



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23182—202×  
代替 GB/T 23182—2008

## 饲料质量安全检测方法建立、确认、验证和 实验室内部质量控制实施指南

Guideline for development, verification & validation of detection  
methods and internal quality control in laboratories

(征求意见稿)

202×—××—××发布

202×—××—××实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布



## 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。

本文件代替GB/T 23182—2008《饲料中兽药及其他化学物检测试验规程》，与GB/T 23182—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- b) 更改了规范性引用文件（见第2章，2008年版的第2章）；
- c) 更改了术语和定义（见第3章，2008年版的第3章）；
- d) 更改“饲料采样”为“总则”（见第4章，2008年版的第4章）；
- e) 更改“饲料中兽药及其化学物的测定”为“检测方法性能指标参数”（见第5章，2008年版的第5章）；
- f) 更改“检出兽药及其化学物的验证”为“方法的选择和建立”（见第6章，2008年版的第6章）；
- g) 更改“结果计算和表述”为“方法的验证和确认”（见第7章，2008年版的第7章）；
- h) 更改“试验报告的撰写”为“实验室内部质量控制要求”（见第8章，2008年版的第8章）。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替标准历次版本发布情况为：

——2008年首次发布为GB/T 23182—2008；

——本次为第一次修订。



# 饲料质量安全检测方法建立、确认、验证和实验室内部质量控制实施指南

## 1 范围

本文件规定了饲料质量安全检测化学领域方法建立、确认、验证和实验室内部质量控制的一般原则和要求。

本文件适用于饲料质量安全检测化学领域检测方法建立、确认、验证和实验室内部质量控制。

## 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 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

GB/T 22554 基于标准样品的线性校准

GB/T 27025—2019（ISO/IEC 17025:2017） 检测和校准实验室能力的通用要求

GB/T 27043 合格评定 能力验证的通用要求

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

GB/T 27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

GB/T 32464 化学分析实验室内部质量控制 利用控制图核查分析系统

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 32467 化学分析方法验证确认和内部质量控制 术语及定义

GB/T 33464 化学分析标准操作程序编写与使用指南

## 3 术语和定义

GB/T 6379.1和GB/T 32467界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**方法确认** method validation

实验室通过试验，提供客观有效证据证明特定检测方法满足预期的用途。

[GB/T 27417—2017，定义3.1]

### 3.2

**方法验证** method verification

实验室通过核查，提供客观有效证据证明满足检测方法规定的要求。

[GB/T 27417—2017，定义3.2]

3.3

**(分析方法) 选择性 selectivity (of analytical method)**

方法能够区分目标分析物和样品中其它成分（如其它待测物、基质成分、其它可能得干扰物）的程度。

[ISO/IEC指南99:2007，定义4.13]

3.4

**(分析方法) 专属性 specificity (of analytical method)**

是指在其它成分（如杂质、降解产物、辅料）可能存在的情况下，采用的方法能准确测定出被测物的特性，能反映分析方法在有共存物时待测物准确而专属的测定能力。是方法用于复杂样品分析时相互干扰程度的度量。

3.5

**(分析方法) 耐用性 ruggedness (of analytical method)**

**稳健性 robustness**

分析方法对实验室一般不可以控制或不能保持完全一致的微小条件变化的敏感性。

注：实验室不刻意控制或不能保持完全一致的微小条件包括：试剂批次、某个操作的时间因素、人员、温度波动等。

[GB/T 32647—2015，定义9.15]

3.6

**(分析方法) 稳定性 stability (of analytical method)**

在一定时间内，分析方法保持其检测结果准确度不发生显著变化的能力。

注：在化学分析中，稳定性通常指检测样品、基质和校准标准溶液的稳定性。

[GB/T 32647—2015，定义9.16]

3.7

**灵敏度 sensitivity**

测量系统的示值变化除以相应被测量的量值变化所得的商。

注1：测量系统的灵敏度可能取决于被测量的量值。

注2：所考虑的被测量的量值变化宜大于测量系统的分辨力。

[ISO/IEC指南99:2007，定义2.14]

3.8

**线性范围 linear range**

被测物浓度与仪器响应值呈线性关系并且能满足定量要求（精密度和准确度）的浓度范围。

3.9

**检出限 limit of detection; LOD**

分析方法在给定的置信度内可以从样品背景信号中检出被测物的最低量（或最低浓度），但不一定准确定量。

3.10

**定量限 limit of quantification; LOQ**

分析方法在满足定量要求（准确度及精密度）的前提下，能定量测出样品中被测物的最低量（或最低浓度）。

### 3.11

#### **基质 matrix**

测试样品中除目标分析物之外的其它组分。

[GB/T 32647—2015，定义9.28]

### 3.12

#### **基质效应 matrix effect**

样品基质中一种或多种成分对目标分析物检测结果的影响。

注：相对于试剂中目标分析物检测结果，基质效应可能会造成目标分析物响应值信号增强或减弱。

[GB/T 32647—2015，定义9.29]

### 3.13

#### **正确度 accuracy**

无穷多次重复测量所得测得的量值的平均值与一个参考量值间的一致程度。

[ISO/IEC指南99:2007，定义2.14]

### 3.14

#### **偏倚 bias**

系统测量误差的估计值。

[ISO/IEC指南99:2007，定义2.18]

### 3.15

#### **准确度 accuracy**

样品中待测物测定值（结果）与真值或约定真值间的一致程度。

### 3.16

#### **精密度 precision**

在规定的条件下，对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得的量值间的一致程度。

[ISO/IEC指南99:2007，定义2.15]

### 3.17

#### **回收率 recovery**

已知确切含量样品中的待测物或添加到空白样品中的测试物测定值占其已知确切含量（或添加量）的百分比。

### 3.18

#### **重复性 repeatability**

在重复性条件下，相互独立的测试结果之间的一致程度。

### 3.19

#### **重复性条件 repeatability conditions**

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备和试剂，按照相同的测试方法，并在短时间内从同一被测对象取得相互独立结果的条件。

### 3.20

#### 再现性 reproducibility

在再现性条件下，测试结果之间的一致程度。

### 3.21

#### 再现性条件 reproducibility conditions

在不同的实验室，由不同得操作者使用不同的设备和试剂，按照相同的测试方法，从同一被测对象取得测试结果的条件。

### 3.22

#### 内部质量控制 internal quality control; IQC

建立并确认系列质量控制程序，通过实施此程序，对检测操作和检测结果实施连续监控的过程，旨在判断对外发布的检测结果是否足够可靠。

注：参见国际纯粹与应用化学联合会技术报告：1995《分析实验室内部质量控制一致性指南》（IUPAC harmonized guidelines for internal quality control in analytical laboratories. IUPAC TECHNICAL REPORT: 1995。）

### 3.23

#### 标准操作程序 standard operation procedure; SOP

将某一特定活动的标准操作步骤和要求以统一的格式描述出来，用以指导和规范该项特定活动进程，以保证其一致性的文件。

## 4 方法建立

## 5 方法确认

## 6 方法验证

## 4 总则

实验室在首次采用标准方法之前，需要对其进行验证；在首次采用非标准方法、实验室制定的方法、超出其预定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法之前，需要对其进行确认，以证实该方法适合于预期的用途。饲料质量安全检测方法确认和验证的性能指标可包括但不限于：分析系统适应性、空白检测、准确度（正确度与精密度）、检出限和定量限、线性范围、选择性、稳定性、耐用性、回收率、检测能力、测量不确定度等。

## 5 检测方法性能指标

### 5.1 分析系统适应性



实验室应详细研究拟采用方法所要求的相关条件，最终固定分析系统所要求的条件。重点研究并确定适合分析的样品范围和目标组分种类及其含量范围。

注：验证或确认分析系统适应性的目的是，确定分析系统是否能够满足分析测试要求，以及是否能满足执行特定的检测过程要求。

## 5.2 空白检测

使用方法给出的程序，检测试剂空白、不含目标组分的样品空白和标准溶液空白，以了解因试剂、基质、器皿等因素所导致的污染情况。对这些污染情况加以评估，采取措施确保由于污染所导致的背景值足以低至可接受的水平。

注：评估污染情况是否可被接受的标准是，空白样的响应值应小于对应的方法检出限(Method Detection Limit, MDL)。

## 5.3 正确度

5.3.1 应使用有证标准样品核查、参加能力验证计划、与经典的方法或公认的方法进行比对等手段实施方法正确度研究。

5.3.2 可结合回收率进行正确度研究。

5.3.3 使用有证标准样品进行重复性分析，研究正确度，重复检测的平均值与接受参考值的偏差不得超过 $\pm 10\%$ 。

5.3.4 使用统计分析方法，比较检测结果平均值与接受参考值是否有显著性差异，确认这种差异是否可以被接受。当差异显著时，按 5.3.5 的要求处置。

5.3.5 发现实验室存在偏倚(实验室偏倚)时，应检查存在偏倚的原因，采取纠正措施加以消除后重新研究正确度。如果不能消除偏倚，应探讨将此偏倚作为实验室固定的系统误差，并以此修正检测结果的可能性和实施方法。

5.3.6 残留物和污染物定量分析中，重复分析有证标准样品或参考物质，结果经回收率校正后的平均质量分数与接受参考值之间的偏差不能超过表 1 的规定。

表 1 定量方法的最低正确度要求

浓度水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	范围/%
< 1	- 50~20
1~10	- 30~10
> 10	- 20~10

5.3.7 如果只是对方法实施正确度验证，工作内容可适当从简，只要回收率满足要求即可。

## 5.4 精密度

5.4.1 精密度包括重复性和再现性。实验室应制定方案，确认方法的重复性和再现性。在确认再现性时，应尽可能涵盖时间、人员、检测中使用的试剂和消耗品、环境条件、其他不可控的微小因素的影响。

5.4.2 一般情况下，用重复性标准偏差  $s_r$  和再现性标准偏差  $s_{RM}$  作为重复性和再现性参数，重复性限  $r = 3s_r$ ，再现性限  $R = 3s_{RM}$ 。

5.4.3 精密度独立重复检测次数最低要求

假定样品基质类型为  $n$ ，每种样品基质检测  $m$  个子样，每个子样独立重复检测  $r$  ( $r \geq 2$ ) 次，共进行  $d$  天检测。则精密度试验的重复检测需满足下列要求：

$$r \times m \geq 10; n \geq 2; r \geq 2; d \geq 2。$$

重复性试验中，自由度至少为6，独立重复的自由度见表2。

表 2 重复检测的自由度计算

基质类型	子样数	重复性标准差自由度	再现性标准差自由度
7	1	6	未确定
4	2	6	7
3	3	6	8
2	6	6	11
<i>n</i>	<i>m</i>	$(n-1)m$	$nm-1$

#### 5.4.4 工作范围内精密度研究及评价准则

方法工作范围内的精密度评价应满足下列要求：

- a) 实验室应在校准曲线所确定的工作范围内研究精密度绝对值与目标组分浓度的关系。化学分析中，一般情况下，精密度的绝对值与目标组分浓度或含量成线性关系，个别情况下，取对数或变换成相对标准偏差后是一个常数；
- b) 可将使用 Horwitz 方程计算的结果用于评价精密度。Horwitz 方程： $CV=2^{(1-0.5 \lg w)}$ 。式中  $w$  为质量分数，用10的幂次指数表示（例如  $1 \text{ mg/kg}=10^{-6}$ ）。表3是用 Horwitz 方程计算得到的变异系数结果，可供实验室参考；
- c) 在再现性条件下重复分析，变异系数（CV）不能超过 Horwitz 方程计算的结果；
- d) 在重复性条件下，变异系数通常为 Horwitz 方程计算的结果的1/2~2/3；
- e) 不同浓度或含量的样品期望精密度见表4，也可据此评价本实验室的精密度。

表3 不同浓度或含量范围的再现性

质量分数/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	重复性 CV/%
1	a
10	a
100	23
1 000	16

<sup>a</sup> 浓度低于 100 mg/kg 时, Horwitz 方程给出的结果过高, 不宜使用, 此时只能要求 CV 应尽可能低。

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
0.000 1	$10^{-5}$	10 mg/kg	7.3
0.000 01	$10^{-6}$	1 mg/kg	11
0.000 001	$10^{-7}$	100 $\mu\text{g}/\text{kg}$	15
0.000 000 1	$10^{-8}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	21
0.000 000 01	$10^{-9}$	1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	30

表4 不同浓度或含量的待测物精密度期望值

## 5.5 检出限和定量限

5.5.1 应结合方法的特点, 研究检出限、定量限。

5.5.2 检出限的计算和表达方法较多, 包括目视评价法、空白标准偏差的倍数、校准方程的适用范围、信噪比法、逐步稀释法、仪器灵敏度法、方法分辨率法、检测能力计算法等。同一个检测指标不同的检出限表达结果差异可能会达到几个数量级。实验室不能随便采用一种方法表示检出限。应尽可能的研究所有表示方法, 比较结果, 选择最佳方法表示该方法的检出限。

### a) 目视评价法评估LOD

目视评价法是通过在样品空白中添加已知浓度的分析物, 然后确定能够可靠检测出分析物最低浓度值的方法, 即在样品空白中加入一系列不同浓度的分析物, 随机对每一个浓度点进行约7次的独立测试, 通过绘制阳性(或阴性)结果百分比与浓度相对应的反应曲线确定阈值浓度。该方法也可用于定性方法中检出限的确定。

### b) 空白标准偏差法评估LOD

通过分析大量的样品空白或加入最低可接受浓度的样品空白来确定LOD, 独立测试的次数应不少于10次 ( $n \geq 10$ ), 计算出检测结果的标准偏差 ( $s$ ), 计算方法参见表5。

表5 定量检测中LOD的表示方法

试验方法	LOD的表示方法
1) 样品空白独立测试10次 <sup>a</sup>	样品空白平均值+3 s (只适用于标准偏差值非零时)
2) 加入最低可接受浓度的样品空白独立测试10次 <sup>a</sup>	0+3 s
3) 加入最低可接受浓度的样品空白独立测试10次	样品空白值+4.65 s (此模型来自假设检验)
注1: “最低可接受浓度”为在所得不确定度可接受的情况下所加入的最低浓度。 注2: 假设实际检测中样品和空白应分别测定,且通过样品浓度扣减空白信号对应的浓度进行空白校正。	
<sup>a</sup> 仅当空白中干扰物质的信号值高于样品空白之的3s的概率远小于1%时适用。	

样品空白值的平均值和标准偏差均受样品基质影响,因此最低检出限也因受样品基质种类的影响而不同。如果利用此条件进行符合性判定时,需要定期用实际检测数据更新精密度数值。

#### c) 校准方程的适用范围评估LOD

如果在LOD附近或接近LOD的样品数据无法获得时,可利用校准方程的参数评估仪器的LOD。如果用空白平均值加上空白的3倍标准偏差,仪器对于空白的响应即为校准方程的截距 $a$ ,仪器响应的标准偏差即为校准的标准误差( $S_{y/x}$ )。顾客利用方程 $y_{LOD}=a+3S_{y/x}=a+bx_{LOD}$ ,则 $x_{LOD}=3S_{y/x}/b$ 。此方程可广泛应用于分析化学。然而由于此方法是外推法,所以当浓度接近于预期的LOD时,结果就不如由实验得到的结果可靠,因此建议分析浓度接近于LOD的样品,应确证在适当的概率下被分析物能够被检测出来。

#### d) 信噪比法评估LOD

对于定量方法来说,由于仪器分析过程都会有背景噪声,常用的方法就是利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较,确定能否可靠检出的最小的浓度。典型的可接受的信噪比是2:1或3:1。

对于定性方法来说,低于临界浓度时选择性是不可靠的。该临界值会随着试验条件中的试剂、加标量、基质等不同而变化。确定定性方法的LOD时,可通过往空白样品中添加几个不同浓度水平的标液,在每个水平分别随机检测10次,记录检出结果(阳性或阴性),绘制样品检出的阳性率(%)或阴性率(%)对添加浓度的曲线,临界浓度即为检测结果不可靠时的拐点。定性分析中临界值的确定可参考表6进行。如表6示例中,当样品中待测物浓度低于100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,阳性检测结果已经不具备100%的可靠性。

表6 定性分析-确定临界值

待测物浓度值 $\mu\text{g}/\text{g}$	重复次数 次	阳性/阴性检出次数 次
200	10	10/0
100	10	10/0
75	10	5/5
50	10	1/9
25	10	0/10

5.5.3 如果样品经过前处理后,前处理液的体积与样品目标组分含量存在倍数关系,不能简单地用样品前处理液的最低检出浓度表示方法的检出限。

5.5.4 若方法中已给出该方法的方法检出限(Method Detection Limit, MDL),则在给出的MDL浓度水平上,通过分析该浓度水平的样品,以验证给出的MDL,分析结果应在给出的 $\text{MDL} \pm 20\%$ 范围内;若方法未给出MDL,实验室应选用一个适当的方法研究及计算表示。

5.5.5 应在基体中逐步稀释目标组分,多次重复检测。对结果的平均值采用数理统计技术或规定的误差限,进行准确度评价,将满足准确度要求的结果作为方法的定量限。

5.5.6 定量限分为仪器定量限(Instrumental Quantification Limit)和方法定量限(Method Quantification Limit):

a) 仪器定量限 (IQL) 为仪器能够可靠检出并定量被分析的最低量;

b) 方法定量限为在特定基质中在一定可信度内, 用某一方法可靠地检出并定量被分析物的最低量。

5.5.7 定量限 (LOQ) 的确定主要从其可信性考虑, 如: 测试是否基于法规要求, 目标测量不确定度和可接受准则等。通常建议将空白值加上10倍的重复性标准偏差作为LOQ, 也可以3倍的LOD或高于方法确认中使用最低加标量的50%作为LOQ, 如为增加数据的可信性, LOQ也可用10倍的LOD来表示。另外在某些特定测试领域中, 实验室也可根据行业规则使用其它参数、特定的基质和方法, 其LOQ可能在不同实验室之间或同一实验室内由于使用不同设备、技术和试剂而有所差异。

## 5.6 线性及校准

5.6.1 校准曲线工作范围确定, 实验室应根据校准曲线的线性范围和样品预处理后预计的浓度或含量范围确定校准曲线工作范围。

5.6.2 应在校准曲线浓度范围均匀布置 6 个或以上的校准标准点 (包括空白或一个低浓度标准点)。不同浓度点的校准标准要单独配制, 不能通过稀释同一母液获得。由此得到的相关系数  $r$  应不小于 0.997。

5.6.3 校准标准每个浓度点至少要重复测定 2 次, 建议 3 次或更多, 检测顺序随机确定。

5.6.4 应考察校准曲线各浓度点的标准偏差与浓度的关系。若标准偏差为一常数, 则为直线回归; 若偏差与各浓度点的浓度成线性相关, 则为加权直线回归。

5.6.5 校准和线性度的评估有多种方法, 具体选择哪种方法, 也应视具体情况而定。

5.6.6 应确定校准曲线是否稳定, 即在不同时间, 制作同一条曲线的重复性。

5.6.7 当目标组分含量或浓度在工作曲线工作范围内时, 可使用单点校正, 但应研究单点校正范围。

5.6.8 对标准方法进行线性及校准验证时, 应满足下列要求:

- a) 在方法文本规定的工作范围内确定校准曲线的各个浓度点。浓度点个数应满足5.6.2的要求, 最低浓度校准点应远离检出限位于定量限附近, 中间点为目标分析物日常检测平均浓度水平, 最高校准点浓度为工作范围的最高点或接近最高点;
- b) 如果实验室经过技术判断, 认为按照a) 中的要求还不能实现验证的目的, 可参照5.6.9的要求, 实施进一步的验证。

5.6.9 对非标准方法线性及校准进行确认时, 应满足下列要求:

- a) 实验室用有证标准样品, 采用比较检测法检测样品中目标组分含量时, 应研究线性度及其对检测结果的影响;
- b) 线性度及其对检测结果影响的研究内容包括: 线性范围、工作范围、校准函数拟合及检验、校准曲线核查、单点校正可行性及单点校正范围研究;
- c) 如果不能确定目标组分含量与仪器信号的关系, 应按照GB/T 22554给出的方法进行校准函数参数估计及检验;
- d) 在完成线性范围、工作范围、校准函数拟合及检验的基础上获得的校准直线还应满足5.6.8中a) 的要求;
- e) 如果一条校准曲线在最低浓度到最高浓度范围内不能满足相关要求, 可考虑分多段制作校准曲线。

5.6.10 校准曲线质量检验, 应对校准曲线每个点的结果进行显著性检验, 只有经过显著性检验没有显著性差异的点的结果才能作为校准曲线的值。若出现有显著性差异的点, 应检查分析系统, 进行原因分析, 采取纠正措施消除影响因素后重新制作校准曲线。如果要求校准曲线通过 0 点, 还应进行是否通过 0 点的检验。

## 5.7 选择性

5.7.1 如果方法已提供了干扰情况的所有信息, 则实验室无需对干扰情况采取进一步的研究。如果方法未提供干扰情况的信息或信息不完整, 则须对可能存在的干扰情况进行研究。

5.7.2 如果方法在使用中还有新的干扰产生, 则必须补充确认。

5.7.3 实验室应根据方法特点（如常规化学分析、光谱分析、色谱分析），在检测的所有阶段（如提取、蒸馏、检测等），考察可能的干扰情况。

5.7.4 如果检测目标组分是多种组分，则应单独和全面检测这些组分，以考察相互之间是否有干扰。

5.7.5 对于化学分析方法，在有干扰的情况下，如：基质成分、代谢物、降解产物、内源性物质等，保证检测结果的准确性至关重要，实验室可联合使用但不限于下列两种方法检查干扰：

- a) 分析一定数量的代表性空白样品，检查在目标物出现的区域是否有干扰（信号、峰等）；
- b) 在代表性空白样品中添加一定浓度的有可能干扰分析物定性和/或定量的物质。

5.7.6 如果证明了方法受到干扰物的干扰，则应进一步研究消除干扰的方法，采取诸如添加掩蔽剂、化学反应剂等措施消除其影响；如果判断该干扰的影响较小，且不会影响结果的正确度，则不用采取措施消除干扰；如果评估表明，干扰无法消除，且影响结果正确度，可将干扰的影响作为方法偏倚，使用此偏倚校正检测结果。

5.7.7 如果需要证实方法定性准确性，如含有低浓度的有机化合物的样品（如饲料中农兽药残留和持久性有机污染物），需要对微量有机物进行阳性定性，可通过不同检测系统或色谱柱，或使用专用的质谱，或其他可选择的分析方法进行确认。

5.7.8 应检测下列特定基质，并在下列特定基质中加入可能的干扰物质，检测后评估干扰情况：

- a) 不含目标组分或目标组分含量小到接近0的样品基质；
- b) 标准溶液；
- c) 纯试剂基质。

## 5.8 稳定性

5.8.1 应研究样品及前处理后的基体、标准溶液储备液的稳定期限。在稳定期限内，标准溶液储备液，样品和前处理后的基体，结果的一致性应在可接受范围内。

5.8.2 初次检测后，将样品、样品前处理后的基体以及标准溶液储备液，按表7中规定的条件保管。分别于1周后、4周后、8周后检测。如果实验室认为有必要，可以改变保存条件和保存时间。

表7 溶液中目标分析物稳定检测计划

检测条件	-20 °C	4 °C	20 °C
避光	10 份	10 份	10 份
光照	10 份	10 份	10 份

5.8.3 通过稳定性试验可得到样品及样品前处理基体、标准溶液的保存时间、保存条件和保存方法。实验室应将保存时间、保存条件和保存方法规定在SOP中，要求检测人员严格执行。

## 5.9 耐用性

5.9.1 实验室应识别检测过程中，检测条件如（但不限于）试剂溶剂、温度、人员、时间等微小改变对检测结果准确度的影响。

5.9.2 实验室应尽可能全面找出这些因素，通过耐用性试验，确认对检测结果有重要影响的因素。

5.9.3 实验室获得耐用性试验结果后，应针对对检测结果准确度有较大影响的因素，提出有效控制措施，写入SOP中，要求检测人员在检测中严格执行。

## 5.10 回收率

5.10.1 若可能，应使用有证标准样品研究方法的原有分析物回收率。

5.10.2 若没有有证标准样品，使得研究原有分析物回收率不可行，此时应研究替代物回收率（又称为“边际回收率”）。

5.10.3 应策划研究在再现性条件下方法的回收率，确定方法在实验室现有条件下的回收率范围及平均回收率。方法回收率偏差范围见表8。

表 8 方法回收率偏差范围

浓度水平范围 mg/kg	回收率范围 %
>100	95~105
1~100	90~110
0.1~1	80~110
<0.1	60~120

5.10.4 应使用数理统计方法进行回收率检验，并决定是否用回收率校正最终检测结果。

5.10.5 一般情况下，应该使用回收率校正检测结果。除非有充足的理由表明可以不用回收率校正。这些理由通常是：

- a) 认为分析方法是经验的；
- b) 合同或法定要求不使用回收率校正；
- c) 已确认检测过程中回收率稳定且与100%没有显著性差异，回收率变动性误差在可接受范围内。

## 5.11 检测能力

5.11.1 应计算在5.6线性及校准研究中得到的典型校准曲线的检测能力。

5.11.2 应结合具体情况，选择ISO 11843系列标准给出的计算方法计算检测能力参数。

### 5.11.3 测量范围

方法的测量范围通常应满足以下条件：

- a) 方法的测量范围应覆盖方法的最低检测浓度水平（定量限）和关注浓度水平；
- b) 至少需要确认方法测量范围的最低浓度水平（定量限）、关注浓度水平和最高浓度水平的正确度和精密度，必要时可增加浓度水平；
- c) 若方法的测量范围呈线性，还需要满足 5.6 条款的要求。

## 5.12 测量不确定度评定

5.12.1 应针对每一个检测指标编制测量不确定度评定作业指导书，经批准后用于测量不确定度评定。

5.12.2 按照批准发布后的测量不确定度评定作业指导书的要求评定测量不确定度。

5.12.3 应建立重复评定测量不确定度的程序及将测量不确定度运用到质量控制中的方法。

## 6 方法的选择和建立

### 6.1 总则

6.1.1 实验室应使用适当的方法和程序开展所有检测活动，适当时，包括测量不确定度的评定以及使用统计技术进行数据分析。

6.1.2 所有方法、程序和支持文件，例如与实验室活动相关的指导书、标准、手册和参考数据，应保持现行有效并易于人员取阅（见GB/T 27025—2019中8.3的要求）。

6.1.3 实验室应确保使用最新有效版本的方法，除非不合适或不可能做到。必要时，应补充方法使用的细则以确保应用的一致性。

注：如果国际、区域或国家标准，或其他公认的规范文本包含了实施实验室活动充分且简明的信息，并便于实验室操作人员使用时，则不需再进行补充或改写为内部程序。对方法中的可选择步骤，可能有必要制定补充文件或细则。

6.1.4 当客户未指定所用的方法时，实验室应选择适当的方法并通知客户。推荐使用以国际标准、区域标准或国家标准发布的方法，或由知名技术组织或有关科技文献或期刊中公布的方法，或设备制造商规定的方法。实验室制定或修改的方法也可使用。

## 6.2 方法选择的要求

6.2.1 实验室选择使用方法应满足GB/T 27025—2019中7.2.1.4的要求。

6.2.2 除特定的合同约定或客户要求外，实验室应优先使用国际、区域、国家标准中发布的方法。

6.2.3 实验室使用的方法不是本标准6.2.2中所列方法，而是国家有关职能部门、知名技术组织或有关科学书籍和期刊公布的，或由设备制造商指定的方法，如果实验室能确认这些方法已经溯源至国家计量标准，且有基本的方法性能指标研究结果，可作为标准方法加以采用。否则只能作为非标准方法采用。

## 6.3 方法建立（开发）的要求

6.3.1 当需要开发方法时，应予以策划，指定具备能力的人员，并为其配备足够的资源。在方法开发的过程中，应进行定期评审，以确定持续满足客户需求。

6.3.2 开发计划的任何变更应得到批准和授权。

6.3.3 对实验室活动方法的偏离，应事先将该偏离形成文件，做技术判断，获得授权并被客户接受。

注：客户接受偏离可以事先在合同中约定。

## 7 方法的验证和确认

### 7.1 总则

7.1.1 实验室应在首次采用标准方法之前，对其进行验证。

7.1.2 实验室在首次采用非标准方法、实验室开发的方法、超出预定范围使用的标准方法、或其他修改的标准方法前，应按照GB/T 27025—2019中7.2.2的要求进行确认，以证实该方法适合于预期用途或应用领域。

7.1.3 如果依据的检测方法文本中已经给出了完整的验证或确认程序，实验室应严格执行该方法规定的要求。如果依据的检测方法文本中未明确给出验证或确认程序，或给出的验证或确认程序不完整，需按本标准的要求进行验证或确认。

注：对检测方法的验证或确认是证明实验室在一个合理的可接受水平范围内，采用该方法出具准确可靠数据的过程。

7.1.4 验证或确认包括证明实验室建立的方法满足其准确度（包含正确度和精密度的）和其他有关参数的要求。

7.1.5 验证或确认内容及其结果输出的多少是实验室综合平衡技术经济条件的结果，实验室可根据现有技术经济条件决定，但至少应包含分析系统适应性和准确度的内容。

7.1.6 如果实验室使用的方法发生变动（方法变动），应重新确认。方法变动包括：方法运用到新的基质中，即新的样品或样品前处理过程发生重大变化；仪器的检测条件发生重大变化；本标准附录规定的方法变动。

7.1.7 实验室应授权具有资格的人员负责验证或确认计划制定和实施。

### 7.2 方法验证的要求

7.2.1 实验室在引入方法前，应验证能够正确地运用该方法，以确保实现所需的方法性能。应保存验证记录。如果发布机构修订了方法，应在所需的程度上重新进行验证。



7.2.2 一般情况下，验证的内容应包含（但不限于）分析系统适应性、空白试验、准确度（正确度与精密度）、检出限和定量限、线性及校准、测量不确定度。

### 7.3 方法确认的要求

7.3.1 实验室在首次采用非标准方法、实验室开发的方法、超出预定范围使用的标准方法、或其他修改的标准方法前，应按照GB/T 27025—2019中7.2.2的要求进行确认，以证实该方法适合于预期用途或应用领域。

7.3.2 一般情况下，确认的内容应包含（但不限于）分析系统适应性、选择性、耐用性、线性及校准、回收率、准确度（正确度与精密度）、检出限和定量限、稳定性、检测能力、测量不确定度。

7.3.3 实验室应对非标准方法、实验室制定的方法、超出预定范围使用的标准方法、或其他修改的标准方法进行确认。确认应尽可能全面，以满足预期用途或应用领域的需要。

注1：确认可包括检测物品的抽样、处置和运输程序。

注2：可用以下一种或多种技术进行方法确认：

- a) 使用参考标准或标准物质进行校准或评估偏倚和精密度；
- b) 对影响结果的因素进行系统性评审；
- c) 通过改变控制检验方法的稳健度，如培养箱温度、加样体积等；
- d) 与其他已确认的方法进行结果比对；
- e) 实验室间比对；
- f) 根据对方法原理的理解以及抽样或检测方法的实践经验，评定结果的测量不确定度。

7.3.4 当修改已确认过的方法时，应确定这些修改的影响。当发现影响原有的确认时，应重新进行方法确认。

7.3.5 当按预期用途评估被确认方法的性能特性时，应确保与客户需求相关，并符合规定要求。

7.3.6 实验室应保存以下方法确认记录：

- a) 使用的确认程序；
- b) 规定的要求；
- c) 确定的方法性能特性；
- d) 获得的结果；
- e) 方法有效性声明，并详述与预期用途的适宜性。

### 7.4 SOP的要求

7.4.1 应根据方法验证或确认的结果编制SOP。

7.4.2 按照相关要求编制SOP，履行审批手续后用于指导检测工作。

## 8 实验室内部质量控制要求

### 8.1 总则

8.1.1 实验室应进行内部质量控制，以监控检测结果的有效性。

8.1.2 记录内部质量控制结果数据的方式应便于发现其发展趋势，如可行，应采用统计技术审查结果。

8.1.3 实验室应分析内部质量控制活动的数据用于控制实验室活动，适用时实施改进。如果发现内部质量控制数据分析结果超出预定的准则时，应采取适当措施防止报告不正确的结果。

### 8.2 影响内部质量的因素

- 8.2.1 实施实验室活动的人员、设施、设备、系统及支持服务均是影响实验室内部质量的因素。
- 8.2.2 实验室应确保人员具备其负责的实验室活动的的能力，以及评估偏离影响程度的能力。
- 8.2.3 设施和环境条件应适合实验室活动，不对结果有效性产生不利影响。
- 8.2.4 用于测量的设备应能达到所需的测量准确度和（或）测量不确定度，以提供有效结果。
- 8.2.5 实验室应确保影响实验活动的外部提供的产品和服务的适宜性。

### 8.3 内部质量控制的方法

8.3.1 实验室应对内部质量控制进行策划和审查，适当时，应包括但不限于以下方式：

- a) 使用标准物质或质量控制样品；
- b) 使用其他已校准能够提供可溯源结果的仪器；
- c) 测量和检测设备的功能核查；
- d) 适用时，使用核查或工作标准，并制作控制图。
- e) 测量设备的期间核查；
- f) 使用相同或不同方法重复检测或校准；
- g) 留存样品的重复检测或重复校准；
- h) 物品不同特性结果之间的相关性；
- i) 审查报告的结果；
- j) 实验室内比对；
- k) 盲样测试。

8.3.2 可行和适当时，实验室应通过与其他实验室的结果比对进行监控其检测能力水平。监控应予以策划和审查，包括但不限于以下一种或两种措施：

- a) 参加能力验证；  
注：GB/T 27043—2012包含能力验证和能力验证提供者的详细信息。满足GB/T 27043—2012规定要求的能力验证提供者被认为是有力能力的。
- b) 参加除能力验证之外的实验室间比对。

### 8.4 质量控制样品的基本要求

8.4.1 质量控制样品是插入组批中与检测样品一同经历同样检测过程的样品。因此，质量控制样品应对检测样品具有可靠的代表性，且满足下列性能要求：

- a) 质量控制样品和检测样品应有相同的误差来源；
- b) 质量控制样品与检测样品应有相同的基质，包括可能与准确度有关的次要成分也应相同；
- c) 质量控制样品和检测样品应具有相似的物理状态，如与检验样品具有相同的粉碎状态；
- d) 被测目标组分浓度范围应同检测样品基本一致，并被准确赋值。

8.4.2 实验室可使用有证标准物质、采用特定方法准确赋值后的材料（如实施能力验证计划后的剩余样品）、实验室在确认自身条件可靠的情况下得到准确含量或浓度的样品（如实验室确认分析系统稳定可靠的时间段内，重复检测样品得到的平均值作为目标组分含量或浓度的最佳估计值），作为质量控制样品。应确保质控样与检测过程中用于赋值的标准物质之间相互独立。

### 8.5 组批

8.5.1 应尽可能以组批作为内部质量控制对象。实验室在检测中，应使用相同方法和程序，将具有相同或相近的物理化学性质的样品组成一个组批。

注：物理化学性质相近是指性质可能有区别，但这种区别不会导致检测条件改变。在一批样品分析过程中，试剂、仪器、分析人员和实验室条件都应相同。在此情况下，分析批的系统误差和随机误差都会保持不变，该批样品就是IQC操作的一个基本单元。

8.5.2 在组批中应随机安排质量控制样品检测顺序，将分析过程中由于系统的微小变化（如试剂可能发生降解、仪器可能发生漂移、对仪器设备的微调或者实验室温度有可能发生变化）所导致的系统效应转化为随机效应。

## 8.6 实验室内部质量控制的组成

实验室内部质量控制包括两方面工作内容：一是检测人员在检测过程中所采取的质量控制措施（简称“检测过程质量控制”，其后使用简称），二是质控部门或质控人员实施的分析系统核查。饲料质量安全检测实验室应结合方法具体情况对本文件要求的内部质量控制措施予以调整，以便于运用。

## 8.7 检测过程质量控制要求

8.7.1 每批检测样品均应附带空白（或阴性样品）、加标回收（或已知值样品）、重复样品。检测顺序为：空白（或阴性样品）、样品、加标回收（或已知值样品）、重复样品。

8.7.2 每间隔20个样品附带一组质量控制样品。如果样品批量不足20，也应视为一批，实施完整的检测过程质量控制。

8.7.3 实验室可根据具体情况对样品批量作出适当调整。例如，长时间分析系统核查结果表明，分析系统均处于稳定状态，则可在其后的检测中适当加大批量；如果核查表明，分析系统处于不稳定状态，则应减小批量。

8.7.4 承担仲裁检验或验证检验时，检测过程质量控制措施更为严格。阳性对照样品（实物标样或加标样品）中目标组分含量或浓度应大致等于法定允许限量或方法检出限的2~3倍，阴性对照和试剂空白样应与每批样品一同分析。在分析仪器上的进样顺序是：试剂空白、阴性对照样品、要验证或仲裁的样品、阴性对照样品，最后是阳性对照样品。任何顺序的调整都应有充分理由证明其合理性。

### 8.7.5 样品检测结果准确性判断准则

每批样品检测中，检测人员应根据SOP的要求判断质量控制结果是否满足要求。样品和重复样品检测结果之间的差异不能超过实验室重复性限；回收率应处于实验室方法验证或确认阶段所确认的回收率置信范围内。

### 8.7.6 样品前处理液中目标组分浓度调整

必要时，还应对样品前处理液中目标组分的浓度进行调整，并满足以下要求：

- a) 一般情况下，样品经过前处理并定容之后，其中目标组分的浓度至少应处于校准曲线工作范围内，最好处于校准曲线工作范围的中部。如果超出工作范围，应调整样品处理液中目标组分浓度，直到满足上述要求。
- b) 实验室应根据上述要求，在SOP中给出可行的程序。

### 8.7.7 校准曲线维护

校准曲线维护应满足下列要求：

- a) 如果要使用校准曲线，应在SOP中规定校准曲线的使用期限和维护的要求。
- b) 每次使用已有的校准曲线时，应按照SOP的要求实施校准曲线核查。只有通过核查满足要求的校准曲线才能继续使用，否则应重新制作校准曲线。
- c) 应在检测原始记录中记录校准曲线核查的结果。
- d) 必要时应建立校准曲线的截距和斜率控制图，用于控制校准曲线的质量。

## 8.8 分析系统核查

### 8.8.1 一般原则

实验室核查分析系统，应符合以下一般原则：

a) 应使用8.8.4规定的分析系统核查工具核查已建立的分析系统。通过核查表明系统运行超出控制范围之外,则检测结果不可信,需要调查原因,对分析系统实施纠正措施后,再重新检测。实验室管理者还需制定有关分析系统核查信息反馈、纠正措施以及有关员工激励机制的程序。

注:由于误差影响,可能会对个别样品测试中存在的过失误差或短期的干扰无法鉴别。

b) 实验室应明确承担分析系统核查职责的部门或人员。

c) 通过分析系统核查结果所得结论,只适合检测方法验证或确认后的浓度范围内的样品检测。

d) 通过方法验证或确认建立的分析系统,其构成系统的要素均被确定,且系统的性能指标证明能满足相关要求,能出具准确可靠的检测结果。一旦要素发生变化,需重新确认变化的要素对检测结果的影响程度,根据确认的结果调整分析系统。

e) 检测人员在检测过程中主要质量责任是确保分析系统稳定,严格按照SOP的要求实施检测过程质量控制措施,当结果满足SOP要求时,可以报出检测结果。

f) 实验室质控部门或质控人员按照SOP的要求实施分析系统核查,根据核查结果得出系统是否正常的结论。如果核查表明系统已发生偏离,质控部门或质控人员与检测人员一道分析原因,制定和实施纠正措施。纠正措施实施完毕后,质控部门或质控人员应再次核查分析系统,以证明系统已经恢复正常。

## 8.8.2 用于分析系统核查的质量控制样品

### 8.8.2.1 质量控制样品的性质

用于分析系统核查的质量控制样品应具备性质稳定、含量不变、足够均匀、数量足够的特点。实验室应确保此4个要求得到满足。

### 8.8.2.2 质量控制样品种类

用于分析系统核查的质量控制样品包含有证标准样品(即CRM基质)、标准溶液(包括参考物质或内部质量控制样品)、空白样及常规测试样4类:

a) CRM基质:实验室利用CRM基质的重复检测结果能准确揭示系统效应(偏倚)和精密度。只要实际情况和经济条件允许,应尽可能使用CRM基质。但是,相对于样品,CRM基质具有更好的均匀性和较少的干扰物质,利用CRM基质的重复检测结果得到的精密度往往优于利用常规样品重复检测的精密度,这一点应引起实验室重视。

b) 标准溶液,参考物质或内部质量控制样品:与CRM基质相同,标准溶液、参考物质或内部质量控制样品同样能提供方法有关的系统效应和随机效应信息。如果在方法验证或确认初期已经证明,实验室检测这类核查样品与测试样,所得到的方法随机效应相近,则可使用这类样品,获得精密度数据。

c) 空白样品:实验室可利用不含目标组分的空白样品建立控制图。这种情况下,使用空白样品检测的结果应扣除试剂空白的值。

d) 常规测试样品:如果实验室证明了使用重复检测CRM基质和标准溶液、参考物质或内部质量控制样品所得结果的精密度远小于常规测试样的精密度时,应使用常规测试样作为核查样品。使用常规样品作为核查样品的前提条件是样品性质稳定、含量不变、足够均匀、数量足够。

### 8.8.3 核查频次

应将分析任务区分为检测频率高、检测频率低和特殊分析等几类,按下列要求决定分析系统核查频次:

a) 检测频率低,每批样品数量不足20个,批内样品目标组分浓度或含量范围较小。这种情况下,可确定一个浓度或含量点,在此浓度或含量点制作控制图。以后分析系统核查中,每批样品中至少

加入一个质控样，将检测所得的单个结果或平均值（重复检测多个质控样）标在控制图上，判断分析系统稳定性。

b) 检测频率高，每批样品数量大于20个，批内样品目标组分浓度或含量范围较小。这种情况下，也可以只确定一个浓度或含量点，在此浓度或含量点制作控制图。以后分析系统核查中，每间隔20个检测样品中加入一个质控样。将检测所得的单个结果或平均值（重复检测多个质控样）标在控制图上，判断分析系统稳定性。

c) 检测频率高，批内样品目标组分浓度或含量范围较大。在这种情况下，应确定至少两个具有代表性的目标组分浓度或含量水平，一个需接近目标组分浓度或含量的中等水平，另一个需接近较高或较低目标组分浓度或含量水平。在此两个浓度或含量水平上制作控制图。以后分析系统核查中，每批样品检测时，每20个检测样品中加入一个质控样。将检测所得的单个结果或平均值（重复检测多个质控样）标在控制图上，判断分析系统稳定性。

d) 特殊分析，对于一些特殊分析，统计控制的方法可能不适用。但是可以假设批内样品为同一类型，即误差充分相似。在这种情况下，应对所有被测物重复测定，并插入空白对照，加入适当数量的质量控制样品。在合适的情况下可对不同浓度的被测物进行回收率试验。当没有适当的质控限可用时，可用偏差或其他标准进行比较。

#### 8.8.4 分析系统核查工具

##### 8.8.4.1 控制图

使用控制图核查分析系统，应满足下列要求：

a) 应在SOP中规定利用控制图实施分析系统核查的要求。明确使用的控制图种类和建立、使用控制图的方法。

b) 建立控制图时，实验室应确认分析系统是稳定的，能出具准确可靠的检测结果。同时应根据8.8.3的要求确定控制的浓度或含量点。应在再现性条件下重复检测25次以上，并确保有20个以上的合格数据，才能利用这些结果建立控制图。

c) 质量控制样品应以盲样的形式混入检测样品中，确保检测人员以正常的程序实施检测，以便反映检测过程的实际状况。应由负有质量管理职责的人员或部门完成质控样的结果分析及判断，并将分析及判断结果及时反馈至检测部门或检测人员。

d) 建立控制图维护体系，管理者以及技术运作管理层应定期对控制图进行审查。如果分析系统发生了实质性改变，实验室应重新建立控制图。

e) 按照GB/T 27407、GB/T 32464给出的方法建立和使用控制图。

##### 8.8.4.2 参加能力验证计划或测量审核

参加能力验证或测量审核计划，是间歇性核查分析系统的有效措施。应按以下原则进行：

a) 参加实验室能力验证计划是实验室质量控制体系有效运行、检测结果准确可靠的间接证明，但不能代替实验室内部质量控制。

b) 实验室应根据检测能力范围，合理安排参加实验室能力验证的计划，包含参加的频次。

c) 如果没有可获取的能力验证计划，那么应向有资质的实验室申请测量审核。

##### 8.8.4.3 组织实验室间比对

组织实验室间比对用以核查分析系统，应满足下列要求：

a) 组织实验室间比对是实验室质量控制体系有效运行、检测结果准确可靠的间接自我证明，但不能代替实验室内部质量控制。

- b) 不能参加能力验证计划，也不能参加测量审核的情况下，实验室应自行制定实验室间比对计划。本文件将选择的比对实验室称为“参比实验室”。实验室应对参比实验室是否能得出准确可靠的检测结果作出准确的判断，为了便于对结果的正确评价，参比实验室不能少于2个。
- c) 应制定实验室间比对程序，经实验室相关管理者批准后执行。这类程序中，规定评价检测结果的方法尤其重要，数理统计技术在结果判断中的运用必不可少。

#### 8.8.5 测量不确定度在实验室内部质量控制中的运用

实验室应在方法验证或确认阶段系统评定测量不确定度。方法使用期间，也应定期重新评定测量不确定度。本文件给出以下建议：

- a) 在方法验证或确认阶段评定的测量不确定度是在实验室现有技术水平下，方法存在的所有误差分量的总和，将此运用到实验室质量控制活动中有更为科学的意义。实验室应研究和运用测量不确定度在实验室质量控制中的运用。
  - b) 本文件建议将测量不确定度与控制图结合起来，作为分析系统核查的有效工具。
-