



中华人民共和国国家标准

GB/T 27415—2013

分析方法检出限和定量限的评估

Estimate of detection and quantitation limit for analytical method

2013-09-06 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国认证认可标准化技术委员会(SAC/TC 261)提出并归口。

本标准起草单位:辽宁出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、北京工业大学、中国合格评定国家认可中心、中国疾病预防控制中心、德宏州质量技术监督综合检测中心、广东出入境检验检疫局、山西出入境检验检疫局、上海出入境检验检疫局、中国计量科学研究院、国家危险化学品质量监督检验中心、国家电器安全质量监督检验中心。

本标准主要起草人:王斗文、陈世山、谢田法、牛兴荣、孙海容、杨姣兰、施昌彦、邓云、钟志光、赵发宝、陈俊水、王晶、孙兴权、王东、姬洪涛、王霓。

引 言

本标准的评估程序是采用“数学模型法”，其不同于普遍使用的“单点校准法”。

“单点校准法”和“数学模型法”是目前检出限和定量限评估的主要手段，两者之间的差异如下：

a) 标准差处理

——“单点校准法”视标准差值为常数；

——“数学模型法”认为标准差值随浓度而变化，并采用多点实验数据进行拟合。

b) 两类错误率(α 和 β)控制

——“单点校准法”仅给出 α 的水平；

——“数学模型法”同时考虑 α 和 β 的水平。

c) 拟合方法

——“单点校准法”用普通最小二乘拟合(OLS)；

——“数学模型法”用加权最小二乘拟合(WLS)。

d) 模型检验

——“单点校准法”对模型的拟合不做统计检验；

——“数学模型法”对模型的拟合进行显著性检验。

e) 偏倚修正

——“单点校准法”不考虑偏倚修正；

——“数学模型法”建立偏倚修正回归模型。

f) 区间计算

——“单点校准法”按“置信区间”计算；

——“数学模型法”按“统计容忍区间”计算。

g) 界定范围

——“单点校准法”仅适用于实验室内研究；

——“数学模型法”既适用于实验室间、又适用于实验室内研究。

分析方法检出限和定量限的评估

1 范围

本标准规定了检出限以及相对标准差(*RSD*)为 $Z\%$ 时的定量限评估程序。
本标准适用于忽略校准误差情况下实验室间或实验室内的检出限和定量限评估。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3359 数据的统计处理和解释 统计容忍区间的确定

GB/T 22554 基于标准样品的线性校准

GB/T 27407 实验室质量控制 利用统计质量保证和控制图技术评价分析测量系统的性能

JJF 1001 通用计量术语及定义

3 术语和定义

GB/T 3359 和 JJF 1001 中界定的以及下列术语和定义、符号适用于本文件。

3.1

实验室间检出限 Interlaboratory Detection Estimate

IDE

能以较高概率检出的最小浓度,即在 90% 置信水平下,浓度是 *IDE* 的样品被检出的实验室的比例为 95%,浓度是 0 的样品不被检出的实验室的比例是 99%。

3.2

实验室间定量限 Interlaboratory Quantitation Estimate

IQE

RSD 等于 $Z\%$ 时对应的最小浓度。

3.3

实验室间临界限 Interlaboratory Critical Limit

ICL

在 90% 置信水平下,浓度为 0 的样品正确不被检出的实验室的比例是 99%。

3.4

实验标准偏差 experimental standard deviation

标准差 standard deviation

s

对同一被测量进行 n 次测量,表征测量结果分散性的量。

注 1: n 次测量中某单个测得值 x_k 的实验标准差 $s(x_k)$ 可按贝塞尔公式计算:

$$s(x_k) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$