ICS 67.120
CCS B 46

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB XX/ XXXXX—XXXX

畜产品质量安全检测色谱分析方法验证规范

Verification specification for method of chromatographic analysis for quality and safety detection of livestock products

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

辽宁省市场监督管理局　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。

本文件由辽宁省农业农村厅提出并归口。

本文件起草单位：辽宁省检验检测认证中心。

本文件主要起草人：郭国贤、王丽娜、李欣南、田晓玲、刘鸿鹤、刘雪红、赵红秋、卞大伟、兰雨濛、刘颖、刘凯、韩镌竹、郭思琦、傅楚凌、高铎、马帅。

本文件发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址：辽宁省农业农村厅（沈阳市和平区太原北街 2 号），联系电话：024-23447862。

文件起草单位通讯地址：辽宁省检验检测认证中心（沈阳市沈河区小南街 281 号），联系电话：024-24153310。

畜产品质量安全检测色谱分析方法验证规范

1 范围

本文件规定了畜产品质量安全检测色谱分析方法验证的技术要求。

本文件适用于畜产品质量安全色谱分析检测方法的实验室验证。

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 3358.2-2009 统计学词汇及符号 第2部分：应用统计

GB/T 6379.1-2004 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 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

GB/T 32467-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制 术语及定义

JJF 1507 标准物质的选择与应用

RB/T 063 检验检测机构管理和技术能力评价方法的验证和确认要求

3 术语和定义

以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

检出限 limit of detection

样品中可被（定性）检测，但并不需要准确定量的最低含量（或浓度），是在一定置信水平下，从统计学上与空白样品区分的最低浓度水平（或含量）。

[来源：GB/T 32467-2015,9.19]

3.2

定量限 limit of quantification

一个限量，高于该值，定量结果的正确度和精密度可接受。

[来源：GB/T 32467-2015,9.21]

3.3

精密度 precision

在规定条件下，所获得的独立测试/测量结果间的一致程度。

[来源：GB/T 3358.2-2009,3.3.4]

3.4

正确度 trueness

测试结果或测量结果期望与真值的一致程度。

[来源：GB/T 3358.2-2009,3.3.3]

3.5

重复性 repeatability

在重复性条件下的精密度。

[来源：GB/T 6379.1-2004,3.13]

3.6

再现性 reproducibility

在再现性条件下的精密度。

[来源：GB/T 6379.1-2004,3.17]

4 基本要求

4.1 验证包括实验室内验证和实验室间验证。

4.2 方法验证的内容,应涵盖该方法适用的所有样品范围、目标化合物种类，还应包含但不仅限于校准曲线、线性范围、正确度、精密度、检出限和定量限。进行验证复核试验，并得到相应的验证数据。

4.3 方法验证所用标准物质应遵循 JJF 1507。

4.4 方法验证所用样品应为经验证过的空白无干扰样品。

4.5 实验室应是取得认证认可的实验室，符合RB/T 063中5.1对人员及检验检测机构的要求.验证过程应符合GB/T 27404的要求，并依照本实验室质量手册中方法验证的要求进行方法验证申请、审批、实施。

5 验证指标与方法

5.1 校准曲线及工作范围

5.1.1 校准曲线及工作范围的验证,应在检测方法规定的工作范围内均匀布置校准曲线的各个浓度点，浓度范围应能覆盖 1 个数量级，至少包含 5 个点（不包括空白）。

5.1.2 校准曲线浓度点应包括定量限浓度、日常检测平均浓度、工作范围最高点浓度等。每个浓度点的测定次数，应至少要重复 2 次。

5.1.3 应给出校准曲线的线性回归方程、相关系数和工作范围。进行筛选方法时，线性回归方程的相关系数应不低于 0.98;进行确证方法时，相关系数应不低于 0.99。测试目标化合物浓度应在校准曲线的线性范围内。

5.1.4 对数据处理和计算结果进行说明，相关测试数据和汇总数据格式参见附录 A。

5.2 正确度的验证

5.2.1 正确度的验证应通过测定空白基质中加入已知量目标化合物的回收率测得，按不同的添加浓度所得回收率分别表达。

5.2.2 方法适用的每种基质和每种目标化合物均应做回收率试验，相同基质的样品均应进行每种目标组分的 3 个水平添加（每 1 水平不少于 3 批次，每 1 批次至少 6 个样品）：

——对于禁用物质，回收率试验在方法定量限（如无定量限，则按检出限）、2倍定量限（如无定量限，则按检出限）和10倍定量限（如无定量限，则按检出限）进行3水平试验；

——对于已制定最高残留限量（MRL）的目标化合物，回收率试验在方法定量限（如无定量限，则按检出限）、MRL、选一合适浓度点进行3水平试验；

——未制定MRL的目标化合物，回收率试验在方法定量限（如无定量限，则按检出限）、常见限量指标、选一合适浓度点进行3水平试验。

5.2.3 应给出所有正确度试验的测试数据和汇总数据，相关数据格式参见附录 A。

5.2.4 正确度验证结果以回收率表达，应达到该色谱分析方法的相关参数要求，或符合GB/T 27404中附录F表F.3测定值与真值的偏差指导范围。

5.3 精密度的验证

5.3.1 重复性的验证

5.3.1.1 重复性验证的条件应是同一实验室，由同一操作员使用相同的设备，按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试条件。

5.3.1.2 重复性实验按 5.2.2 进行。

5.3.1.3 应给出所有重复性精密度验证试验的测试数据和汇总数据，并对数据处理和结果计算进行说明。相关格式参见附录 A。

5.3.1.4 重复性精密度结果应达到该色谱分析方法的相关参数要求，或符合 GB/T 27404 中附录 F 表 F.2 实验室内变异系数。

5.3.2 再现性的验证

5.3.2.1 再现性验证的条件应在取得资质认定的不同实验室，由不同的操作员使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象互相独立进行的测试条件。

5.3.2.2 再现性实验按 5.2.2 进行。

5.3.2.3 应给出所有再现性精密度验证试验的测试数据和汇总数据。相关格式参见附录 A。

5.3.2.4 再现性精密度结果应达到该色谱分析方法的相关参数要求，或符合 GB/T 27404 中附录 F 表 F.2 实验室内变异系数。

5.4 检出限和定量限的验证

5.4.1 应结合验证方法的特点及实验室仪器设备水平制定检出限和定量限。方法包括但不限于空白标准偏差的倍数、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。

5.4.2　使用空白标准偏差倍数法计算出检出限和定量限的测定，数据格式及数据汇总参见附录 A。

5.4.4　检出限和定量限验证应达到该色谱分析方法的相关参数要求，或符合GB/T 27404中附录F.4中测定低限的规定。

6　验证报告

6.1　如果方法验证中各项指标均符合下列 6.2~6.8 要求，则方法评估为适用，并依据附录 A 中验证内容形成验证报告。如有不符合下列 6.2~6.8 要求，则方法评估为不适用，并提出修改意见和建议，重新进行新方法验证试验并对结果进行重新评估。

6.2　应说明验证试验是否符合第 5 章要求。

6.3　应说明验证数据异常值的解释、更正或剔除情况及理由。

6.4　应说明方法各项验证指标的最终结果。

6.5　应依据第 5 章验证指标与方法对各项验证结果给出符合性评估结论。

6.6　应说明验证方法的检出限、定量限和线性范围是否符合国家规定。

6.7　验证过程中涉及方法的特殊性指标（包括但不仅限于特异性、耐用性、稳定性等指标），应依据相关国家标准要求，说明验证过程、计算结果、验证结果及符合性评估结论。

6.8　如果实验室出于提高检测性能与效率的需要，对标准方法或官方方法中规定的仪器操作条件进行调整，但不能超过相关规定，如有超过，则视为方法变动，不适用于本标准。具体调整范围参见GB/T 32465中附录A《色谱分析领域方法调整准则》。

附 录 A
（资料性）
方法验证报告内容

A.1 验证报告内容

验证报告内容应包括但不仅限于参加验证试验的人员情况、实验仪器、实验试剂、实验过程、验证指标、验证原始数据、验证数据汇总整理、验证数据异常值的处理、验证数据可接受性检验、各项验证指标的计算、评估及验证结论等。并由技术负责人签发，具体数据如下：

A.2 验证数据、处理和结果

A.2.1 原始测试数据

A.2.1.1 校准曲线及工作范围测试数据见表A.1。

表A.1 校准曲线及工作范围测试数据

	序号	标准溶液浓度（单位）x	响应值y
目标化合物名称	1		
	2		
	3		
	4		
	5		
	6		
线性回归方程y=a+bx			
工作范围（单位）			
相关系数r			
注：x-目标组份标准溶液浓度（横坐标） y-响应值或峰面积（纵坐标） a-y轴上的截距 b-斜率			

A.2.1.2 方法正确度测试数据见表A.2

表 A.2方法正确度测试数据

平行样品编号		试样名称（单位）			
		加标量1	加标量2	加标量3	回收量
测试结果y（回收率，%）	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
加标回收率平均值$\bar{y}$（%）					
标准偏差S					
相对标准偏差 RSD					
注1：y为样品回收率，为（测定值-空白值）/加标值					

A.2.1.3 方法精密度测试数据见表A.3

表A.3 精密度测试数据

平行样品编号		试样名称		
		加标量1	加标量2	加标量3
测试结果 x（计量单位）	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			
平均值$\bar{x}$（计量单位）				
标准偏差S				
相对标准偏差 RSD				
注：x为样品测试结果，为测定值-空白值				

A.2.1.4 方法检出限和定量限测试数据见表A.4

表A.4 方法检出限和定量限测试数据

样品编号		试样名称	
		检出限浓度	定量限浓度
测定结果x	1		
	2		
	3		
	4		
	5		
	6		
平均值$\bar{x}$			
标准偏差S			
相对标准偏差RSD			
检出限			
定量限			
注：x为样品测试结果，为测定值-空白值			

A.2.2 验证数据汇总、处理和结果

A.2.2.1 校准曲线及工作范围汇总数据、数据处理及结果见表A.5

表A.5 校准曲线及工作范围汇总数据

实验室编号	目标组份名称	线性回归方程 y=a+bx	工作范围（单位）	相关系数r
1				
2				
3				
4				

表A.5　校准曲线及工作范围汇总数据(续)

注：x-目标组份标准溶液浓度（横坐标） y-响应值或峰面积（纵坐标） a-y轴上的截距 b-斜率
数据处理及结果：

A.2.2.2　方法正确度汇总数据、数据处理及结果见表A.6

表A.6　方法正确度汇总数据

实验室编号	试样名称（单位）		
	加标量1	加标量2	加标量3
	加标量1的回收率y_i	加标量2的回收率y_i	加标量3的回收率y_i
1			
2			
3			
4			
加标回收率平均值$\overline{y}$（%）			
相对标准偏差 RSD			
数据处理及结果：			

A.2.2.3　方法精密度汇总数据、数据处理及结果见表A.7。

表A.7 精密度汇总数据

实验室编号	试样名称								
	加标量1			加标量2			加标量3		
	平均值$\overline{x_i}$	标准偏差S_i	相对标准偏差RSD_i	平均值$\overline{x_i}$	标准偏差S_i	相对标准偏差RSD_i	平均值$\overline{x_i}$	标准偏差S_i	相对标准偏差RSD_i
1									
2									
3									
4									
平均值$\overline{x}$									
标准偏差S									
相对标准偏差RSD									
数据处理及结果：									

A.2.2.4　方法检出限、定量限汇总数据、数据处理及结果见表A.8。

表A.8　方法检出限、定量限汇总数据

实验室编号	试样名称	
	检出限（计量单位）	定量限（计量单位）
1		
2		
3		
4		
数据处理及结果：		