

ICS 点击此处添加 ICS 号

点击此处添加中国标准文献分类号

RB

中华人民共和国认证认可行业标准

RB/T XXXXX—XXXX

食品安全化学类快检产品技术评价指南 Guidance on technology evaluation of rapid food safety Chemistry testing products

(征求意见稿)

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.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 评价方法	2
4.1 评价形式	2
4.2 评价技术指标选择	3
4.3 评价试验设计	3
4.4 评价指标的计算	4
4.5 评价指标的要求	5
表 A（资料性附录）定性类食品安全化学类快检产品性能指标计算表	7
表 B（资料性附录）重复性和再现性自由度对照表	8
表 C（资料性附录）定量产品在分析物质量分数范围内的重复性和再现性相对标准偏差	9
表 D（资料性附录）回收率范围	10
表 E（资料性附录）定量类食品安全化学类快检产品在同一基质下性能指标计算表	11
参考文献	13

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中检科（北京）实验室能力评价有限公司、浙江省食品药品检验研究院

本标准主要起草人：陈冬东、余洋、陈碧莲、张凡、沈泓、杨扬、刘柱、黎焯昕、彭涛

食品安全化学类快检产品技术评价指南

1 范围

本标准给出了食品安全化学类快检产品的技术评价方法。

本标准适用于指导食品安全检测中使用的，检测目标待测物为农兽药残留、非法添加、真菌毒素及食品添加剂等的快检产品的技术评价活动，化学类快检产品包括但不限于以下范围：

a) 食品安全化学类定性快检产品：比色法快检试剂盒、胶体金免疫层析试纸条、酶抑制速测卡、手持拉曼光谱仪、微流控芯片速测仪等。

b) 食品安全化学类定量快检产品：ELISA 试剂盒、荧光定量检测卡、胶体金定量检测试纸条等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本指南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指南。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 14666 分析化学术语

GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测

GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

GB/T 32467 化学分析方法验证确认和内部质量控制术语和定义

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分 总则与定义

SN/T 0001 出口食品、化妆品理化测定方法标准编写的基本规定

SN/T 2775 商品化食品检测试剂盒评价方法

3 术语和定义

GB/T 14666、GB/T 27417、GB/T 32467 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用，以下重复列出了一些定义。

3.1 食品安全快检产品 rapid food safety testing products

食品安全快检产品是基于食品安全快检方法的快检产品，诸如检测试剂盒、试纸条这类对快检技术的主要或关键组成进行了商品化包装，并可供销售的检测体系，用以确定一种或多种基质中目标分析物的存在或含量。

3.2 食品安全化学类快检产品 rapid food safety chemistry testing products

食品安全化学类快检产品是用于定性或定量检测化学类目标检测物的产品。

3.3 定性方法 qualitative method

根据物质的化学、生物或物理性质对其进行鉴定的分析方法。

[GB/T 27417-2017，定义 3.5]

3.4 定量方法 quantitative method

测定被分析物的质量或质量分数的分析方法，可用适当单位的数值表示。

[GB/T 27417-2017，定义 3.6]

3.5 检出限 limit of detection; LOD

RB/T XXXX-XXXX

分析物能被检测的最小浓度，即在一定的置信度内，用某一方法可定性检测到样品中分析物的最小浓度。

[SN/T 0001-2016, 定义 3.1]

3.6 定量限 limit of quantification; LOQ

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

[GB/T 27417-2017, 定义 3.14]

3.7 假阴性率/假阳性率 false negative/positive rate

将阳性结果/阴性结果判断为阴性/阳性的比率。

[SN/T 2775-2011, 定义 3.14]

3.8 精密度 precision

在规定条件下，独立测试结果间的一致程度。

[GB/T 6379.1-2004, 定义 3.12]

注 1：精密度仅仅依赖于随机误差的分布而与真值或规定值无关。

注 2：精密度的度量通常以不精密度表达，其量值用测试结果的标准差来表示，精密度越低，标准差越大。

注 3：“独立测试结果”指的是对相同或相似的测试对象所得的结果不受以前任何结果的影响。精密度的定量的测度严格依赖于规定的条件，重复性和再现性条件为其中两种极端情况。

3.9 正确度 trueness

由大量测试结果得到的平均数与接受参照值间的一致程度。

[GB/T 6379.1-2004, 定义 3.7]

注 1：正确度的度量通常用术语偏倚表示。

注 2：准确度曾被称为“平均数的准确度”，这种用法不被推荐。

4 评价方法

4.1 评价形式

评价形式包括以下内容，也可根据实际情况补充其他形式。

4.1.1 实验室内评价

实验室内评价一般在组织实验室内进行。通常情况下，需要确认的技术指标包括产品的特异性、检出限、定量限、线性范围、正确度、精密度和稳定性等。

4.1.2 实验室间评价

实验室间评价是在完成实验室内评价后进行，目的在于确定不同实验室使用相同的样品进行检测所得到结果的差异，从而对产品的性能指标做出实际评估。通常情况下，对于定性产品，至少应评价产品的检出限和特异性；对于定量产品，至少应评价产品的定量限、线性范围、正确度。

注：参与实验室间评价的实验室，相关的或类似的检测项目有评价活动所需要的人员、设备和设施等资源。

参加食品安全化学类快检产品评价活动的实验室应具有评价活动所需的人员、设备、设施等。验证实验室的选择应具有代表性和公信力。对于参加实验室间评价的实验室，要求获得至少 8 个有效数据报告，每个结果至少重复测定 2 次。

4.2 评价技术指标选择

不同的产品类型，譬如定性和定量快检产品，对于技术指标评估产生不同。评价食品安全化学类快检产品的技术指标首先应明确检测对象特定的需求，包括样品的特性、数量等，并应满足客户的特殊需要，同时应根据产品的预期用途，选择需要评价特性参数。常见的食品安全化学类快检产品技术指标见表 1，也可根据实际情况补充其他参数。

表 1 食品安全化学类快检产品技术指标

待评价性能指标	定性产品	定量产品
灵敏度	√	√
假阴性率/假阳性率	√	—
特异性	√	√
线性范围	—	√
精密度（重复性和再现性）	—	√
正确度	—	√
稳定性	—	—
与参考方法的比较	√	√

注：√：表示一般情况下需要评价的性能参数；

—：表示一般情况下不需要评价的性能参数。

4.3 评价试验设计

4.3.1 样品种类

对于适用的样品基质和待测目标物可以满足产品评价要求的检测，评价用的样品可以是：

- 1) 有证的标准样品；
- 2) 自然污染样品（质控样品）；
- 3) 在无法获得有证标准样品、质控样品的情况下，允许采用人工加标方式即在空白样品基质中添加已知浓度标准物质的办法。

基质选择：如果产品适用范围为所有或绝大部分食品，那么应在尽可能广的范围内选择食品基质种类；如果产品仅限于特定的食品范围，那么需包括所有的特定基质。

RB/T XXXX-XXXX

添加物选择：对于特异性试验应选择与待测物结构、理化性质相似的物质进行试验，判断其有无交叉反应。

4.3.2 浓度水平

1) 对于食品安全化学类定性快检产品：浓度水平一般应包括基质空白、关注限量值的 0.5、1、2 倍水平或者其他可检测区分的水平；或者产品标称检出限 0.5、1、2 倍水平或者其他可检测区分的水平。

2) 对于食品安全化学类定量快检产品：线性范围浓度应包括至少 5 个浓度水平（不包括 0 点），尽可能均匀地分布在产品检测浓度范围内并能覆盖该范围；正确度和精密度浓度应包括至少 3 个浓度，如 1、2 和 10 倍定量限或 0.5、1 和 2 倍关注限量值，必要时可增加浓度水平。

4.3.3 产品批次

选取至少 3 种不同批次的产品，每种至少 3 个同一型号、同一批次的产品。

4.3.4 测试数量

对于每种基质空白及食品安全化学类定性快检产品，每个浓度水平不得少于 20 次平行测试；对于食品安全化学类定量快检产品，每个添加浓度水平不得少于 6 次平行测试。

4.4 评价指标的计算

4.4.1 灵敏度

4.4.1.1 检出限

对于检测不允许存在的目标化合物的快检产品以及定性快检产品，需要验证产品的检出限。应分别列出适用范围中各种基质 LOD。

1) 若已给出检出限（LOD），在给出的 LOD 水平上，通过分析该浓度水平标准样品、质控样品或加标样品，对产品 LOD 进行评价验证。

2) 若未给出 LOD，对于定性快检产品可采用概率统计法，当被检测物质在某种样品中被可靠检出的概率达到 95%以上时（即假阴性率小于等于 5%）的浓度水平即为快检产品对于该样品基质的 LOD；对于定量快检产品可通过样品阴性样品独立测试 20 次，利用空白样品浓度的平均值加上 3 倍标准差，计算 LOD。

4.4.1.2 定量限

适用于定量产品，定量限（LOQ）应满足法规的要求，对于有国家限量的物质，LOQ 应低于国家限量；对于禁用物质，LOQ 应在条件许可的情况下尽可能低。应分别列出适用范围中各种基质 LOQ。

LOQ 的确定方法，对于未给出 LOQ，通常建议将 20 份阴性样品测定值加上 10 倍的重复性标准偏差作为 LOQ。如为增加数据的可信度，LOQ 也可用 10 倍的 LOQ 来表示。对于已给出 LOQ，通过分析该浓度水平标准样品、质控样品或加标样品，验证测定值是否与产品提供的 LOQ 值相符。

4.4.2 假阴性率/假阳性率

定性产品假阴性率/假阳性率具体计算见附录 A。

4.4.3 特异性

1) 定性产品特异性具体计算见附录 A。产品应能区分可能存在的结构相近的化合物，区分过程可通过测试含有目标待测物的样品获得阳性结果、测试不含分析物的样品获得阴性结果来确证。

2) 定量产品特异性可通过交叉反应率来评价。如：酶联免疫试剂盒，交叉反应率= IC_{50} （目标物）/ IC_{50} （类似物） $\times 100\%$ ，其中 IC_{50} 为 50%抑制浓度。

4.4.4 线性范围

定量产品线性用于表达某个给定参数浓度与其信号（响应）之间比例关系。线性范围可以通过肉眼直接观察曲线，并辅助于统计技术及线性拟合残差分析来判定线性范围。

4.4.5 精密度

定量产品精密度包括重复性和再现性，用来衡量实验室内和实验室间试验精密度。重复性自由度和再现性自由度的确定可参考附录 B 进行评价。可使用 Horwitz 方程计算的结果评价精密度。Horwitz 方程： $CV=2^{(1-0.5 \lg w)}$ ，式中 w 为质量分数，以 10 的幂次（指数）表示（例如： $1\text{mg/g}=10^{-3}$ ）。

a) 重复性精密度

通常用同时测量的多个平行值的相对标准偏差 RSD_r 表示。

b) 再现性精密度

通常用实验室间多个平行值的相对标准偏差 RSD_R 表示。再现性应在不同实验室间进行。

再现性条件下，实验室间 RSD_R 不得超出 Horwitz 方程计算的结果。

重复性条件下，实验室内 RSD_r 通常为 Horwitz 方程计算的结果的 1/2~2/3。定量产品在分析物质量分数范围内的重复性和再现性相对标准偏差见附录 C。

4.4.6 正确度

定量产品正确度评价通常用偏倚或回收率表示，具体如下：

a) 最理想的偏倚评估是利用样品的基质匹配且浓度相近的有证标准物质（CRMs）进行测试。计算见附录 E。

b) 没有有证标准物质（CRM）时，正确度可以通过测定空白样品基质中加入已知量分析物的回收率获得。通常可接受的回收率要求见附录 D，回收率计算见附录 E。

4.4.7 与参考方法的比较

定性产品可采用卡方（ χ^2 ）检验，具体计算见附录 A。

定量产品可使用 t-检验（t-test）对分析产品间的偏倚显著性进行评估。

4.5 评价指标的要求

4.5.1 食品安全化学类定性快检产品评价指标要求

食品安全化学类定性快检产品应达到以下性能指标：

——灵敏度、假阴性率/假阳性率、特异性：应满足法规的要求或产品宣称；

——与参考方法的比较

$\chi^2 < 3.84$ 时，表示快检产品与参考方法的阳性确证比率在 95%的置信区间内不存在显著性差异；

$\chi^2 \geq 3.84$ 时，表示快检产品与参考方法的阳性确证比率在 95%的置信区间内存在显著性差异。但是如果快检产品比参比方法存在更高的回收率，则两种方法的阳性确证比率存在显著性差异是可以接受的。

4.5.2 食品安全化学类定量快检产品评价指标要求

食品安全化学类定量快检产品应达到以下性能指标：

——灵敏度：应满足法规的要求或产品宣称，对于有国家最大残留限量的物质，定量限应低于 1/2 容许限；对于禁用物质，定量限应在条件许可的情况下尽可能低。

——线性范围：对于准确定量的检测产品，线性回归方程的相关系数不低于 0.99。

——精密性：不同含量测试结果的重复性和再现性相对标准偏差可参考附录 C 进行评价，当质量分数低于 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，附录 C 中的参考数值偏高，应控制其尽可能低。

——正确度：a) 有证标准物质：重复检测的平均值与接受参考值的偏差不得超过 $\pm 10\%$ ；b) 加标回收：可接受的回收率范围与分析物在样品中的浓度有关，通常可接受的回收率要求见附录 D。回收率范围可参考不同产品或法规的要求进行调整。通常，回收率低于 60%~70%说明应对产品重新加以考察以改进回收率，回收率高于 110%说明需要对试样进行更好的分离。

——与参考方法比较（t 检验法）：

以 0.05 为显著性水平，查临界值 $t_{表}$ 。 $t < t_{表}$ ，则说明快检产品与参考方法无显著性差异；

$t \geq t_{表}$ ，则说明快检产品与参考方法存在显著性差异。

附录 A
(资料性附录)

表 A.1 定性类食品安全化学类快检产品性能指标计算表

样品情况 ^a	检测结果 ^b		总数
	阳性	阴性	
阳性	M ₁₁	M ₁₂	M _{1.} =M ₁₁ +M ₁₂
阴性	M ₂₁	M ₂₂	M _{2.} =M ₂₁ +M ₂₂
总数	M _{.1} =M ₁₁ +M ₂₁	M _{.2} =M ₁₂ +M ₂₂	M=M _{1.} +M _{2.}
显著性差异 (χ^2)	$\chi^2 = (M_{21} - M_{12} - 1)^2 / (M_{21} + M_{12})$		
	自由度 (df) = 1		
特异性	M ₂₂ /M _{2.}		
假阳性	M ₂₁ /M _{2.}		
假阴性	M ₁₂ /M _{1.}		
注： ^a 为参考方法检测的结果或者样品实际的公议结果， ^b 为快检产品检测的结果。 M：任何特定单元的结果数，第一个下标指行，第二个下标指列。 M ₂₁ 为快检产品确定为阳性而参考方法确定为阴性的样品数。 M ₁₂ 为快检产品确定为阴性而参考方法确定为阳性的样品数。			

附录 B
(资料性附录)

表 B.1 重复性和再现性自由度对照表

每系列测试中样品数 n	系列量 m	重复性自由度	再现性自由度
7	1	6	不适合
4	2	6	7
3	3	6	8
2	5	6	11
n	m	$(n - 1) \times m$	$n \times m - 1$

本表引自 GB/T 27417-2017 中附录 C.1。

附录 C
(资料性附录)

表 C.1 定量产品在分析物质量分数范围内的重复性和再现性相对标准偏差

被测组分含量	重复性相对标准偏差	再现性相对标准偏差
0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	43%	64%
1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	30%	45%
10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	21%	32%
100 $\mu\text{g}/\text{kg}$	15%	23%
1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (1mg/kg)	11%	16%
10 mg/kg	7.5%	11%
100 mg/kg	5.3%	8.0%
1 000 mg/kg	3.8%	5.7%
1%	2.7%	4.0%
10%	2.0%	2.8%
100%	1.3%	2.0%

附录 D
(资料性附录)

表 D.1 回收率范围

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

本表引自 GB/T 27404-2008 附录 F.1

附录 E
(资料性附录)

表 E.1 定量类食品安全化学类快检产品在同一基质下性能指标计算表

添加浓度/参考浓度	批次	检测结果	平均值	批内标准偏差	批内 CV	总平均值	批间标准偏差
浓度 F	1	X ₁₁ ~X _{1n}	$\bar{y}_1 = \sum_{i=1}^n \frac{X_{1i}}{n}$	$S_1 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{1i} - \bar{y}_1)^2}{n-1}}$	$CV_1 = \frac{S_1}{y_1}$	$\bar{y} = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 + \dots + \bar{y}_m}{m}$	$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (\bar{y}_i - \bar{y})^2}{m-1}}$
	2	X ₂₁ ~X _{2n}	$\bar{y}_2 = \sum_{i=1}^n \frac{X_{2i}}{n}$	$S_2 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{2i} - \bar{y}_2)^2}{n-1}}$	$CV_2 = \frac{S_2}{y_2}$		
		
	m	X _{m1} ~X _{mn}	$\bar{y}_m = \sum_{i=1}^n \frac{X_{mi}}{n}$	$S_m = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{mi} - \bar{y}_m)^2}{n-1}}$	$CV_m = \frac{S_m}{y_m}$		
正确度	有证标准物质	正确度 (%) = 检测平均值 / 认定值 × 100					
	回收率	P (%) = (Q _{实测} - Q _{初始}) / Q _{添加} × 100					
	参考方法	t-检验					
精密度	重复性	同 CV 计算					
	再现性	同 CV 计算					
注： 1、X _{in} 表示批次 m 在浓度 F 水平下 n 次平行的检测结果（其中，m≥3，n≥6）。							

RB/T XXXX-XXXX

2、浓度 F 选择可参考 4.3.2。

3、 $Q_{\text{实测}}$ 是加标之后测定量， $Q_{\text{初始}}$ 是加标之前的量， $Q_{\text{添加}}$ 是加入目标物后的理论浓度。

参考文献

- [1] GB/T 32465-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求
- [2] GB/T 33411-2016 酶联免疫分析试剂盒通则
- [3] GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度 第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
- [4] GB/T 6379.4-2006 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法正确度的基本方法
- [5] Guide in Validation of Alternative Proprietary Chemical Methods. NordVal Protocol No. 2., [S]. 2010.
- [6] International Standardization Organization. ISO 16140:2003 Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs. Protocol for the Validation of Alternative Methods[S]. London: British Standards Institution, 2003.