一个检测方法编制测量不确定度评定作业指导书，用于测量不确定度评定。

5.7.2 按照作业指导书的要求评定测量不确定度。

5.7.3 实验室应建立重复评定测量不确定度的程序及测量不确定度运用到质量控制中的方法。

6 撰写验证报告

按照标准方法或规范性文件和验证方案，对验证识别过程中所得的数据进行分析，撰写验证报告（见附录A），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。

附 录 A

(资料性)

方法验证记录表

表 A.1 提出了方法验证记录表的信息内容。

表 A.1 方法验证记录表

方法名称			
验证人		验证时间	
方法使用人员的培训考核情况以及能力确认			
设备确认			
检测环境条件确认			
检测样品确认 (包括制备)			
采用的验证技术			
验证结论			
技术负责人意见			
备注			