

检测实验室化学分析方法验证

俞耀坪¹ 赵娅萍²

浙江杭康检测技术有限公司 浙江杭州 310000

摘要:近年来,我国的实验室检测工作有了很大进展,对检验检测机构而言,这仅仅是阶段性工作的结束,重要的是应用新方法完成客户委托,并能用新方法出具检测报告。鉴于检测实验室开展方法验证比较频繁,且其在实验室内部质量管理中发挥着重要作用,本文首先对化学分析方法验证和方法确认的步骤进行介绍,其次探讨化学分析方法的验证以及确认的技术参数,最后就方法验证的内容进行研究,以供参考。

关键词:检测实验室;化学分析;方法

引言:

鉴于检测实验室开展方法验证比较频繁,且其在实验室内部质量管理中发挥着重要作用,本文单独对方法验证进行了系统性说明,旨在为实验室进行化学分析方法验证提供参考,进而提高实验室检测结果的准确性和可靠性^[1]。

1 化学分析方法验证和方法确认的步骤

1.1 方法验证的步骤

在进行检测和验证的过程中,实验室首先要对其标准进行认真的分析。同时,对在实验室里的相关人员所用到的设备设施、相关材料等进行综合的评估。确保实验室的工作人员及设备设施都是符合检测工作的要求,可以确保检测结果的准确性。经过评判之后,确保条件都可以得到满足,还需要验证实验室是否具有检测等相关技术能力,化学实验室工作人员技术参数是否能够达到所规定的要求与标准。如果检测标准发生变化,那么就要对新的标准进行仔细的评估。如果在进行检验的过程中只是发现新的标准技术上只是名称格式上面发生变化的话,就可以直接通过技术的评审,然后在通过实验室技术审核技术验证就可以了。但是如果在进行检测的过程中,发现其中的大部分内容都与原先的内容有着很大的改变,那么实验室就要对其进行严格的审查,每一项内容就要进行严格的把控,使其可以符合国家的标准。

1.2 方法确认的步骤

实验室需要非标准方法的时候,需要进行试验,确定检测方法的工艺路线以及各个工艺参数,如果是定量检测还需要测量不确定度,当工艺路线以及工艺数据决定之后,还需要通过标准物质,或与经典方法比较,按照规范完成非标准方法的文本制定,通过技术审批,在使用之前还需要通知客户,在非标准方法的技术确认之

后,除了方法标准曲线之外,还应该完成方法的特异性评价。非标准方法在使用之后若在工艺方面需要改善,也同样关涉非标准方法的更改,这就需要实验室重新依据新的非标准方法确认的流程完成确认工作,在新的非标准文本中对更改的技术路线以及数据做出修改,通过工艺审查并通知客户。

2 化学分析方法的验证以及确认的技术参数

化学检测的对象就是研究的目标化合物依据化学性质可以分为禁用物、限用物以及可用物这三种,所以在对化学检测方法进行验证以及确证的时候制定有关技术标准的实验方法以及结果评价的时候,需要考虑这三种物质的不一样的性质进行操作,国际有的技术组织针对化学检测实验室的方法验证以及确证都提出了有关的技术标准,从方法验证以及确认数据的合理性以及有效性论证角度看,化学检测方法验证的技术标准需要进行方法的特异性等不确定度的确认。实验室在使用非标准方法的时候,需要对使用方法的特异性进行确认,因为仅基于色谱研究的工艺方法不可以准确区分相同的分子量的物质,对于可以精确定量检测的方法需要确证检测结果的精确性,防止异构体结果的误判,所以需要按照待测物的化学结构数据来满足方法的特异性。方法的特异性需要使用下面的方法:第一,气相色谱研究结果再用气相色谱质谱研究技术确认。第二,液相色谱研究结果再用液相色谱质谱研究工艺证实。第三,免疫以及色谱研究结果再用色相色谱质谱研究工艺证实。第四,色相色谱研究结果再用红外光谱研究工艺证实。第五,液相色谱研究结果再使用免疫层研究工艺证实。实验室使用的非标准方法需要具有对测试过程可影响检测结果因素的抗干扰能力,当测试条件出现了很小的变化的时候,方法可以有着一定的保持测试结果不受影响的耐受

程度,方法的技术条件需要满足最大的变动影响,并且设施、操作流程需要具有很大的通用性,不宜具有严格的标准^[2]。

3 化学方法验证的内容分析

3.1 人员识别

承担化学检测的人员开展工作前,应经过包括检测方法、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,并经能力评价和授权。

3.2 设备的配置

实验室设备是影响检测结果的重要因素,其标准的符合程度、测量准确度、稳定性等都会直接决定检测结果的准确性,例如:在某年度实验室参加的电气产品绕组温升测试能力验证活动中,某实验室就因为所使用的电源试验电压偏差大于3%,造成其能力验证试验结果出现了偏离^[3]。因此,在能力验证开始前,需对设备的参数、精度、测量范围、量值溯源情况等内容进行核查,确保满足能力验证试验要求。

3.3 环境识别

实验室应控制环境风险和检测人员健康风险,保证检测过程中产生的有毒有害气体和危险废弃物得到有效处置,配置防护面具、护目镜、手套等。标准对环境条件有要求时,实验室应监测、控制、记录环境条件,然后与标准对比,以确认是否满足检测标准规定。

3.4 界定化工材料性质

化工生产具有一定的特殊性和危险性,因此在环境方面有着较高要求,不但要对化工材料成分进行分析判断,也要在材料属性上进行准确判定。对于传统的化学分析法来说,其对于材料成分的界定是较为粗放的,无论是科学性还是准确性都无法满足要求,因此需要借助专业的高精度仪器来对化工材料性质进行深度界定。在仪器分析法中,能够对化工材料的特点和成分进行拆分分析,以传统化学分析方法,配合精仪器来检测材料的微观成分与性质,从而保证操作人员能够对材料特质进行整体把握,并形成科学性较高的全面报告^[4]。另外,检测仪器的选择也是材料检测工作的重点,对此要以材料实际特点为基础,同时考虑其是否存在特殊属性,从而针对性地选择检测仪器。总而言之,在化工生产过程中,材料属性的判断至关重要,如果只是简单进行材料初步评估,无法将其生产中的化学反应关系从根本上揭示出来。因此在实际中应用化学分析方法至关重要,是对化工材料能够具有预期产出的关键保障。

3.5 方法技术性能参数验证

3.5.1 选择性

选择性是指分析方法能够将待测目标物和其他杂质(尤其是对检测结果有干扰的杂质)分开的特性,也称为特异性。对于纯度检测,可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;对于过程跟踪检测,可用反应体系样品来考察有无其他的杂质干扰。

3.5.2 方法校准曲线

在进行化学测验实验室方法校准曲线的过程中,其中检测的具体内容有很多。至少包含五个检测点,筛选方法的相关系数不可以低于0.98。这相较于确认方法来讲会显得略微宽松,确认方法在进行验证的过程中,其中的线性回归方程的系数不能够低于0.99^[5]。

3.5.3 方法准确度

准确度是指测量值与真值间的一致程度。测量结果的准确度由正确度和精密度两个指标进行表征。(1)正确度。正确度是无限多次重复测量结果的平均值与参考量值间的接近程度,反映分析方法存在的系统误差的大小。对正确度的验证一般采用两种方式:一种是用标准方法测定有证标准物质,将所得结果与证书上的参考值进行比较;另一种是加标回收的方法,通常选择实际样品,最好能进行低、中、高三个浓度水平的加标实验,然后计算回收率。(2)精密度。精密度是在规定条件下所获得的独立测量结果之间的一致程度,反映分析方法存在的随机误差的大小。测定精密度时需选择低、中、高三个浓度的样品,取样检测次数不少于10次,然后计算相对标准偏差。

3.5.4 检出限

通常情况下,只有当目标分析物的含量在接近于“零”的时候才需要确定方法的检出限或定量限。当分析物浓度远大于定量限时,没有必要评估方法的检出限和定量限。但是对于那些浓度接近于检出限和定量限的痕量和超痕量检测,并且报告为“未检出”时,应确定检出限和定量限。不同的基质需要分别评估检出限和定量限^[6]。

3.5.5 定量限

定量限是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。通常在色谱分析中,以信噪比为10:1时的浓度作为定量限;在光谱分析中,以空白样品连续测定10次以上,计算所得的标准偏差的10倍作为定量限。

3.5.6 空白实验

空白实验是在不加待测样品的情况下, 用与测定待测样品相同的方法、步骤进行定量分析, 获得分析结果的过程。其结果可以反映测试仪器的噪声、试剂中的杂质、环境及操作过程中的玷污等因素对样品测定产生的综合影响。

3.5.7 记录管理

根据 CNAS-CL01: 2018《检测和校准实验室能力认可准则》, 实验室应保存验证记录。它是方法验证过程的证明材料, 应由专人统一负责归档保存, 以备查阅。

4 结束语

化学检测方法的验证是确保检测结果准确性和可靠性非常重要的环节, 也是实验室必做的工作之一。只有做好方法的验证才能确保实验室具有使用新方法进行检测的技术能力。但目前如何进行方法验证和确认却没有统一的做法。本文根据实验室的操作经验和相关标准要求, 阐述了如何进行化学分析方法的验证, 旨在为广大

化学分析实验室提供一种切实可行的工作方法, 确保实验室出具的分析结果科学、准确、可靠。

参考文献:

- [1]张垠. 化学分析在化工材料检测中的应用研究[J]. 化工设计讯, 2021, 45(5): 74.
- [2]孙亚萍. 化学分析在化工材料检测中的应用及发展[J]. 化工设计通讯, 2020, 45(2): 69, 109.
- [3]RB/T214 — 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》[S].
- [4]施学峰, 狄春华. 浅谈做好能力验证工作的体会[J]. 2020年第二届中国能力验证论坛论文集, 2021.309-316.
- [5]王兴. 浅谈检验检测机构如何做好能力验证[J]. 中国计量, 2020(4): 54-55.
- [6]彭欢, 郭江辉. 化学分析在化工材料检测中的应用及发展[J]. 化工管理, 2021(10): 59.