T/CAQI

中国质量检验协会团体标准标准

T/ CAQI 0005—2019

|  |
| --- |
|       |

分析仪器综合验证与评价

第5部分：固相萃取仪验证与评价规程

|  |
| --- |
| 征求意见稿 |
| 2019-08-08 |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中国质量检验协会 发布

目  次

[前言 III](#_Toc16243616)

[1　范围 1](#_Toc16243617)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc16243618)

[3　术语和定义 1](#_Toc16243619)

[3.1 1](#_Toc16243620)

[3.2 2](#_Toc16243621)

[3.3 2](#_Toc16243622)

[3.4 2](#_Toc16243623)

[3.5 2](#_Toc16243624)

4 总则 [2](#_Toc16243624)

[5　要求 2](#_Toc16243625)

[5.1　总则 2](#_Toc16243626)

[5.2　辅助材料要求 2](#_Toc16243627)

[5.2.1　固相萃取小柱 2](#_Toc16243628)

[5.2.2　实验用水](#_Toc16243629) 3

[5.3　外观要求](#_Toc16243630) 3

[5.3.1　外观](#_Toc16243631) 3

[5.3.2　接口和键组 3](#_Toc16243632)

[5.4　物理指标 3](#_Toc16243633)

[5.5　用户体验指标要求 3](#_Toc16243634)

[5.6　售后服务评价的要求 3](#_Toc16243635)

[6　验证与评价方法 3](#_Toc16243636)

[6.1　总则](#_Toc16243637) 4

[6.2　外观 4](#_Toc16243638)

 [6.3　注射泵精度 4](#_Toc16243640)

[6.4　计量泵精度 4](#_Toc16243641)

[6.5　安全性 4](#_Toc16243642)

[6.5.1　电介质强度 4](#_Toc16243643)

[6.5.2　漏电流 4](#_Toc16243644)

[6.5.3　保护接地阻抗](#_Toc16243645) 5

[6.6　环境适应性](#_Toc16243646) 5

[6.7　电磁兼容性 5](#_Toc16243647)

[6.8　可靠性 5](#_Toc16243648)

[6.9　包装、运输和贮存 5](#_Toc16243649)

[6.9.1　包装 5](#_Toc16243650)

[6.9.2　运输 5](#_Toc16243651)

[6.9.3　贮存 5](#_Toc16243652)

[6.10　用户体验 5](#_Toc16243653)

[6.11　售后服务评价 5](#_Toc16243654)

[7　验证与评价结果的判定 5](#_Toc16243655)

[附录A（资料性附录）　注射泵精度试验记录表 6](#_Toc16243656)

[附录B（资料性附录）　计量泵精度试验记录表 7](#_Toc16243657)

[附录C（规范性附录）　固相萃取仪验证与评价打分表 8](#_Toc16243658)

前  言

本标准按GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国质量检验协会检验检测设备分会提出。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中检国研（北京）科技有限公司、中国检验检疫科学研究院综合检测中心、中国食品药品检定研究院、吉林省产品质量监督检验院、广东科鉴检测工程技术有限公司、中国仪器仪表学会、北京出入境检验检疫技术中心、长春海关技术中心、北京市理化分析测试中心、中国计量研究院、中国标准化研究院、中国认证认可研究中心、中国认证认可协会、中国分析仪器协会、中国检验检疫协会、中国疾病预防控制中心营养与健康所、北京市疾病预防控制中心、北京市药品检验所。

本标准起草人：

本标准为首次发布。

分析仪器验证与评价 第5部分：固相萃取仪的验证与评价规范

1. 范围

本标准给出了固相萃取仪的验证与评价的术语和定义、要求、验证与评价的方法、评价结果的判定和验证与评价的记录格式的指南。

本标准适用于全自动固相萃取仪及各种类型固相萃取仪的验评与评价，可作为商品供方自评、行政管理部门监督、行业监督和第三方评价机构实施验证和评价的依据。

1. 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，仅所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 4793.1 测量、控制和实验室用电气设备安全 通用要求

GB 4793.9 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第9部分：实验室用分析和其他目的自动和半自动设备的特殊要求

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11606 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519 分析仪器通用技术条件

GB/T 13966 分析仪器术语

GB/T 14710－2009 医用电气设备环境要求及试验方法

GB/T 15464 仪器仪表包装通用技术条件

GB/T 17626 电磁兼容 试验和测量技术

GB/T 18268.1 测量、控制和试验室用的电设备电磁兼容性要求 第1部分：通用要求

GB/T 18268.26 测量、控制和实验室用的电设备电磁兼容性要求 第26部分：特殊要求 　体外诊断（ivd）医疗设备

GB/T 25472 分析仪器质量检验规则

GB/T 34065 分析仪器的安全要求

SB/T 10401 商品售后服务评价体系

SL 144.10 固相萃取装置校验方法

YY 0648 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第2-101部分：体外诊断（ivd）医用设备的专用要求

1. 术语和定义

**T/CAQI 0001确定的及下列术语和定义适用于本文件。**

* 1.

**固相萃取 Solid Phase Extraction（SPE）**

利用固体吸附剂将液体样品中的目标化合物吸附，与样品的基体和干扰化合物分离，然后再用[洗脱液](https://baike.baidu.com/item/%E6%B4%97%E8%84%B1%E6%B6%B2/10875188%22%20%5Ct%20%22_blank)洗脱，达到分离和富集目标化合物的目的。

* 1.

**全自动固相萃取仪 Automatic Solid Phase Extractor**

全自动固相萃取仪是全自动完成固相萃取过程中的活化、上样、淋洗、干燥和洗脱全过程的整套设备，由试剂和样品添加模块、萃取模块、样品架模块、收集模块和注射泵模块组成，通过软件集成控制，多通道同时处理。

* 1.

**全自动大体积固相萃取仪 Automatic Solid Phase Extractor with Big Valume**

全自动大体积固相萃取仪是一款全自动完成SPE过程中的活化、上样、淋洗、干燥和洗脱全过程的设备，仪器由上样模块，试剂处理模块组成，软件集成控制，多通道同时处理，适用于大批量的水质样品。

* 1.

**固相萃取仪的验证 Verification of Solid Phase Extractor**

是指在固相萃取仪适用范围条件下，按照说明书或标准文件中规定的一种或多种操作方法进行试验的过程。

* 1.

**固相萃取仪的评价 Evaluation of Solid Phase Extractor**

是指对固相萃取仪的可靠性、实用性、适用性以及满意度等方面进行综合评估的过程。

1. 总则

4.1 对拉曼仪进行验证与评价时，应符合T/CAQI 0001的通用要求。

4.2 对拉曼仪进行验证与评价时，应符合第5章和第6章的要求。

1. 要求
	1. 总则

固相萃取仪主要部件包括注射泵、计量泵、通道选择阀、干燥气路等模块。该装置可使用1、3、6、12mL等不同规格型号的固相萃取小柱，上样量从1mL至无限体积的范围，并采用完全上样模式将样品100%转移至固相萃取系统，使用高精度注射泵进行活化、淋洗和洗脱，可同时对多个样品进行处理。

* 1. 辅助材料要求
		1. 固相萃取小柱

应为已获得批准可用于市场流通、销售、使用的商品化的固相萃取小柱，规格可以为1mL、3mL、6mL和12mL，填料成分和含量不限。

* + 1. 实验用水

应符合GB/T 6682—2008一级水的规定。

* 1. 外观要求
		1. 外观

应光洁平整、色泽均匀、无锋棱、毛刺、裂纹及明显的凹凸不平、划痕等缺陷；丝印文字和标志应正确、清晰和耐久。

* + 1. 接口和键组

紧固件连接牢固可靠，无松动；运动部件运行平稳，无卡住现象或突跳现象，键组回跳灵活。

* 1. 物理指标

应符合表1的规定。

1. 物理指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 指 标 |
| 注射泵精度（平均取样误差，g） ≤ | 0.5 |
| 计量泵精度（平均取样误差，g） ≤ | 0.1 |
| 安全性 | 电介质强度 | 整机1390V交流电压试验 | 通过试验 |
| 加强绝缘部分2224V交流电压试验 |
| 漏电流（mA） ≤ | 0.50（正常条件）； 3.50（单一故障条件） |
| 保护接地阻抗（Ω） ≤ | 0.100 |
| 环境适应性 | 应符合GB/T 14710－2009中气候环境实验Ⅰ组，机械环境试验II组的规定 |
| 电磁兼容性 | 应符合GB/T 18268.26的规定 |
| 可靠性 | 通过试验 |
| 包装与运输 | 符合要求 |
| 1. 此表中物理指标仅适用于全自动固相萃取仪。
 |

* 1. 用户体验指标要求

选择1-2款进口同类型固相萃取仪进行对标比对，主要比对固相萃取流速控制、真空压力控制等指标，要求选择含糖分、脂肪高的样品基质各1种进行模拟萃取，流速和真空压力控制难易程度不低于进口同类型仪器水平。

* 1. 售后服务评价的要求

售后服务指标包括售后服务态度、用户（使用操作、维护保养、排故）培训、维护保养合理性和便利性、平均故障响应时间、一次修复成功率、平均停机时间等，以上内容均应符合客户满意水平。

1. 验证与评价方法
	1. 总则

工作条件：电源电压：200-240V、50/60HZ。

 环境温度：4℃～40℃。

 相对湿度：20%～80%。

* 1. 外观

目测查验。

* 1. 注射泵精度

采用满刻度量程称重测量，单位为g，连续测试7次，测试试剂为一级水，记录（可参照附录A）空管、加样后、实际加液量的质量，计算平均取样误差，计算如式（1）：

*δ*= （1）

式（1）中：

*δ*——平均取样误差，单位为克（g）；

*Mi*——加样后管重，单位为克（g）；

*M0*——空管重，单位为克（g）；

*M*——理论加液量，10g。

注：默认测试时水的密度为1g/mL。

* 1. 计量泵精度

采用一定流速抽取液体（一般采用一级水），测量并记录空管和加液后的质量，单位为g，连续测试7次，记录（可参照附录B）空管、加样后、实际加液量的质量，计算平均取样误差，计算如式（2）：

*δ*= （2）

 式（2）中：

*δ*——平均取样误差，单位为克（g）；

*Mi*——加样后管重，单位为克（g）；

*M0*——空管重，单位为克（g）；

*M*——理论加液量，100g。

注：默认测试时水的密度为1g/mL。

* 1. 安全性
		1. 电介质强度

1390伏交流电压测试，持续5S，不应出现击穿或重复飞弧；其中仪器加强绝缘部分采用2224V交流电压试验，持续5S，不应出现击穿或重复飞弧。

* + 1. 漏电流

按GB 4793.1、YY 0648、GB 4793.9的规定执行。

* + 1. 保护接地阻抗

按GB 4793.1、YY 0648、GB 4793.9的规定执行。

* 1. 环境适应性

按GB/T 14710－2009中气候环境实验Ⅰ组，机械环境试验II组的规定执行。

* 1. 电磁兼容性

按GB/T 18268.26和GB/T 17626的规定执行。

* 1. 可靠性

按T/CAQI 0001和JB/T 6214的规定执行。

* 1. 包装、运输和贮存
		1. 包装

检查每一台固相萃取仪是否有外包装，并能防潮、防震。

检查随同文件，应包含：检验合格证（产品名称、型号；生产企业名称、地址；检验员代号；检验日期）；装箱清单；软件U盘及产品使用说明书。

* + 1. 运输

检查仪器运输交接记录，在包装完整的情况下，可用一般交通工具运输。运输过程中必须防止受到剧烈冲击、雨淋和暴晒。

* + 1. 贮存

经包装后的仪器应储存在-20℃～55℃，相对湿度不超过85%，无腐蚀性气体和通风良好的环境内。

* 1. 用户体验

分别选择3-5家实验室进行实地应用，选择具有代表性的样品基质进行固相萃取，同时与选择实验室拥有的进口同类型固相萃取仪进行对标比对效果，客户给出具体流速控制和压力控制难易程度的评价。

* 1. 售后服务评价

分别选3～5家实验室进行服务态度、用户（使用操作、维护保养、排故）培训、维护保养合理性和便利性、平均故障响应时间、一次修复成功率、平均停机时间等，满意水平评价。

1. 验证与评价结果的判定

验证与评价数据需来自3～5家实验室。选择的验评实验室根据附录C进行打分，确定优秀、良好和一般三个水平，得分>90分的为优秀，得分>80<90分的为良好，得分<80分的为一般，无论优秀、良好还是一般水平，验评实验室均可提出改进意见，仪器厂家应积极配合改进。

仪器最终验评结果以选择验评实验室的平均分计算，评定优秀、良好和一般水平。

1. （资料性附录）
注射泵精度试验记录表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 理论加液量 | 空管重（g） | 加样后管重（g） | 实际加液量（g） | 取样误差（g） | 平均取样误差（g） |
| 10mL（10g） |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. （资料性附录）
计量泵精度试验记录表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 理论加液量 | 空管重（g） | 加样后管重（g） | 实际加液量（g） | 取样误差（g） | 平均取样误差（g） |
| 100mL（100g） |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. （规范性附录）
固相萃取仪验证与评价打分表

| **维度** | **检查内容** | **满足程度** | **分值** | **证明材料** |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量保证 | 仪器结构组成 | □完全符合（样机结构、对外接口、主要运行环境应力明确，功能性能达到设计要求）　□符合（样机结构、对外接口、主要运行环境应力基本明确，功能性能基本达到设计要求）□不符合（未完成研发或未通过测试） | 30 | 1.技术规格书——涵盖功能性能指标、总体结构、接口要求、模块化；2.设计方案（必要时）；3.设计图纸（必要时）；4.设计方案评审意见（必要时）；5.技术更改单（必要时）；6.样机实物；7.自测试报告——应包含故障清单、改进措施、验证结果。 |
| 软件开发，并通过测试 | □完全符合（软件可正常运行使用、软件工程化文档齐全、通过充分测试和改进）□符合（软件可正常运行使用、具有基本软件工程化文档）　□不符合（软件无法正常运行使用，文档缺失，未进行测试） | 15 | 1.功能需求分析；2.软件代码集；3.软件安装包；4.测试用例；5.软件测试报告——应包含问题清单、改进措施、回归验证结果。 |
| 安全可靠性能 | □完全符合（测试充分，测试结果满足要求）　□符合（完成基本测试，绝大部分测试结果满足要求）　□不符合（测试不充分，测试结果不满足要求或未开展测试） | 15 | 1.功能性能测试大纲和报告；2.电控系统可靠性强化试验大纲和报告；3．耗损部件耐用性验证大纲和报告；4.仪器整机综合应力可靠性试验大纲和报告；5.环境试验大纲和报告；6.安规测试、电磁兼容测试报告；7.第三方测试故障汇总表——含故障情况、整改措施和验证结果。 |
| 用户体验 | 包装与运输 | □完全符合（提出了可靠性要求、检验要求，并完成）□符合（基本完成提出可靠性要求和检验要求）□不符合（未提出可靠性要求、检验要求） | 15 | 1. 物料清单；2.　物料采购要求；3.　物料检验文件；4.　物料检验报告；5. 使用的便利性；6. 每分钟流速；7. 真空压力控制范围；8. 运输交接记录。 |
| 售后评价 | 售后服务评价 | □完全符合（售后收集产品数据完整，开展了数据统计和产品改进）□符合（收集数据但不完整，开展数据统计和产品改进较少）□不符合（未收集数据，） | 25 | 1.质量统计报表；2.用户培训内容；3.售后故障响应。 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_