

RB

中华人民共和国认证认可行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

国产化检测仪器设备验证评价指南 液相色谱-质谱联用仪

Guidance on verification and evaluation of China-made testing instrument Liquid chromatography mass spectrometer

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2025.7.29)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国国家认证认可监督管理委员会 发布

目 次

前 言 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 验证评价准备 3

5 验证评价要素和方法 4

6 验证评价结果判定 9

7 验证评价报告 13

附 录 A （资料性） 验证评价报告参考格式..... 14

参 考 文 献 15

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

国产化检测仪器设备验证评价指南 液相色谱-质谱联用仪

1 范围

本文件提供了三重四极杆型的液相色谱质谱联用仪国产化的验证评价准备、验证评价要素和方法，以及验证评价结果判定的内容。

本文件适用于配置有三重四极杆型的液相色谱质谱联用仪的国产化验证评价。

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 11606-2007 分析仪器环境试验方法
 GB/T 12519-2021 分析仪器通用技术条件
 GB/T 32465-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求
 GB/T 33864-2017 质谱仪通用规范
 GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求按
 GB/T 35410-2017 液相色谱-串联四极质谱仪性能的测定方法
 GB/Z 35959-2018 液相色谱-质谱联用分析方法通则
 GB 4793.1-2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求
 GB/T 6041-2020 质谱分析方法通则
 YYT 1740.1-2021 医用质谱仪 第1部分：液相色谱-质谱联用仪
 JJF 1317-2011 液相色谱-质谱联用仪校准规范

3 术语和定义

GB/T 14666、GB/T 27417、GB/T 32467、GB/T 42233、GB 5009.295界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

核心关键部件 key parts and components

确保完成既定功能设定且影响主要性能和质量的部件。

3.2

国产化仪器设备软件 domestic instrument software

配套仪器设备运行与数据分析并取得国内计算机软件著作权登记证书的软件。

3.3

国产化检测仪器设备 domestic testing instrument

一定比例（以种类计，计入子部件）的核心关键部件（3.1）研发、设计、生产活动均在国内发生，且具有国产化仪器设备软件（3.2）的检测仪器设备。

注：不包括从国外直接进口的检测仪器设备，及以来料加工、来样加工、来件装配和补偿贸易之方式生产制造的检测仪器设备。

4 验证评价准备

4.1 试验条件

验证评价试验条件如下：

a) 环境温度：15℃～25℃；

- b) 相对湿度：20%~80%；
- c) 无影响仪器使用的振动和电磁干扰；
- d) 室内不存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性气体或试剂，有良好的通风装置；
- e) 供电电源：电压 220V±22V，交流供电频率 50Hz±0.5Hz；
- f) 室内宜清洁无尘，有良好的通风装置；
- g) 接地要求：仪器可靠接地。

注：4.1 a) ~g) 中的条件与制造商标称的条件不一致时，以产品规定的条件为准。

4.2 试剂和材料

验证评价的试剂和材料包括：

- a) 利血平溶液标准物质，1.0 µg/mL；
- b) 咖啡因标准溶液；
- c) 黄体酮标准溶液；
- d) 甲酸钠异丙醇溶液；
- e) 聚丙二醇（简称 PPG）450 溶液，3.6 µg/mL；
- f) PPG1000 溶液，3.6 µg/mL；
- g) PPG2000 溶液，3.6 µg/mL；
- h) 甲醇、乙醇、异丙醇、甲酸；
- i) 纯度≥99.99%的钢瓶氩气或氮气；
- j) 移液器或移液管：量程范围 100µL 或 200µL，B 级及以上；
- k) 容量瓶：10mL 或 25mL，B 级及以上。

注：除非另有说明，所有试剂均为色谱纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.3 试验仪器和设备

验证评价的仪器和设备包括：

液相模块：

- a) 自动进样器；
- b) 柱温箱；
- c) 高压梯度泵；
- d) 脱气机；

质谱模块：

- a) 离子源；
- b) 接口；
- c) 质量分析器；
- d) 检测器；

其他适配部件：

- a) 氮气发生器；
- b) UPS 电源；
- c) 真空泵。

5 验证评价要素和方法

5.1 总则

验证评价活动宜覆盖国产化、硬件、性能、安全、应用及用户体验等 6 个要素。

5.2 国产化验证评价

国产化验证评价宜覆盖核心关键部件占比、国产化设备软件等要素。表 1 给出了核心关键部件清单，供验证评价时选择、参考。通过审查相关证明文件，按式（1）计算核心关键部件占比，并查证国产化设备软件情况。

$$X = \frac{a}{b} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：
X——国产化核心关键部件占比，单位为百分比（%）；
a——确认为国产化核心关键部件的数量，单位为个；
b——验证评价对象所有核心关键部件的数量，单位为个。

表 1 国产化液相色谱质谱联用仪核心部件清单

序号	系统名称	核心部件名称	功能作用
01	进样系统	自动进样器	代替人工操作，实现样品的准确引入，确保分析过程的高效性、重现性和可靠性。
02	输液系统	输液泵	以高压将流动相输送到液相色谱柱中，推动样品通过色谱柱进行分离。
03	分离系统	液相柱温箱	精确控制色谱柱的温度。
04	离子源系统*	电离组件	高压使样品电离。
05		加热组件	可加热至几百度的高温，促进样品进一步去除溶剂，变成更小的液滴。
06		离子源腔体	与离子源传输系统对接，形成密闭的离子电离雾化空间。
07	离子传输系统	真空接口	真空气压的过渡。
08		传输杆组件	聚焦束缚离子，使离子能沿着一条中心线进行运动来达到传输的作用。
09	真空系统	分子泵	提供良好的真空环境，让离子能正常地在腔体中飞行。
10		前级机械泵	提供相对较低的真空度，以达到分子泵能正常运行的工作环境。
11		真空规	实时监测真空系统的真空度。
12		真空腔体	提供一个密闭结构空间。
13	质量分析系统*	MS1 四极杆组件	筛选特定的质量范围的离子。
14		碰撞池组件	可控制碰撞池内的真空度，使离子碰撞碎裂成特定子离子。
15		MS2 四极杆组件	筛选特定的质量范围的子离子。
16		射频电源模块	提供特定频率和幅度的射频电压。
17	信号检测系统	检测器	接收离子，完成初步信号放大，转换成相关的电信号。
18		检测电路	对检测器输出的信号进行处理。
19	电路控制系统	开关电源组件	为电路控制系统提供所需的电源，将市电 220VAC 转换为仪器上所有电子器件所需的直流供电电压。
20		主控制电路	将上位机软件下发的命令通过主控制板，下发到各个子电路板，整体控制所有电路系统的功能。
21		流路及加热控制电路	控制气体流量的设置，加热温度的控制，电磁阀等开关控制。
22		射频控制电路	控制输出特定频率和幅度的射频电压。
23		透镜等直流电压控制电路	控制仪器上所有直流电压的输出。
24		控制软件	控制下发各种电压、加热等命令，实现所有控制功能和采集数据的功能。
25	数据处理系统	分析软件	对采集完成的数据，做定性或者定量的批处理分析。
26		电脑工作站	承载软件的工具。

序号	系统名称	核心部件名称	功能作用
01	进样系统	自动进样器	代替人工操作，实现样品的准确引入，确保分析过程的高效性、重现性和可靠性。
注1：带*必须在中国境内研发、设计、生产。 注2：其他同类功能的部件亦可替换。			

5.3 硬件验证评价

5.3.1 总则

硬件验证评价宜考察外观与标识、进样重复性、输液泵流速准确性、色谱柱恒温箱准确度、温度环境适应性、稳定运行时间等要素。

5.3.2 外观与标识

外观验证评价宜覆盖电镀表面、喷漆表面、外部零件、结构设计等要素；标识验证评价宜覆盖仪器外观标识、安全标识等要素。外观与标识验证评价宜采用目视和手感检查。

5.3.3 自动进样器

自动进样器验证评价宜考察温度准确度、进样线性，温度准确度验证评价宜按YY/T 1740.1-2021中5.7规定方法进行，自动进样器线性验证评价宜按YY/T 1740.1-2021中5.8规定方法进行。

5.3.4 输液泵流速准确性

输液泵流速准确性验证评价宜按YY/T 1740.1-2021中5.6规定方法进行。

5.3.5 色谱柱恒温箱准确度

色谱柱恒温箱准确度验证评价宜按YY/T 1740.1-2021中5.7规定方法进行。

5.3.6 温度环境适应性

温度环境适应性宜考察验证评价对象在低温（15℃）、高温（25℃）环境下的检测限、质量准确性、定量重复性，宜按 GB/T 11606-2007 中第 4 章、第 5 章和第 7 章进行试验。

5.3.7 稳定运行时间

稳定运行时间宜考察验证评价对象稳定运行 30 天后的检测限、质量准确性、定量重复性，宜按 5.4.2、5.4.5、5.4.8 规定方法进行。

5.4 性能验证评价

5.4.1 总则

性能验证评价宜考察检测限、质量分辨率、质量范围、质量准确性、质量稳定性、线性范围及相关系数、定量重复性、日内重复性、保留时间重复性、扫描速度、携带污染率等要素。

5.4.2 检测限

检测限的验证评价，宜按 GB/T 33864-2017 中 6.3.5 规定的方法进行。

5.4.3 质量分辨率

质量分辨率的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.2 规定的方法进行。

5.4.4 质量范围

质量范围的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.3 规定的方法进行。

5.4.5 质量准确性

质量准确性的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.7 规定的方法进行。

5.4.6 质量稳定性

质量稳定性的验证评价，宜按 GB/T 33864-2017 中 6.3.3 规定的方法进行。

5.4.7 线性范围及相关系数

线性范围及相关系数的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.5 规定的方法进行。

5.4.8 定量重复性

定量重复性的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.8.1 规定的方法进行。

5.4.9 日内重复性

日内重复性的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.8.2 规定的方法进行。

5.4.10 保留时间重复性

保留时间重复性的验证评价，宜按 JJF 1317-2011 中 7.5 规定的方法进行。

5.4.11 扫描速度

扫描速度的验证评价，宜按 GB/T 35410-2017 中 6.11 规定的方法进行。

5.4.12 携带污染率

携带污染率的验证评价，宜按 YY/T 1740.1-2021 中 5.12 规定方法进行。

5.5 安全验证评价

5.5.1 总则

安全验证评价宜考察保护接地、介电强度、接触电流、安全警示等要素。

5.5.2 保护接地

保护接地的验证评价，宜按 GB 4793.1-2007 中 6.5.1 规定的方法进行。

5.5.3 介电强度

介电强度的验证评价，宜按 GB/T 33864-2017 中 6.4.2 规定的方法进行。

5.5.4 接触电流

接触电流的验证评价，宜按 GB/T 33864-2017 中 6.4.3 规定的方法进行。

5.6 应用验证评价

5.6.1 总则

应用验证评价宜考察实际应用中的正确度、精密度、台间差等要素。

5.6.2 正确度

宜使用同一验证评价对象，由同一操作员按相同方法对代表性验证评价样品进行不少于 7 次重复性测定，按式（2）计算偏差或式（3）计算回收率。代表性验证评价样品宜考虑涵盖验证评价对象最佳测量范围的高、中、低浓度水平。

$$D = x - \mu \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$P = \frac{x}{\mu} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

D ——偏差；

x ——实际测得值；

μ ——代表性验证评价样品指定值；

P ——回收率，单位为百分比（%）。

示例1：代表性验证评价样品可选择标准物质/标准样品、均匀性和稳定性满足统计学要求且经过参比方法定值的质量控制样品或基质加标样品。

示例2：不同检测领域选择代表性验证评价样品基质及检测目标物不同。如在环境检测领域，可使用水中的有机污染物标准物质/标准样品；在食品检测领域，可使用均匀性和稳定性满足统计学要求且经过参比方法定值的动物源食品中兽药残留质量控制样品。

5.6.3 精密度

宜使用同一验证评价对象，由同一操作员按相同方法对代表性验证评价样品进行不少于 7 次重复性测定，按式（4）计算相对标准偏差。代表性验证评价样品宜考虑涵盖验证评价对象最佳测量范围的高、中、低浓度水平。

$$RSD = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

RSD ——相对标准偏差；

$\bar{C}$ ——验证评价样品的测量算术平均值；

C_i ——验证评价样品第*i*次测量值；
 n ——重复性测量次数。

5.6.4 台间差

宜选择不少于3台（套）的同一型号验证评价对象，分别按照5.6.3进行重复性测试，按式（5）计算变异系数。

$$CV = \frac{1}{\overline{C_T}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \overline{C_T})^2}{N-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：
CV——变异系数，单位为百分比（%）；
 $\overline{C_T}$ ——所有测量结果的算术平均值；
 C_i ——验证评价样品第*i*次测量值；
 N ——总测量次数。

5.7 用户体验

用户体验评价宜考察验证评价对象的工业化设计、产品功能、售后服务等要素，采用查阅文件和记录、询问工作人员、观察现场等方式，随机抽取代表性用户进行用户体验评价，并计算平均得分。表2给出评分的基本内容，在实际评价中，宜据此制定有关细则。当任何要求因仪器研发生产企业或验证评价对象的特点而不适用时，可考虑对其进行删减。删减仅限于根据实际验证评价对象特点和服务性质不涉及的要素，否则不能声称符合本文件。

表2 用户体验评价要素评分表

要素大类	分值	要素	分值
工业化设计	22分	功能布局	5
		外形设计	5
		尺寸重量	3
		噪声	4
		安全	5
产品功能	44分	仪器稳定性	20
		保养周期	6
		操作便利性	6
		软件易用性	6
		功能拓展性	6
售后服务	34分	技术培训及支持	10
		维修	10
		投诉处理	7
		用户关系	7

6 验证评价结果判定

6.1 总则

所有验证评价要素的评价结果均符合指标范围的判定为通过，否则判定为不通过。

6.2 国产化验证评价

宜同时满足：

- a) 不低于 80%的核心关键部件研发、设计、生产活动均在国内发生；
- b) 具有国产化仪器设备软件。

6.3 硬件验证评价

6.3.1 外观与标识

宜同时满足：

- a) 所有电镀表面无脱皮现象，喷漆表面色泽应均匀，无明显的擦伤、露底、裂纹、起泡等现象；
- b) 仪器表面宜平整、字迹清晰；
- c) 各调节旋钮、按键、开关等工作正常，无松动；
- d) 有仪器名称、生产厂名、规格（型号）、制造日期和出厂编号；
- e) 外部零件结合处整齐，表面无粗糙不平现象；
- f) 对不允许使用者自行调整的部位，采用封闭式结构设计或者留有加盖封印的位置；
- g) 高温加热区有防烫伤标识；
- h) 对安装不当会影响准确度等性能或对安装有特殊要求的仪器，有安装说明的标志。

6.3.2 自动进样器

自动进样器实测温度宜在设定温度 $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$ ，自动进样器线性回归系数 r^2 宜大于0.99。

6.3.3 输液泵流速准确性

设定流速为 0.5 mL/min 时，实测流速输出误差宜在 $\pm 2\%$ 范围内。

6.3.4 色谱柱恒温箱准确度

色谱柱恒温箱实测温度在设定温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 范围内。

6.3.5 温度环境适应性

在 5.3.6 条件下进行，检测限、质量准确性、定量重复性宜满足 6.4.1、6.4.4、6.4.7 的范围。

6.3.6 稳定运行时间

稳定运行时间宜考察验证评价对象稳定运行 30 天后，检测限、质量准确性、定量重复性宜满足 6.4.1、6.4.4、6.4.7 的范围。

6.4 性能验证评价

6.4.1 检测限

使用利血平标准品进行测试，检测限宜不大于 20 fg。

6.4.2 质量分辨率

质量分辨率宜不大于 1u。

6.4.3 质量范围

质量范围 (m/z) 宜满足制造商宣称。

6.4.4 质量准确性

质量准确性宜不大于 $\pm 0.2u$ 。

6.4.5 质量稳定性

质量稳定性宜不大于 $\pm 0.2u/8h$ 。

6.4.6 线性范围及相关系数

线性范围宜不小于 3 个数量级，线性回归系数 r^2 应大于 0.990。

6.4.7 定量重复性

定量重复性宜不大于 8%。

6.4.8 日内重复性

日内重复性宜不大于 8%。

6.4.9 保留时间重复性

保留时间重复性宜不大于 1.5%。

6.4.10 扫描速度

扫描速度宜不低于 1000 μ/s 。

6.4.11 携带污染率

携带污染率宜不大于 0.05%。

6.5 安全验证评价

6.5.1 保护接地

在正常工作条件下，电源输入插座中的保护接地点（电源接地端子）与保护接地的所有可触及金属部件之间的阻抗宜不超过 0.1 Ω 。

注：由交流电网供电的液相色谱-质谱联用仪，其保护接地参考 GB4793.1-2007 中 6.5.1 的有关内容。

6.5.2 介电强度

在正常工作条件下，由交流电网供电的质谱仪，电源输入端与质谱仪接地之间施加试验电压 1500 V，历时 1 min，宜不出现击穿或飞弧现象。

6.5.3 接触电流

在正常工作条件下宜不大于 0.5 mA。

注：由交流电网供电液相色谱-质谱联用仪，其接触电流参考 GB 4793.1-2007 中 6.3 的有关内容。

6.6 应用验证评价

6.6.1 正确度

选择标准物质/标准样品、均匀性和稳定性满足统计学要求且经过参比方法定值的质量控制样品时，测定结果与指定值的偏差宜在证书允许的不确定度范围内；选择基质加标样品时，加标回收率宜符合表 3 的范围。

表 3 回收率范围

被测组分含量/mg/kg	回收率范围/%
>100	95~105
1~100	90~110
0.1~1	80~110
<0.1	60~120

6.6.2 精密度

宜符合表 4 的范围。

表 4 不同浓度或含量的待测物精密度期望值

目标组分含量/%	目标组分所占比率	单位	相对标准偏差/%
100	1	100%	1.3
10	10 ⁻¹	10%	1.9
1	10 ⁻²	1%	2.7
0.01	10 ⁻³	0.1%	3.7
0.001	10 ⁻⁴	100 mg/kg	5.3
0.0001	10 ⁻⁵	10 mg/kg	7.3
0.00001	10 ⁻⁶	1 mg/kg	11
0.000001	10 ⁻⁷	100 µg/kg	15
0.0000001	10 ⁻⁸	10 µg/kg	21
0.00000001	10 ⁻⁹	1 µg/kg	30

6.6.3 台间差

宜符合表 5 的范围。

表 5 不同浓度或含量范围的再现性

质量分数/µg/kg	重复性 CV/%
1	a

10	a
100	23
1000	16
^a 浓度低于 100 µg/kg 时，Horwitz 方程给出的结果过高，不宜使用，此时只能 CV 应尽可能低。	

6.7 用户体验

用户体验评分宜不低于 80 分。

7 验证评价报告

液相色谱-质谱联用仪国产化验证评价可出具验证评价报告，报告内容宜包括验证评价对象基本信息、验证评价要素、试验方法、验证评价结果、判定标准、判定结果、验证评价结论等，报告格式可参照附录A表A.1。

附 录 A
(资料性)
验证评价报告参考格式

验证评价报告参考格式见表A.1。

表A.1 验证评价报告参考格式

验证评价对象名称：		型号：	批次号：	序列号：	
申请评价时间：		联系人：	生产厂家：		
序号	要素	判定标准	试验方法	验证评价结果	判定结果 (通过/不通过)
1	国产化	6.2	5.2		
2	外观与标识	6.3.1	5.3.2		
3	自动进样器温度准确度	6.3.2	YY/T 1740.1-2021 中 5.7		
4	自动进样器线性	6.3.2	YY/T 1740.1-2021 中 5.8		
5	输液泵流速准确性	6.3.3	YY/T 1740.1-2021 中 5.6		
6	色谱柱恒温箱准确度	6.3.4	YY/T 1740.1-2021 中 5.7		
7	温度环境适应性	6.3.5	GB/T 11606-2007 中第4章、第5章和第7章		
8	稳定运行时间	6.3.6	5.4.2、5.4.5、5.4.8		
9	检测限	6.4.1	GB/T 33864-2017 中 6.3.5		
10	质量分辨率	6.4.2	GB/T 35410-2017 中 6.2		
11	质量范围	6.4.3	GB/T 35410-2017 中 6.3		
12	质量准确性	6.4.4	GB/T 35410-2017 中 6.7		
13	质量稳定性	6.4.5	GB/T 33864-2017 中 6.3.3		
14	线性范围及相关系数	6.4.6	GB/T 35410-2017 中 6.5		
15	定量重复性	6.4.7	GB/T 35410-2017 中 6.8.1		
16	日内重复性	6.4.8	GB/T 35410-2017 中 6.8.2		
17	保留时间重复性	6.4.9	JJF 1317-2011 中 7.5		
18	扫描速度	6.4.10	GB/T 35410-2017 中 6.11		
19	携带污染率	6.4.11	YY/T 1740.1-2021 中 5.12		
20	保护接地	6.5.1	GB 4793.1-2007 中 6.5.1		
21	介电强度	6.5.2	GB/T 33864-2017 中 6.4.2		
22	接触电流	6.5.3	GB/T 33864-2017 中 6.4.3		
23	正确度	6.6.1	5.6.2		
24	精密度	6.6.2	5.6.3		
25	台间差	6.6.3	5.6.4		
26	用户体验	6.7	5.7		
验证评价结论：					
编制人/日期：		审核人/日期：	批准人/日期：		

参 考 文 献

- [1] GB/T 16631-2008 高效液相色谱法通则
 - [2] GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测
 - [3] GB/T 27922—2011 商品售后服务评价体系
 - [4] GB/T 32465—2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求
 - [5] GBT 38125-2019 液相色谱仪用自动进样器
 - [6] HS/T 60—2019 海关统计贸易方式代码
 - [7] JJF 1015—2014 计量器具型式评价通用规范
 - [8] RB/T 160—2017 分析化学仪器设备验证与综合评价指南
 - [9] RB/T 223-2023国产化检测仪器设备验证评价指南 气相色谱仪
 - [10] RB/T 224-2023国产化检测仪器设备验证评价指南 原子吸收分光光度计
-