

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1896—2010

---

## 兽药残留实验室质量控制规范

Criterion on quality control of laboratories for residue  
analysis of veterinary drugs

2010-07-08 发布

2010-09-01 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 目 次

|   |     |
|---|-----|
| 前言 .....                                    | III |
| 引言 .....                                    | IV  |
| 1 范围 .....                                  | 1   |
| 2 规范性引用文件 .....                             | 1   |
| 3 术语和定义 .....                               | 1   |
| 4 管理要求 .....                                | 2   |
| 4.1 组织和管理 .....                             | 2   |
| 4.2 管理体系 .....                              | 3   |
| 4.3 文件控制 .....                              | 4   |
| 4.4 合同评审 .....                              | 4   |
| 4.5 检测的分包 .....                             | 5   |
| 4.6 质量和技术记录控制 .....                         | 5   |
| 4.7 服务客户 .....                              | 5   |
| 4.8 申诉和投诉处理 .....                           | 6   |
| 4.9 不符合工作的控制 .....                          | 6   |
| 4.10 纠正措施 .....                             | 6   |
| 4.11 预防措施 .....                             | 7   |
| 4.12 内部审核 .....                             | 7   |
| 4.13 管理评审 .....                             | 7   |
| 5 技术要求 .....                                | 7   |
| 5.1 人员 .....                                | 7   |
| 5.2 设施和环境 .....                             | 8   |
| 5.3 仪器设备和试验材料 .....                         | 8   |
| 5.4 采购服务与供给 .....                           | 8   |
| 5.5 测量溯源 .....                              | 9   |
| 6 过程控制要求 .....                              | 9   |
| 6.1 总则 .....                                | 9   |
| 6.2 抽样 .....                                | 9   |
| 6.3 样品的处置 .....                             | 10  |
| 6.4 方法及方法确认 .....                           | 10  |
| 6.5 检测 .....                                | 12  |
| 6.6 数据处理与控制 .....                           | 13  |
| 6.7 结果报告 .....                              | 13  |
| 7 结果的质量保证 .....                             | 14  |
| 7.1 内部质量保证 .....                            | 14  |
| 7.2 外部质量保证 .....                            | 15  |
| 附录 A(资料性附录) 本标准与 GB/T 27025—2008 条款对照 ..... | 17  |
| 附录 B(资料性附录) 残留检测实验室常用仪器设备及计量周期 .....        | 18  |

## NY/T 1896—2010

|                                    |    |
|------------------------------------|----|
| B.1 分析仪器 .....                     | 18 |
| B.2 试样预处理设备 .....                  | 18 |
| B.3 检定仪器及检定周期 .....                | 18 |
| B.4 仪器设备的期间核查要求 .....              | 19 |
| 附录 C(资料性附录) 兽药残留检测实验室工作流程控制图 ..... | 20 |
| 附录 D(资料性附录) 兽药残留检测方法性能标准要求 .....   | 21 |
| D.1 分析方法的灵敏度 .....                 | 21 |
| D.2 分析方法的准确度 .....                 | 21 |
| D.3 分析方法的精密度 .....                 | 21 |
| D.4 其他要求 .....                     | 22 |
| 附录 E(资料性附录) 兽药残留检测方法验证要求 .....     | 23 |
| E.1 总体要求 .....                     | 23 |
| E.2 验证的步骤和方法 .....                 | 23 |
| 参考文献 .....                         | 27 |

## 前 言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是兽药残留实验室质量控制规范,其中的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由农业部兽医局提出。

本标准由全国兽药残留专家委员会归口。

本标准起草单位:中国兽医药品监察所、华南农业大学、中国农业大学、华中农业大学、湖北省兽药监察所。

本标准主要起草人:周明霞、董义春、黄显会、张素霞、王玉莲、肖后军、叶妮、邢嘉琪、杨京岚。

## 引 言

本标准的编制主要以 GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》为基础,结合 GB/T 19001—2008《质量管理体系要求》的内容,参考了相关国际专业组织的文件、国内外行业标准和专业文献中适用的内容,并充分融合了国内相关实验室的管理经验。

本标准旨在规范、指导和帮助兽药残留实验室,使其满足 GB/T 27025 和兽药残留分析质量控制的具体要求。

除 GB/T 27025 外,本标准参考的相关文件主要包括《良好实验室规范准则与管理》系列丛书(OECD Series on principles of good laboratory practice and compliance monitoring)、国际食品法典委员会(CAC)、《兽药残留分析中良好实验室规范》(Guidelines on good laboratory practice in residue analysis,CAC/GL 40 - 1993,Rev. 1 - 2003 CAC/GL 40 - 1993,Rev. 1 - 2003)、《执行关于分析方法运行和结果解释的欧盟委员会指令 96/23/EC》。

本标准的第 4 章规定了兽药残留实验室开展有效管理的体系和要求;第 5 章规定了兽药残留实验室开展检测和(或)研究所需具备的技术能力要求;第 6 章规定了兽药残留检测实验室检测过程的控制要求;第 7 章规定了对兽药残留检测结果的质量保证要求。

本标准不作为判断实验室是否满足相关法规及安全要求的依据。

兽药残留检测是指采取化学分析及生化分析手段和装置从事动物性产品中兽药残留的安全性检测,主要包括受理、测试方法准备和确认、样品采集和处置、检测过程控制和结果的确认、报告等一系列过程。本标准主要适用于从事动物性产品中兽药及其有毒有害化学品残留检测的实验室,兽药残留研究实验室可参照使用,其他相关检测实验室可参考本标准。

建议相关实验室在使用本标准前,应熟悉和掌握 GB/T 27025 的相关内容。本标准与 GB/T 27025—2008 的条款对照参见附录 A。

## 兽药残留实验室质量控制规范

### 1 范围

本标准规定了兽药残留实验室质量控制的管理要求、技术要求、过程控制要求、检测与检测方法要求和结果的质量保证要求。

本标准适用于从事动物性产品中兽药(包括有毒有害化学品)残留检测实验室的质量控制。兽药残留研究实验室可参照使用。

### 2 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 8170 数字修约规则

GB/T 19000 质量管理体系基础和术语(GB/T 19000—2000, idt ISO 9000:2000)

GB/T 20000.1 标准化工作指南 第1部分:标准化和相关活动的通用词汇(GB/T 20000.1—2002, ISO/IEC Guide 2:1996, MOD)

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求(GB/T 27025—2008, ISO/IEC 17025:2005, IDT)

VIM 国际通用计量学基本术语[由国际计量局(BIPM)、国际电工委员会(IEC)、国际临床化学和实验医学联合会(IFCC)、国际标准化组织(ISO)、国际理论化学和应用化学联合会(IUPAC)、国际理论物理和应用物理联合会(IUPAP)和国际法制计量组织(OIML)发布]

执行关于分析方法运行和结果解释的欧盟委员会指令 96/23/EC(2002/657/EC)

### 3 术语和定义

GB/T 27025、GB/T 19000、GB/T 20000.1 和 VIM 中确立的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**质量控制 quality control**

为达到质量要求所采取的作业技术和活动。

#### 3.2

**内部质量控制 internal quality control**

与控制分析和随后必要的纠偏活动相关的实验室质量控制工作。

#### 3.3

**最高管理者 top management**

在最高层指挥和控制实验室的一个人或一组人。

#### 3.4

**实验室管理层 management personnel of laboratory**

在实验室最高管理者领导下负责管理实验室活动的人员。

#### 3.5

**检测 test**

按照规定程序,对确定给定产品的一种或多种特性进行处理或提供服务所组成的技术操作。

### 3.6

#### **作业指导书 operating instructions**

对实验室工作具体实施方案、方法和程序等的详细说明或指导性文件。

### 3.7

#### **实验室能力 laboratory capability**

实验室进行相应检测所需的物质、环境、信息资源、人员、技术和专业知识。

### 3.8

#### **标准操作规程 standard operating procedures**

描述如何进行试验操作或试验活动的文件化规程,其内容一般在试验计划书或试验准则中不作详细描述,仅引用其代码。

### 3.9

#### **原始数据 raw data**

在试验中记载检验或研究工作的原始记录和有关文书材料,或经核实的复印件,包括观察记录、试验记录本、照片、底片、色谱图、缩微胶片、磁性载体、计算机打印资料、自动化仪器记录材料、标准物质保管记录等。

### 3.10

#### **对照样品 control sample**

已知样品成分含量、可用于重复性测试及控制测试过程准确度的样品。

### 3.11

#### **对照物质 reference substance**

在试验中与供试物进行比较的物质。

## 4 管理要求

### 4.1 组织和管理

4.1.1 兽药残留实验室(以下简称实验室)或其所在组织应是一个能够承担法律责任的实体。非独立法人单位,应有其在母体组织中的地位以及母体对不干涉其检验工作的承诺。

4.1.2 实验室在其固定设施内或在其负责的固定设施外其他场所,包括临时或移动设施进行工作时,应符合本标准的有关要求。

4.1.3 如果实验室所在的组织还从事检测以外的活动,为了鉴别潜在的利益冲突,应界定该组织中涉及检测或对检测活动有影响的关键人员的职责。

4.1.4 实验室管理层应负责管理体系的建立、实施和改进,包括:

- a) 实验室的管理人员和技术人员应具有所需的权力和资源来履行包括实施、保持和改进管理体系的职责,识别对管理体系或检测程序的偏离以及采取预防或减少这些偏离的措施;
- b) 有措施确保实验室管理层和工作人员不受任何来自内、外部的不正当的商业、财务和其他对工作质量有不良影响的压力和影响;
- c) 制定客户信息保密政策和程序,保护客户机密信息和所有权,包括保护电子传输和存储结果的程序;
- d) 制定人员公正性教育政策和程序,避免实验室工作卷入任何可能会降低其能力、公正性、判断或运作诚实性的可信度的活动;
- e) 确定实验室的组织和管理机构,其在母体组织中的地位以及质量管理、技术运作和支持服务之间的关系;

- f) 规定对检测质量有影响的所有管理、操作和核查人员的职责、权力和相互关系；
- g) 由熟悉检测方法、程序、目的和结果评价的人员，适时对实验室各级人员进行培训，并进行充分地监督；
- h) 由技术管理人员全面负责技术运作，确保实验室运作质量所需的资源；
- i) 指定一名员工作为质量负责人，授予其责任和权力，保证管理体系的运行实施，质量负责人应直接向负责决定实验室政策和资源保障的实验室管理层报告工作；
- j) 指定实验室关键管理人员的代理人；
- k) 确保实验室人员理解他们活动的相互关系和重要性，以及如何为管理体系质量目标的实现做出贡献。

4.1.5 实验室最高管理者应确保在实验室内部建立适宜的沟通机制，保证管理体系的有效运行。

## 4.2 管理体系

4.2.1 实验室应建立、实施和保持与其活动范围相适应的管理体系。实验室应将其政策、制度、计划、程序、计划和指导书形成文件，并传达至所有相关人员，保证他们充分理解、获取和执行这些文件。

4.2.2 实验室管理体系中与质量有关的政策，包括质量方针声明，应在质量手册中阐明。实验室应制定总体目标，并在管理评审时对其有效性进行评审。实验室最高管理者授权发布质量方针声明，并应向全体员工宣贯。该质量方针声明包括：

- a) 实验室管理层对良好职业行为和服务质量的承诺；
- b) 实验室管理层关于实验室服务标准的声明；
- c) 与质量有关的管理体系的目标；
- d) 要求实验室与检测相关的人员熟悉、理解质量文件的要求，并在工作中贯彻执行；
- e) 实验室管理层对遵循本标准及持续改进管理体系有效性的承诺。

4.2.3 实验室最高管理者应提供建立和实施管理体系以及持续改进其有效性承诺的证据。

4.2.4 实验室最高管理者应将满足客户要求和法定要求的重要性传达至所有相关人员。

4.2.5 质量手册应包括或指明含技术程序在内的支持性程序，并概述管理体系中所用文件的架构。

注1：实验室质量手册可包括但不限于以下内容：

- 1) 引言；
- 2) 概述，包括法律地位、公正性声明、服务范围和主要职责；
- 3) 质量方针、目标和承诺；
- 4) 术语与缩略语；
- 5) 组织；
- 6) 质量管理体系；
- 7) 文件控制；
- 8) 质量与技术记录控制；
- 9) 分包；
- 10) 服务和供应品的采购；
- 11) 与客户的交流沟通与服务；
- 12) 合同评审；
- 13) 申诉和投诉；
- 14) 不符合检测工作的发现与控制；
- 15) 改进与纠正；
- 16) 预防措施；
- 17) 内部审核与管理评审；
- 18) 人员的要求、培训与考核管理；
- 19) 实验设施和环境条件；



- 20) 检验方法;
- 21) 设备、标准物质、试剂和易耗品的管理;
- 22) 量值溯源;
- 23) 环境保护与安全健康(适用时);
- 24) 研究和开发(适用时);
- 25) 抽样和样品处置;
- 26) 检测结果的质量控制;
- 27) 检测结果报告;
- 28) 实验室信息系统(适用时)和安全;
- 29) 实验室的质量管理控制流程。

注 2: 实验室管理层可指定质量管理人员, 建立并实施对计量仪器、标准物质及分析系统进行检定(核准)的计划(必要时, 包括辅助设备的检查计划), 并对检定(校准)和检查结果进行分析和确认, 以确保其状态满足工作要求。

4.2.6 质量手册中应规定技术管理人员和质量管理人员的作用和责任, 包括确保遵循本标准的责任。

4.2.7 当策划和实施管理体系的变更时, 实验室最高管理者应确保保持管理体系的完整性。

### 4.3 文件控制

4.3.1 实验室应建立和维持程序来控制管理体系所有文件。内部制定文件包括质量手册、管理程序、技术程序、作业指导书、记录表格、图表、计划等; 来自外部的文件包括法律法规、政府管理部门文件、规范、国际和国家以及区域性的标准、规程、方法、仪器设备使用说明书、客户提供文件及有关信息、资料、手册等。受控文件可保存在纸制或非纸制的媒介上, 应备份存档, 并规定保存期限。

4.3.2 实验室应建立一种有效畅通的机制, 能保证及时获得政府管理机构的法律法规指令和管理要求, 并确保及时更新技术标准。

4.3.3 实验室应建立识别管理体系中文件当前的修订状态和分发的控制清单或等效的文件控制程序, 并使之易于获取, 以防止使用无效和(或)作废的文件。

4.3.4 发放给实验室人员的所有管理体系文件, 在发布之前应由授权人审查并批准使用。实验室应建立识别管理体系中文件当前的修订状态和分发的控制清单或等效的文件控制程序, 并使之易于获取, 以防止使用无效和(或)作废的文件。

4.3.5 文件控制程序要确保:

- a) 在对实验室有效运作有重要作用的所有场所, 都能得到相应文件的授权版本;
- b) 定期审查文件, 必要时进行修订, 确保其持续适用;
- c) 新版本管理体系文件自批准颁发之日起, 旧版本同时废止并收回;
- d) 失效作废的文件及时撤除或用其他方法确保不被误用, 出于法律或知识保存目的而保留的作废文件应做适当的标记;
- e) 所有管理体系文件应有唯一性标识, 包括发布日期、版次和(或)修订标识、页码、总页数、文件结束标记和发布机构。

### 4.3.6 文件更改

4.3.6.1 除另有规定外, 文件的变更应由原审查责任人进行审查和批准。被指定人员应获得进行审查和批准所依据的有关背景资料。

4.3.6.2 如果实验室的文件控制制度允许在文件再版前对文件进行手写修改, 应确定修改的程序和权限。修改处应有清晰的标注、签名缩写和日期。修改的文件应尽快正式发布。

### 4.4 合同评审

4.4.1 实验室应建立和保持对客户的要求、检测的合同(协议)进行评审的程序。应当对满足合同要求的能力进行评价, 在客户的期望与需求得到充分理解后做出充分规定, 形成文件, 并予以实施和保证。客户的要求或标书与合同之间的任何差异, 应在工作之前得到解决。每项合同应被实验室和客户双方

接受。

注 1:对客户、标书和合同的评审应当以可行和有效的方式进行,并考虑财务、法律和时间安排的影响。

注 2:对客户的要求、合同的评审应包括检验依据、检验项目、检验类别及客户的特殊要求等。

注 3:对实验室能力的评审,应当证实实验室具备了必要的物力、人力和信息资源,且实验室人员对所从事的检测具有必要的技能和专业技术。该评审也可包括以前参加的实验室间比对或能力验证的结果和(或)为确定测量不确定度、检出限、置信限等而使用的已知值样品或物品所做的试验性检测计划的结果。

注 4:合同可以是为客户提供检测服务的任何书面的或口头的协议。

4.4.2 应保存包括任何重大变化在内的评审记录。在执行合同期间,就客户的要求或工作结果与客户进行讨论的有关记录,也应予以保存。

4.4.3 实验室合同评审应以有效和可行的方式进行。对常规或简单工作的评审,由实验室负责合同工作的人员(应授权)注明日期并加以标识即可。重复性常规工作,如果客户要求不变,则只需在初期调查阶段或在与客户总协议项下对持续进行常规工作合同批准时进行评审。对于新的、复杂的或先进的检测任务,需进行全面的评审,且需保存所有记录。

4.4.4 评审的内容应包括被实验室分包出去的任何工作。

4.4.5 对合同的任何偏离均应通知客户。

4.4.6 在执行合同期间,如需对合同进行修改,应按原程序进行重新评审,并将修改内容通知所有受到影响的人员。

#### 4.5 检测的分包

4.5.1 实验室由于承检能力所限(如工作量、需要更多专业技术或暂时不具备能力)需将工作分包时,应分包给有能力的分包方。

注:分包时应确认分包方的检验能力,对该分包方的实验室仪器设备、环境条件、人员素质、质量管理等能力进行评价,选择符合 ISO/IEC 17025:2005 要求的实验室。

4.5.2 实验室应将分包安排的情况以书面的形式通知客户,并应得到客户的同意,最好是书面的同意。

4.5.3 实验室应保存检测中使用的所有分包方的登记表,并保存其有关工作符合本标准的证明记录。

#### 4.6 质量和技术记录控制

4.6.1 实验室应建立和保持识别、收集、存取、归档、储存维护和清理控制质量和技术记录的程序。质量记录应包括来自内部审核和管理评审的报告及纠正和预防措施记录。

4.6.2 所有记录应清晰明了,并按照易于存取的方式保存,储存设施环境应能够防止记录的损坏、变质和丢失。所有记录应予安全保护和为客户保密。

4.6.3 实验室应明确规定各种质量和技术记录的保存期。保存期限应根据检测性质或记录的具体情况来确定,某些情况下依照法律法规要求来确定。

4.6.4 应建立程序来保护以电子形式存储的记录,并制备备份,防止未经授权的人入侵或修改。

4.6.5 技术记录应:

- a) 确保技术记录包括足够的信息,以便识别不确定度的影响因素,并能保证该检测在尽可能接近原检测条件的情况下能够再现检验结果。
- b) 确保在工作时及时记录观察结果、数据和计算结果,并能按照特定任务分类识别。记录时,应包括抽样、检测和复核人员的标识。
- c) 记录出现错误时,每一错误应划改,将正确值填写在旁边。对记录的所有改动,应有改动人的签名(签名章)或签名缩写。对电子存储的记录也应采取同等措施,避免原始数据丢失或改动。

注 1:质量记录应包括:内部审核和管理评审记录;纠正措施、预防措施记录;人员培训和考核记录;申述和投诉记录。

注 2:技术记录应包括:检验记录;实验室间比对或能力验证记录;仪器、设备使用记录;期间核查记录等。

#### 4.7 服务客户

4.7.1 实验室应制定政策和程序,以适当的形式与客户交流合作,明确客户的要求。在确保其他客户机密的前提下,允许客户检测、进入实验室观察等与其委托有关的要求。

4.7.2 当有必要为客户提供适当的相关专业咨询服务时,实验室应授权技术人员负责为客户提供服务,实验室应对客户咨询做出口头或书面的解释说明。

4.7.3 在检测过程中的任何延误或主要偏离,应及时通知客户。

4.7.4 为预防(减少)公共安全事件的发生,当实验室的检测结果表明出现阳性结果时,实验室应立即将检测结果通知客户,并应及时向有关政府管理机构报告。

4.7.5 实验室应向客户征求反馈意见,无论是正面的还是负面的。应分析这些意见并应用于持续改进管理体系、检测活动及对客户的服务。

4.7.6 保存客户服务记录,这些记录包括客户的咨询服务、客户的反馈意见、与客户的有关讨论以及实验室的工作。

#### 4.8 申诉和投诉处理

4.8.1 实验室应有政策和程序,收集、分析和处理客户的投诉或其他反馈意见。应保存所有申诉和投诉的记录以及实验室针对申诉和投诉开展的调查和纠正措施的记录。

4.8.2 涉及实验室检测结果质量问题方面的投诉,实验室应及时组织调查分析,确定原因,及时回复。经调查核实,属实验室检测质量方面的问题,实验室应立即执行4.9中规定的不符合检测工作控制程序。已对客户造成损害的,要尽量挽回和降低对客户造成的损失和影响。

#### 4.9 不符合工作的控制

4.9.1 当检测过程的任何方面或该工作的结果不符合制定的程序或与客户的约定时,实验室应实施既定的不符合工作的控制政策和程序。该政策和程序应确保:

- a) 质量管理人员有责任 and 权利负责处理不符合检测工作,规定当不符合工作被确定时应采取的措施(包括必要时暂停工作,扣发检测报告);
- b) 对不符合检测工作的严重性做出评价;
- c) 立即进行纠正,同时根据评价结果,规定应采取的措施;
- d) 必要时,通知客户并取消工作;
- e) 若检验报告已向外发布,应立即采取适当的补救措施;
- f) 确定停止和批准恢复工作的职责;
- g) 保存每一次不符合检测工作的记录,实验室管理层应定期评审不符合检测工作的记录,以发现不符合趋势并采取相应的预防措施。

注:不符合检测工作的识别可在管理体系和技术运作的各个环节进行,如质量监督人员的报告、客户投诉、仪器核准和期间核查、易耗品检查、报告或证书检查、内部审核、管理评审、外部审核、能力验证和质量控制等。

4.9.2 如果确认不符合检测工作可能再次发生或对实验室与其政策和程序的符合性产生怀疑时,应立即执行4.10中规定的纠正措施程序。

#### 4.10 纠正措施

4.10.1 实验室应制定纠正措施的政策和程序,并应制定合适的人员,在确认出现不符合工作、偏离管理体系或技术运作的政策和程序时实施纠正措施。

4.10.2 纠正措施程序应以确定问题的原因开始,并应制定预防措施。

4.10.3 纠正措施应切实有效、合理,能够防止问题再次发生。由纠正措施而导致的任何变更,应制成文件并加以实施。

4.10.4 纠正措施实施后,实验室应对纠正措施的结果实施监控,以确保所采取的纠正措施对已发生的不符合项是有效的。

4.10.5 当对不符合工作或偏离的鉴别导致对实验室与政策和程序或与管理体系的符合性产生怀疑时,应实施附加审核。纠正措施的结果应提交实验室管理评审,并实施管理体系的必要改进。

#### 4.11 预防措施

4.11.1 在确定潜在的不符合或其他不期望情况发生的原因时,实施预防措施。

4.11.2 实施预防措施应从潜在的不符合工作中找出产生的原因和提出改进的方法。

4.11.3 实验室需采取预防措施时,应制定、执行和监控预防措施计划。预防措施程序应包括措施的启动、控制和文件化改进措施,以确保其有效性。

#### 4.12 内部审核

4.12.1 为验证实验室运作持续符合管理体系和本标准的要求,实验室应根据预定的日程表和程序,定期对其活动进行内部审核。有重大事件发生或出现严重问题时,应随时开展内审。

4.12.2 实验室质量负责人负责按照日程表的要求和管理层的需要策划和组织内部审核。内部审核计划应包括管理体系的全部要素,其内容包括审核方式、审核项目、审核次数及时间安排。内部审核应定期进行,每年至少进行1次。审核由经过培训并具备资格的人员执行。只要资源允许,审核人员应独立于所审核的活动。

注:审核重点应包括:所达到的质量目标;各类人员能否圆满执行其任务和职责;操作方法是否符合规定的检验标准、规范和规程;所有的记录是否符合规定的要求。

4.12.3 如审核中发现的问题导致对运作有效性,或对实验室检测结果的正确性或有效性产生怀疑时,实验室应及时采取纠正措施。如果发现不符合内容已对客户造成影响时,应书面通知客户。

4.12.4 实验室应保存内部审核和纠正措施的记录。跟踪审核活动应验证和记录纠正措施的实施情况和有效性。

#### 4.13 管理评审

4.13.1 实验室最高管理者应根据预定的日程表和程序,定期对实验室的管理体系和技术活动进行管理评审,以确保其适用性和有效性,并进行必要的改进,保证质量方针、质量目标的实现。管理评审工作每12个月至少组织1次。评审内容应包括:

- a) 政策和程序的适用性;
- b) 管理监督人员的报告;
- c) 近期内部审核的结果;
- d) 改进、纠正、预防措施的有效性;
- e) 外部机构的评审结果;
- f) 实验室间比对和能力验证的结果;
- g) 工作量和类型的变化;
- h) 客户的反馈;
- i) 客户的申诉和投诉;
- j) 改进的建议;
- k) 其他相关因素,如质量控制活动、资源以及员工的培训。

4.13.2 应记录管理评审中发现的问题和采取的措施。管理层应确保这些措施在适当和约定的时限内得到实施。

## 5 技术要求

### 5.1 人员

5.1.1 实验室应有足够的人力资源满足检测工作以及执行质量管理体系的需求。实验室应确保这些人员是胜任的且受到监督,并依据实验室管理体系的要求工作。

5.1.2 实验室应制定各岗位人员任职资格和岗位职责的工作描述。应确保所有操作特定设备、从事检测以及评价检测结果和签署检测报告证书人员的能力。应授权专人从事特定技术工作。

5.1.3 实验室管理层应由具备管理和专业技术能力的人员组成,实验室负责人应对实验室的整体运行和管理负责,确保检测工作的质量。

5.1.4 实验室管理层应保存所有技术人员的有关教育、培训、专业资格、工作经历和能力的记录。记录应便于有关人员查阅,及时更新。实验室应设置权限,防止未经授权接触。

5.1.5 实验室应针对不同层次的工作人员制定实验室人员的教育、培训和技能目标。应有确定培训需求和提供人员培训与考核的政策和程序。培训计划应与实验室当前和预期的任务相适应。

5.1.6 实验室应针对每个试验项目确定具有相应资历的人员担任试验项目负责人、主要研究者或试验人员,应有相应程序和记录。

## 5.2 设施和环境

5.2.1 实验室应有与检测工作相适应的基本设施,如照明、电源稳压系统、必要的停电保护装置、温度控制、通讯网络系统等设施。应保证检测场所的照明、控温等功能的正常使用。

5.2.2 实验室应配备处理紧急事故的装置、器材和物品,如喷淋装置、灭火器材、防护用具、意外伤害所需药品等。

5.2.3 实验室应有足够的面积。实验区域应按工作内容和仪器类别进行有效隔离,如制样室、样品室、天平室、仪器分析室、标准品存放区域、试剂存放区域、档案室等。

5.2.4 实验室根据工作需要应配备相应的环境调控设施,环境条件及其调控应符合试验要求。如试剂、标准品、样品存放区域应符合其规定的保存温度,冷冻、冷藏区域应进行温度监控并做好记录。

5.2.5 实验室应有保护人身健康和安全的措施。涉及有机溶剂和挥发性气体时,应在通风柜中操作。应严格控制实验室内易燃易爆、有毒有害试剂的存放量,剧毒试剂必须存放在保险柜内,统一管理,登记领用。所有废弃物的排放必须符合国家标准,防止污染环境。

5.2.6 工作区域应设安全卫生责任人,负责责任区内的环境条件控制、监测和记录、安全与卫生。

## 5.3 仪器设备和试验材料

5.3.1 实验室应根据检测工作的需要,配备相适应的仪器设备。

5.3.2 仪器设备应有表明其检定/校准状态的明显标识,标明有效期,仪器和器皿应在检定有效期内使用。

5.3.3 大型设备应建立设备档案,给予统一编号,并有专人负责管理。使用人员应经过操作培训并取得上岗操作证,严格按照说明书和操作规程使用。

5.3.4 实验室应按照规定程序对仪器设备进行使用维护和检定/校准。应有仪器设备的维护、使用、管理、检定/校准程序以及异常情况发生时应采取的措施。所有检查、维护、使用、检定/校准都应有文字记录。

5.3.5 实验室应根据业务发展的需要添置和更新仪器设备,并制定仪器购置、安装、调试和验收的相关程序。

5.3.6 供试物、标准物质以及化学试剂等试验材料应设专人保管,有完整的接收、登记、分发手续。

5.3.7 供试物、标准物质以及化学试剂等试验材料的贮存条件应符合规定的要求,存放供试物、标准物质的容器须有标签,标明名称、批次、数量、有效期等。

5.3.8 应建立供试物、试验样品等试验材料的处理、取样和贮存程序,尽量保证其均匀性和稳定性,排除其他物质的污染或混淆。

5.3.9 化学溶液应有配制程序及记录。标签应标明溶液名称、浓度、配制人、配制日期和有效期。

## 5.4 采购服务与供给

- 5.4.1 实验室应制定购买供应品和服务的程序,如化学试剂等试验材料的购买、验收和存储的程序。
- 5.4.2 实验室应制定对重要的试剂和易耗品(包括标准物质、化学试剂、实验用水等)以及对检测结果有重要影响的的服务的质量控制措施,或编制符合性检查工作指导书,其中包括符合性检查项目和符合性检查标准。
- 5.4.3 实验室应对影响检测质量的重要易耗品、供应品和服务的供应商进行评价,并保存评价记录和获批准的供应商名单。

## 5.5 测量溯源

- 5.5.1 对测试或取样结果的准确性或有效性有重要影响的测量设备,包括辅助测量设备,在投入使用前须进行检定/校准,保证测试结果的量值溯源性和可靠性。未经检定合格的仪器设备不得使用。
- 5.5.2 实验室应制定仪器设备检定/校准计划,按时进行检定/校准,检定/校准证书和自校准记录应归档保存。
- 5.5.3 仪器设备在两次检定/校准期间,日常使用时对其技术指标进行期间核查,做好记录,保持仪器处于良好状态。实验室应根据仪器设备的特性、使用频率,制定仪器设备的期间核查周期。
- 5.5.4 国外进口的标准物质应提供可溯源到国际计量基准或输出国的计量基准的有效证书或国外公认的权威技术机构出具的合格证书,应对标准物质的浓度、有效期等进行确认。
- 5.5.5 国内制备的标准物质应有国家计量部门发布的编号,并附有标准物质证书。
- 5.5.6 当使用参考物质而无法进行量值溯源时,应具有生产厂提供的有效证明,实验室应编制程序进行技术验证。
- 5.5.7 选用的标准物质应在有效期内。在标准物质有效使用期间应进行中间检查。如果标准物质在中间检查中发现已经发生分解、浓度降低等特性变化,必须立即停止使用,及时追溯使用该标准物质产生的测试结果,确定这些结果的准确性。
- 5.5.8 实验室配制的标准溶液和工作溶液标签应规范统一,标准溶液的标签要注明名称、标记、浓度、介质、配制日期、有效期限及配制人。
- 5.5.9 标准物质应根据其性质妥善存放。标准溶液贮存的条件和存放的容器应符合规定,当检测结果出现疑问时应核查所用标准溶液的配制和使用情况,必要时可重新配制并进行复测。

## 6 过程控制要求

### 6.1 总则

- 6.1.1 实验室检测过程控制的关键因素包括合同评审、抽样、样品的处置、方法及方法确认、检测和分包、数据处理与控制、结果报告。
- 6.1.2 实验室从样品接收到分析测试,直至数据处理和报告签发的全过程应有清晰的流程控制,见附录C。

### 6.2 抽样

#### 6.2.1 抽样程序

- 6.2.1.1 实验室应制定抽样过程控制程序,内容应符合政府相关管理规定和技术标准要求,主要包括目的、适用范围、名词术语或定义、职责、抽样过程(流程图)、抽样记录。
- 6.2.1.2 抽样人员应掌握抽样理论和抽样方案,具有相应商品知识和技术水平,在抽样过程中做好抽样记录。记录应包括抽样所代表的样本数量、重量、外观描述、包装方式、包装完好情况、抽样地点、日期等。
- 6.2.1.3 因客户要求偏离、增加或删减文件化的抽样程序时,应详细记录,通知有关人员,并在检测报告上予以注明。

## 6.2.2 抽样基本要求

6.2.2.1 抽样方案应建立在数理统计学的基础上,抽取的样品应具有代表性,以使对所取样品的测定能代表样本总体的特性。

6.2.2.2 抽样量应满足检测精度要求,能足够供分析、复查或确证、留样用。如需要进行测量不确定度评定的样品,应增加样品量。

6.2.2.3 应最大限度地保障以物质能被检测的方式进行样品的采集、预处理和运送。样品采集、预处理和运送过程中应避免二次污染或分析物的损失。

6.2.2.4 应使用洁净的容器盛装样品,不可使用橡胶制品的包装容器。

6.2.2.5 每件样品都应加贴唯一标识,注明品名、编号、抽样日期、抽样地点、抽样人等。

## 6.3 样品的处置

### 6.3.1 原则

6.3.1.1 实验室应制定样品管理程序和具体的作业指导书。

6.3.1.2 实验室应设样品管理员负责样品的接收、登记、制备、传递、保留、处置等工作。

6.3.1.3 在整个样品传递和处理过程中,应保证样品特性的原始性,应避免二次污染或分析物的损失。

### 6.3.2 样品接收

6.3.2.1 收样人应认真检查样品的包装和状态,若发现异常,应与客户达成处理决定。

6.3.2.2 客户若对样品在检测前有特殊的处理和制备要求时,应提供详细的书面说明。

6.3.2.3 送样量不能少于规定数量,送样量的多少应视样品检测项目的具体情况而定,至少不能少于测试用量的3倍,特殊情况送样量不足应在委托合同上注明。

6.3.2.4 样品接收时,要充分考虑到检测方法对样品的技术要求。必要时,应编制作业指导书,对样品的数量、重量、形态、检测方法对样品的适用性、局限性做出相应的规定。

### 6.3.3 样品标识

6.3.3.1 样品应编号登记,加施唯一性标识。标识的设计和使用应确保不会在样品或涉及的记录上产生混淆。

6.3.3.2 样品应有正确、清晰的状态标识,保证不同检测状态和传递过程中样品不被混淆。

### 6.3.4 样品制备、传递、保存和处置

6.3.4.1 应使用洁净的制样工具进行样品制备。制成样品应盛装在洁净的塑料袋或惰性容器中,立即闭口,加贴样品标识,将样品置于规定温度环境中保存。

6.3.4.2 检测人员应核对样品及标识,按委托项目进行检测。检测过程中的样品,不用时应始终保持闭口状态,并仍然置于规定温度环境中保存。应特别注意对检测不稳定项目样品的保护。

6.3.4.3 应对样品保存的环境条件进行控制、监测和记录。

6.3.4.4 以下情况可不留样,但应做好记录:

- a) 送样量仅够1次检测;
- b) 客户要求返还样品。

6.3.4.5 样品管理应建立台账,记录相关信息。及时处理超过保存期的留样,做好处置记录。

## 6.4 方法及方法确认

### 6.4.1 检测方法的分类

6.4.1.1 标准方法包括:

- a) 国际标准: CAC、JECFA、ISO、WHO 等;
- b) 国家(或区域性)标准: 农业部公告、中国兽药典、GB、FSIS 等;

c) 行业标准、地方标准、标准化主管部门备案的企业标准。

#### 6.4.1.2 非标准方法包括：

- a) 权威技术组织发布的方法：AOAC、FCC 等；
- b) 科学文献或期刊公布的方法；
- c) 仪器生产厂家提供的指导方法；
- d) 实验室制定的内部方法，包括实验室因承担国家、行业等相关兽药残留分析方法标准起草任务形成的标准报批稿。

#### 6.4.1.3 允许偏离的标准方法包括：

- a) 超出标准规定范围使用的标准方法；
- b) 经过扩充或更改的标准方法。

### 6.4.2 检测方法的选择

#### 6.4.2.1 基本原则

- a) 采用的检测方法必须满足客户要求并适合所进行的检测工作；
- b) 推荐采用国际标准、国家(或区域性)标准、行业标准；
- c) 保证采用的标准系最新有效版本。

#### 6.4.2.2 按下述排列顺序优先选择检测标准：

- a) 客户指定的方法；
- b) 法律法规规定的标准；
- c) 国际标准、国家(或区域性)标准；
- d) 行业标准、地方标准、标准化主管部门备案的企业标准；
- e) 非标准方法、允许偏离的标准方法。

#### 6.4.3 标准方法的控制

实验室应使用受控的标准方法，并定期跟踪检查标准方法的时效性，确保实验室使用的标准方法现行有效。

#### 6.4.4 标准方法的确认

6.4.4.1 首次采用的标准方法，在应用于样品检测前应对方法的技术要素(参见附录 E)进行验证。

6.4.4.2 验证发现标准方法中未能详述，但会影响检测结果处，应将详细操作步骤编写成作业指导书，经审核批准后作为标准方法的补充。

#### 6.4.5 非标准方法的制定

##### 6.4.5.1 引用方法

6.4.5.1.1 需要引用权威技术组织发布的方法、科学文献或期刊公布的方法、仪器生产厂家提供的指导方法时，应对方法的技术要素进行验证。

6.4.5.1.2 验证发现引用方法原文中未能详述，但会影响检测结果处，应将详细操作步骤编写成作业指导书，作为原方法的补充。

##### 6.4.5.2 实验室内部方法

6.4.5.2.1 实验室因承担国家、行业等相关兽药残留分析方法标准起草任务，或其他需求需要研制新方法时，应检索国内外状况，设计技术路线，明确预期达到的目标，制定工作计划，提出书面申请，报经批准。

6.4.5.2.2 实验室应保证新技术、新方法研制工作所需要的资源和时间。

6.4.5.2.3 实验室建立的新技术、新方法应满足兽药残留检测方法的性能标准技术要求(参见附录 D)。



6.4.5.2.4 在建立新方法或改进原方法的研究过程中,应同时对方法的技术要素(参见附录 E)进行验证试验。

6.4.5.2.5 实验室起草的相关兽药残留分析方法标准以及内部方法应按 GB/T 1.1 标准规定的格式编写。

#### 6.4.5.3 非标准方法的控制

6.4.5.3.1 非标准方法应经试验、验证、编制、审核和批准。

6.4.5.3.2 实验室应指定具相应资格的技术人员编制非标准方法,并组织专业人员进行技术审查。

6.4.5.3.3 经批准的非标准方法应受控管理,所有材料应归档保管。

6.4.5.3.4 非标准方法必须在征得客户同意后使用。

#### 6.4.6 允许偏离的标准方法的控制

6.4.6.1 允许偏离的标准方法应经验证,编制偏离标准的作业指导书,经审核批准后方可使用。

6.4.6.2 下列情况允许对标准方法作轻微偏离:

- a) 通过对标准方法的轻微偏离(如试验条件适当放宽,对操作步骤适当简化),以缩短检测时间,且这种偏离已被证实对结果的影响在标准允许的范围之内;
- b) 对标准方法中某一步骤采用新的检测技术,能在保证检测结果准确度的情况下,提高效率,或是能提高原标准方法的灵敏度和准确度;
- c) 由于实验室条件的限制,无法严格按标准方法中所述的要求进行检测,不得不作轻微偏离,但在检测过程中同时使用标准物质或参考物质加以对照,以抵消条件变化带来的影响。

#### 6.4.7 测量不确定度评定

6.4.7.1 实验室应建立测量不确定度评定程序,根据需要进行不确定度评定。

6.4.7.2 以下情况需要对测量不确定度进行评定,并在检测报告中给出不确定度值:

- a) 检测方法的要求;
- b) 测量不确定度与检测结果的有效性或应用领域有关;
- c) 客户提出要求;
- d) 当测试结果处于规定指标临界值附近时,测量不确定度对判断结果符合性会产生影响。

6.4.7.3 当检测方法给出了测量不确定度主要来源的极限值或计算结果的表示式时,实验室按照该检测方法操作与计算,可作为测量不确定度评定。

6.4.7.4 当无法对测量不确定度从计量学和统计学角度进行计算时,应对重要的不确定度分量做出合理评定,并确保结果的表达方法不会对不确定度造成误解。

6.4.7.5 测量不确定度的评定与表示方法按 JJF 1059 进行。

#### 6.5 检测

6.5.1 样品在接收、制备和测试等各个过程中应始终确保样品的原始特性、未受污染、变质或混淆。

6.5.2 测试前应做好各项准备工作:

- a) 核对标签、检测项目和相应的检测方法;
- b) 按检测方法的要求准备仪器和器皿,使用符合分析要求的试剂和水,按检测方法配制试剂、标准溶液等;
- c) 检查检测现场清洁、温度等可能影响测试质量的环境条件;
- d) 选用规范的原始记录表。

6.5.3 按检测方法和作业指导书操作。

6.5.4 需要时,随同样品测试做试剂空白试验、阴性控制样品(空白样品)试验和阳性控制样品(含药标准物质或加标样品)的回收率试验。

6.5.5 适用时,分析过程仪器进样顺序为试剂空白、阴性控制样品、待测样品、阴性控制样品再进样、阳性控制样品。顺序可根据实际情况调整,但都应有充分的理由证明其合理性。

6.5.6 当检出分析物含量超过控制限量时,适用时应采用共色谱法、质谱、光谱、双柱定性等方法进行确证或复测。

6.5.7 当测试过程出现不正常现象应详细记录,采取措施处置。

6.5.8 常规样品的检测至少应做双样品平行试验,新开验项目应进行方法学验证工作。

6.5.9 按以下要求填写原始记录并出具检测结果:

- a) 检测人员应在原始记录表上如实记录测试情况及结果,字迹清楚,划改规范,保证记录的原始性、真实性、准确性和完整性。
- b) 原始记录及计算结果应经自校、复核或审核。

## 6.6 数据处理与控制

6.6.1 检测人员对检测方法中的计算公式应正确理解,保证检测数据的计算和转换不出差错,计算结果应进行自校和复核。

6.6.2 如果检测结果用回收率进行校准,应在最终结果中明确说明并描述校准公式。

6.6.3 检测结果的有效位数应与检测方法中的规定相符,计算中间所得数据的有效位数应多保留一位。

6.6.4 数字修约遵守 GB 8170。

6.6.5 检测结果应使用法定计量单位。

6.6.6 采用计算机或自动化设备进行检测数据的采集、处理、记录、结果打印、储存、检索时,应:

- a) 建立和执行计算机数据控制程序,保证在数据的采集、转换、输入、传出、储存等过程中,数据完整不丢失;
- b) 配备符合要求的工作条件和环境条件,使计算机和自动化设备的功能正常和安全运行;
- c) 计算机使用者应经过培训,当所使用的软件发生修改后,应重新进行适当的培训。
- d) 采取有效措施,防止非法访问、越权使用和随意修改,保障计算机应用的各级授权正常有效。

6.6.7 进行数据处理软件投入使用前或修改后继续使用前的测试验证或检查,确认满足使用要求后方可运用。

## 6.7 结果报告

### 6.7.1 信息要求

6.7.1.1 不含抽样的检测报告应包括以下信息:

- a) 醒目的标题,如“检测报告”;
- b) 检测机构名称和地址;
- c) 报告的唯一性编号,每页标明页码和总页数,结尾处有结束标识;
- d) 委托方名称;
- e) 样品接收日期、测试日期或报告日期;
- f) 样品名称和必要的样品描述、原始标记、唯一性受理编号;
- g) 检测项目、检测结果和检测方法,若采用非标准方法检测的项目应明示;
- h) 授权签字人签字(签章),加盖检测机构印章;
- i) 类似“检测结果仅对送检样品负责”的声明;
- j) 类似“未经实验室书面同意,不得部分复制本报告(完整复制除外)”的声明;
- k) 类似“本报告经授权签字人签字(签章),并加盖本检测机构印章后方有效”的声明。

6.7.1.2 含抽样的检测报告,应给出 6.7.1.1(除第 i 条)所列信息外,还应包括以下内容:

- a) 抽样所代表的样本数量和(或)重量;
- b) 样本的包装方式和包装完好情况;
- c) 抽样方法;
- d) 抽样地点、日期。

#### 6.7.2 附加信息

- 6.7.2.1 对检测方法和抽样方法偏离、增删、特定条件的说明。
- 6.7.2.2 分包实验室的检测结果应清晰标明(客户要求不予标明除外)。
- 6.7.2.3 客户要求做出评定并指定评判依据时,应给出评定结论。
- 6.7.2.4 根据6.4.7.2情况给出测量不确定度。

#### 6.7.3 报告的控制

- 6.7.3.1 检测报告应有一种或几种规范格式,内容应包括必须的全部信息和客户在委托合同上列明的要求。如果不能满足客户全部要求,应与客户联系,说明理由并在委托合同上注明。
- 6.7.3.2 授权签字人审核报告和记录的准确性、一致性和完整性,确认各项内容正确无误后在检测报告上签字。
- 6.7.3.3 实验室应将检测报告与相关原始记录归档保存,报告中的每一结果都应附有经过校对的原始记录或分包实验室的检测报告原件。
- 6.7.3.4 当实验室因技术或管理上原因引起检测报告的有效性发生疑问时,应立即告知客户在使用检测数据时可能受到的影响。
- 6.7.3.5 必要时,实验室应规定检测报告的有效期限。

#### 6.7.4 报告的更改

- 6.7.4.1 实验室应制定报告更改控制程序。
- 6.7.4.2 客户收到检测报告发现有误或实验室内部发现检测报告有误,应及时提出,实验室及时组织相关人员按照程序进行更改:
  - a) 更改内容涉及原检测结果的,应对原样品进行复测后更改;
  - b) 更改内容不影响原检测结果的,可直接更改。
- 6.7.4.3 报告更改后应重新签发检测报告,并收回原检测报告。无法收回原检测报告时,应签发原检测报告的补充件,并注明类似“对编号××××检测报告的更改补充”的说明。
- 6.7.4.4 检测报告的更改,应做好记录。

#### 6.7.5 传送方式

- 6.7.5.1 实验室应根据合同评审时确认的报告发送方式将检测报告发出。当面递交报告,应凭单并由取报告人签收后才能发出。
- 6.7.5.2 发送或领取报告应有记录。

#### 6.7.6 专有权保护

- 6.7.6.1 采用计算机软件系统制作检测报告,应对软件使用权限进行控制,防止非法访问,以保证对委托方检测结果予以保密。
- 6.7.6.2 不论以何种方式传送检测报告,都应确保报告传送过程的安全保密。同时,对电子版本报告的传送应制定相应的程序确定传送的权限。

### 7 结果的质量保证

#### 7.1 内部质量保证

- 7.1.1 实验室应根据实际工作的需要制定检测结果质量控制程序和内部质量保证计划,以监控检测的

有效性,明确内部质量控制的内容、方式和要求。计划应尽可能覆盖所开展的常规检测项目和全体检测人员,保证质量控制有效和检测人员定期进行能力评估。管理评审应对计划和实施效果进行评审。内部质量控制程序可包括(但不限于)下列内容:

- a) 定期使用有证标准物质(参考物质)进行监控(俗称盲样检测)和(或)使用次级标准物质(参考物质)(俗称质控品)开展内部质量控制;
- b) 参加实验室间的比对或能力验证计划;
- c) 使用相同或不同方法进行重复检测;
- d) 对存留样品进行重复检测;
- e) 实验室内部比对,包括实验室内部不同人员、设备的比对;
- f) 分析某样品不同特性结果的相关性;
- g) 阴性质控对照、阳性质控对照、空白质控对照等;
- h) 应对质量控制的数据汇总、分析和评价,判断是否满足对检测有效性和结果准确性的质量控制要求;若发现质量控制数据超出预定的判据时,应采取相应的改进措施纠正出现的问题,并防止报告错误的结果;
- i) 所得质量控制数据记录应便于使用统计技术分析、发现检测结果的发展趋势。

#### 7.1.2 在进行样品检测时应做空白试验:

- a) 若空白值在控制限内可忽略不计;
- b) 若空白值比较稳定,可进行  $n$  次重复测定空白值,计算出空白值的平均值,在样品测定值中扣除;
- c) 若空白值明显超过正常值,则表明测试过程有严重污染,样品测定结果不可靠。

#### 7.1.3 在进行样品测定时应做控制样品的测定,用统计方法对控制样品的测定结果进行评价。

- a) 控制样品一般有以下两种情况:
  - 在空白样品中加入已知量的物质,成为加标样品;
  - 选用与被测样品基本相同或相近的实物标准样。
- b) 控制样品中被测组分的含量应与被测样品相近。若被测样品为未检出,则控制样品中被测组分的含量应在方法的最低检测限附近。
- c) 控制样品测定结果的回收率应符合要求(参见附录 D 中的表 D.2)
  - 不同品牌和不同批次的关键试剂和材料,在正式使用前,应用相应的阳性质控品或相应的验收措施对新购置的实验材料进行验证;
  - 实验室应有开展新方法、新技术的研究和开发工作的政策和措施,使检测结果更准确、快速和简便;
  - 实验室对质量控制的数据进行分析,当发现质量控制数据将要偏离预先确定的判断依据时,将采取有计划的措施来纠正出现的问题,并防止报告错误的结果。

## 7.2 外部质量保证

实验室应制定相应的政策和措施定期、有计划地参加外部质量保证活动,改进质量管理,促进检测结果的准确,提升实验室检测结果的可信度。实验室可采用以下方法(但不限于此):

- a) 参加国家权威部门组织的能力验证计划;
- b) 参加实验室间的比对计划,包括参加国际、国内、行业间的比对计划;
- c) 与其他同行实验室进行盲样的比对试验。实验室完成试验,应及时递交和保存试验结果和相关记录,对实验室参加的能力验证和实验室间比对结果进行评估,评价实验室的管理体系和检测能力,对识别出的问题或不足应采取纠正措施,确保纠正措施有效,并作为管理评审的重要内容。

#### 7.2.1 应根据外部评审、能力验证、考核、比对等结果来评估本实验室的工作质量,并采取相应的改进

NY/T 1896—2010

措施。

7.2.2 实验室应广泛吸收外部先进检测技术,提高实验室检测水平,保证检测结果质量。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与 GB/T 27025—2008 条款对照

表 A.1 本标准与 GB/T 27025—2008 条款对照表

| 本 标 准         | GB/T 27025 - 2008    |
|---------------|----------------------|
| 1 范围          | 1 范围                 |
| 2 引用标准        | 2 引用标准               |
| 3 术语和定义       | 3 术语和定义              |
| 4 管理要求        | 4 管理要求               |
| 4.1 组织和管理     | 4.1 组织               |
| 4.2 管理体系      | 4.2 管理体系             |
| 4.3 文件控制      | 4.3 文件控制             |
| 4.4 合同评审      | 4.4 要求、标书和合同的评审      |
| 4.5 检测的分包     | 4.5 检测和校准的分包         |
| 4.6 质量与技术记录控制 | 4.13 记录的控制           |
| 4.7 服务客户      | 4.7 服务客户             |
| 4.8 申诉和投诉处理   | 4.8 投诉               |
| 4.9 不符合工作的控制  | 4.9 不合格测试和(或)校准工作的控制 |
| 4.10 纠正措施     | 4.11 纠正措施            |
| 4.11 预防措施     | 4.12 预防措施            |
| 4.12 内部审核     | 4.14 内部审核            |
| 4.13 管理评审     | 4.15 管理评审            |
| 5 技术要求        | 5 技术要求               |
| 5.1 人员        | 5.2 人员               |
| 5.2 设施和环境     | 5.3 设施和环境条件          |
| 5.3 仪器设备和试验材料 | 5.5 设备               |
| 5.4 采购服务与供给   | 4.6 服务和供应品的采购        |
| 5.5 测量溯源      | 5.6 测量溯源性            |
| 6 过程控制要求      |                      |
| 6.1 总则        |                      |
| 6.2 抽样        | 5.7 抽样               |
| 6.3 样品的处置     | 5.8 测试和校准物品的处置       |
| 6.4 方法及方法确认   |                      |
| 6.5 检测与分包     | 5.4 测试和校准方法及方法的确认    |
| 6.6 数据处理与控制   |                      |
| 6.7 结果报告      | 5.10 结果报告            |
| 7 结果的质量保证     | 5.9 检测和校准结果质量的保证     |
| 7.1 内部质量保证    |                      |
| 7.2 外部质量保证    |                      |

## 附录 B

### (资料性附录)

#### 残留检测实验室常用仪器设备及计量周期

##### B.1 分析仪器

- B.1.1 气相色谱仪,配 FID、FPD、ECD、NPD、TCD 检测器。
- B.1.2 液相色谱仪,配紫外—可见、荧光、示差折光、二极管阵列检测器,柱后衍生装置。
- B.1.3 气相色谱—质谱联用仪,配 EI、NCI、PCI 离子源。
- B.1.4 液相色谱—质谱联用仪,配 ESI、APCI 离子源。
- B.1.5 紫外—可见分光光度计。
- B.1.6 原子吸收分光光度计,配火焰、石墨炉、氢化物发生、冷原子发生原子化器。
- B.1.7 原子荧光光度计。
- B.1.8 等离子发射光谱仪,配氢化物发生器。
- B.1.9 电位滴定仪,配各种阳离子和阴离子电极及参比电极。
- B.1.10 PCR 仪。
- B.1.11 全自动放射免疫检测仪。
- B.1.12 酶标仪。

##### B.2 试样预处理设备

- B.2.1 电子天平。
- B.2.2 微波消解系统。
- B.2.3 固相萃取器。
- B.2.4 旋转蒸发器。
- B.2.5 干燥箱。
- B.2.6 高温电阻炉。
- B.2.7 离心机。
- B.2.8 水浴锅。
- B.2.9 粉碎机。
- B.2.10 均质器。
- B.2.11 电热溶解装置。

##### B.3 检定仪器及检定周期

计量检定仪器及其检定周期一般规定如下:

- a) 紫外分光光度计、酸度计、天平:检定周期为 1 年;
- b) 气相色谱仪、液相色谱仪、气—质联用仪、液—质联用仪、原子吸收分光光度计、原子荧光光度计、等离子发射光谱仪、电位滴定仪:检定周期为 2 年;
- c) 烘箱、高温电阻炉:检定周期为 2 年;

- d) 温湿度计:检定周期为 3 年;
- e) 滴定管、移液管、容量瓶、分样筛:检定周期为 3 年。

#### B.4 仪器设备的期间核查要求

仪器设备的期间核查应选择国家计量检定规程中的主要检定项目,一般选择以下合适项目:

- a) 零点检查;
- b) 灵敏度;
- c) 准确度;
- d) 分辨率;
- e) 测量重复性;
- f) 标准曲线线性;
- g) 仪器内置自校检查;
- h) 标准物质或参考物质测试比对;
- i) 仪器说明书列明的技术指标。



附录 C  
(资料性附录)

兽药残留检测实验室工作流程控制图

兽药残留检测实验室检测工作流程控制见图 C.1。

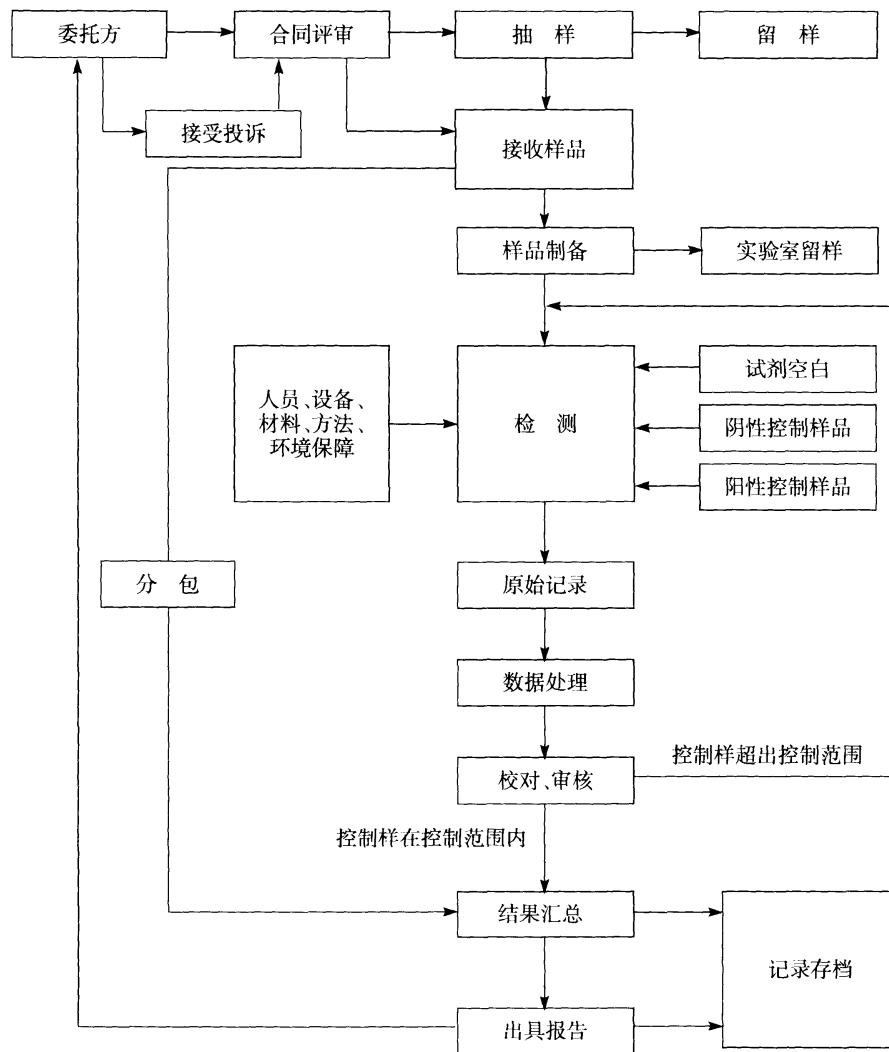


图 C.1 兽药残留检测实验室检测工作流程控制图

**附录 D**  
(资料性附录)  
**兽药残留检测方法性能标准要求**

**D.1 分析方法的灵敏度**

残留分析方法必须能够敏感可靠地检测残留物。灵敏度是指用添加法经测定方法的全过程能可靠地定性或定量测出特定动物性食品中兽药最低浓度,通常以测定低限和定量低限表示,单位以 mg/kg (L)或  $\mu\text{g}/\text{kg}$ (L)表示。测定低限必须低于或等于相应定量限。

**D.1.1 限用药物的灵敏度**

根据我国对动物性食品中兽药的最高残留限量(MRL),决定检测方法的灵敏度,检测方法的定量低限必须低于或等于相应的最高残留限量。

限用药物残留分析方法的灵敏度与规定的最高残留限量相应值的数值关系见表 D.1。

**表 D.1 方法灵敏度与规定最高残留限量相应值的数值关系**

|                 |              |       |      |      |      |      |     |     |     |          |
|-----------------|--------------|-------|------|------|------|------|-----|-----|-----|----------|
| 最高残留限量<br>mg/kg | $\leq 0.001$ | 0.01  | 0.02 | 0.05 | 0.1  | 0.2  | 0.5 | 1   | 2   | $\geq 5$ |
| 定量限<br>mg/kg    | 0.001        | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.04 | 0.1 | 0.1 | 0.2 | 0.5      |

**D.1.2 禁用药物的灵敏度**

对于禁用药物,检测方法的定量限应尽可能低,一般至少低于或等于  $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ (L)。

**D.2 分析方法的准确度**

分析方法的准确度可以通过测定空白基质中加入已知量分析物的回收率获得。回收率的表述方法按不同的添加浓度所得回收率范围分别表达。

**D.2.1 筛选分析方法**

回收率范围大于 40%或符合相应检测标准的要求。

**D.2.2 定量和确证分析方法**

不同添加浓度的回收率原则要求见表 D.2。

**表 D.2 不同添加浓度的回收率范围**

| 添加浓度, $\mu\text{g}/\text{kg}$ | 回收率, % |
|-------------------------------|--------|
| $>100$                        | 80~110 |
| $>10\sim 100$                 | 70~110 |
| $>1\sim 10$                   | 60~120 |
| $\leq 1$                      | 50~120 |

**D.3 分析方法的精密度**

实验室在制订检测方法标准或采用法规检测方法时,应通过添加法测定回收率进行方法的重复性和重现性试验,求出精密度,以变异系数(CV,%)表示。

**D.3.1 筛选分析方法精密度的性能要求**

批内变异系数:每批平行样之间的变异系数小于或等于 25%,禁用药物小于或等于 30%。

批间变异系数:所有样品之间的变异系数小于或等于 30%,禁用药物小于或等于 40%。

定性检测时假阴性率小于 5%,假阳性率小于 10%。

**D.3.2 定量和确证分析方法精密度的性能要求**

不同待测物浓度的协同试验精密度性能要求见表 D.3。

**表 D.3 不同待测物浓度的协同试验精密度要求**

| 待测物浓度<br>mg/kg | 变异系数(CV,%) |         |
|----------------|------------|---------|
|                | 室内(重复性)    | 室间(重现性) |
| 100            | 1.5        | 2.3     |
| 10             | 7          | 11      |
| 1              | 11         | 16      |
| 0.1            | 17         | 26      |
| 0.01           | 21         | 32      |
| 0.001          | 30         | 45      |
| 0.000 1        | 43         | 64      |

**D.4 其他要求**

分析方法还应满足对目标分析物的特异性、稳定性、耐用性的要求,并给出相应的规定和范围。

**附录 E**  
**(资料性附录)**  
**兽药残留检测方法验证要求**

### E.1 总体要求

方法验证是为了保证方法适用于特定检测目的,并应产生必须的验证数据。

一个分析方法是指从接样到产生最终结果的一系列程序。方法验证是证明方法适用于特定检测目的的过程,包括本实验室研究和建立的方法、引用文献的方法、从第三方获得的方法。通常在方法建立后就应对方法进行验证,并确保方法满足校准、系统适应性、分析稳定性等要求。进行方法验证和使用方法时,应在方法的线性范围内进行检测。一般方法验证应在实际应用方法之前进行,但在实际应用之后进行也是方法验证的一个重要的方面。方法验证应当有相应的数据支持。必要时应进行实验室内验证试验,这是一般验证方法的结果准确性的重要途径,可以提供实验室内方法检测结果重现性的信息。

对于实验室研究建立的新方法,欲提交成为法定标准方法,实验室应按照 E.2 的步骤提供方法建立的全部要求的验证数据,还需在 3 个~5 个同行实验室间进行方法的验证复核试验,并提供方法验证复核试验报告和分析报告。

不同类型的分析方法,复核验证时要求测定的指标见表 E.1。

**表 E.1 分析方法需测定的性能指标类别**

|      |   | 测定低限 | 定量限 | 准确度/回收率 | 精密度 | 选择性/特异性 | 可用性/耐用性/<br>稳定性 |
|------|---|------|-----|---------|-----|---------|-----------------|
| 定性方法 | S | +    | -   | -       | -   | +       | +               |
|      | C | +    | +   | -       | -   | +       | +               |
| 定量方法 | S | +    | -   | -       | +   | +       | +               |
|      | C | +    | +   | +       | +   | +       | +               |

注:S为筛选方法,C为确证方法;+为必须测定的指标。

### E.2 验证的步骤和方法

#### E.2.1 特异性

对于分析方法来说,应能有效地区分分析物与相近有关物质(异构体、代谢物、降解产物、内源性物质、基质成分等)。一般采用以下两种方法检查干扰情况:

**E.2.1.1** 应选出可能的干扰物,并分析相关的空白样品,以便检测可能的干扰物是否存在,并评估干扰物的影响:

- a) 选择一系列化学结构相关的化合物(代谢物、衍生物等)或样品中可能存在的其他有关物质;
- b) 分析一定数量的代表性空白样品( $n \geq 20$ ),检查在目标分析物出现的区域是否有干扰(信号、峰等)。

**E.2.1.2** 代表性空白样品中还应添加一定浓度的有可能干扰分析物的定性和(或)定量的物质。分析之后,检查是否有:

- a) 定性错误;

- b) 一种或多种干扰物的存在妨碍目标分析物的定性；
- c) 明显影响定量。

**E.2.2 可用性/耐用性(小变化)**

本项检验是由实验室引入预先设计好的微小的合理变化因素,然后观察其影响。

需选择样品预处理、净化、分析过程等可能影响测定结果的因素进行预实验。这些因素可以包括分析者、试剂来源和保存时间、溶剂、标准和样品提取物、加热速率、温度、pH 以及许多其他实验室可能出现的因素。不同实验室间这些因素可能有一个数量级的变化。因此,应对这些因素做适当修改以符合实验室的具体情况。

- a) 确定可能影响结果的因素；
- b) 对各个因素稍作改变；
- c) 一旦发现对测定结果有显著影响的因素,应开展进一步实验,以确定该因子的允许极限；
- d) 应在方法方案中明确注明对结果有显著影响的因子。

**E.2.3 稳定性**

在样品保存或分析过程中分析物或基质成分的稳定性不够,可能引起分析结果的明显偏差。此外,还应检查校正标准品在溶液中的稳定性。通常各种分析物在保存条件下的稳定性都已有很好的表征。监测保存条件应作为常规实验室验证系统的一部分。如果稳定性未知,可按下述示例中的方法测定。

**E.2.3.1 溶液中分析物的稳定性**

制备新鲜的分析物储备液,并按照测试方法进行稀释,使每个选定浓度(在 MRL 附近选择浓度,尚未建立 MRL 时在物质的测定低限附近选择)有足够的测试等份量(如 40)。用于标准添加和最终分析的分析物溶液和关注的其他溶液(如衍生化标准品)等都要制备。

按照测定方法测定新配制溶液中分析物的含量。

按测试计划(表 E.2)将上述溶液分装到适当容器中,贴上标签,并保存。

**表 E.2 溶液中分析物稳定性测定计划**

|    | -20℃ | +4℃  | +20℃ |
|----|------|------|------|
| 避光 | 10 份 | 10 份 | 10 份 |
| 光照 |      |      | 10 份 |

保存时间可选择为 1 周、2 周、4 周或更长(必要时),例如保存到经定性和(或)定量测定开始发现降解现象时为止。应记录最长保存时间和最适宜的保存条件。

每份样品中分析物浓度的计算,应以分析时新配的分析物溶液作为 100%。

$$\text{剩余分析物}(\%) = \frac{C_i}{C_{\text{新配}}} \times 100 \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

$C_i$ ——时间点的浓度;

$C_{\text{新配}}$ ——新配溶液的浓度。

**E.2.3.2 基质中分析物的稳定性**

尽量使用实际的样品进行稳定性考察。如果没有实际样品,应使用加标的(添加了分析物)基质样品。

当有实际样品时,要在样品还新鲜时测定目标分析物的浓度。将样品分成几份,分别放置 1 周、2 周、4 周和 20 周后再进行测定。应至少在 -20℃ 以下保存样品,如有必要可更低。

如果没有实际样品,取适量空白样混匀,将其分为 5 份。将分析物配成尽量高浓度的溶液,以尽可能小的体积分别添加到空白样品中。立即分析其中的一份,将其他几份保存在 -20℃ 以下,分别于 1

周、2周、4周和20周后进行分析。

通过对结果数据的分析,提出基质中分析物稳定性的要求。

#### E.2.4 校正曲线

如果分析方法采用校正曲线法进行分析物的定量,应描述校准曲线的数学方程以及校准曲线的工作范围。浓度范围应尽可能覆盖一个数量级,至少作5个点(不包括空白)。对于筛选方法,线性回归方程的相关系数不应低于0.98;对于确证方法,相关系数不应低于0.99。测试溶液中被测组分浓度必须在校准曲线的线性范围内。

#### E.2.5 准确度(回收率)

##### E.2.5.1 筛选分析方法

用添加法测定回收率,至少选定2个添加浓度,一般最高残留限量和灵敏度为必选的浓度,每一浓度不少于3批(每批代表1次单独试验),每1批5个样。对于有最高残留限量的药物,添加浓度为MRL及MRL上下各一个浓度;对于禁用药物,添加浓度为定量限和2倍的定量限。

##### E.2.5.2 定量和确证分析方法

用添加法测定回收率,至少选定3个添加浓度,一般最高残留限量和灵敏度为必选的浓度,每一浓度不少于3批(每批代表1次单独试验),每1批5个样。对于禁用药物,回收率应在方法定量限、两倍方法定量限和十倍方法定量限进行三水平试验;对于已制定最高残留限量的药物,回收率应在方法定量限、MRL、2MRL进行三水平试验;对于未制定MRL的,回收率应在方法测定低限、常见限量指标、某一选中的合适点进行三水平试验。

#### E.2.6 精密度(变异系数)

##### E.2.6.1 重复性(批内变异系数)

准备一组同样基质的样品,添加一定量的分析物,使浓度相当于方法测定低限的1倍、2倍和10倍,或者MRL的0.5倍、1倍、2倍。每一浓度不少于3批(每批代表1次单独试验),每1批至少5个样。分别计算每次单独试验的加标样的平均浓度、标准差和变异系数(%)。

##### E.2.6.2 重现性(批间变异系数)

准备一组同样基质的样品,添加一定量的分析物,使浓度相当于方法测定低限的1倍、2倍、和10倍,或者MRL的0.5倍、1倍和2倍。每个浓度至少应作5个平行测定,进行不少于3次单独试验。计算全部加标样的平均浓度、标准差和变异系数(%)。

当需要验证不同实验室的重现性时,各实验室应按比对试验或复核试验方法参加合作研究。

#### E.2.7 分析方法的灵敏度

当要确定一种分析方法的灵敏度时,应根据筛选、定性或定性加定量分析方法的类别和MRL的要求采用直观法或信噪比法进行测定。对于没有建立MRL的物质,一般采用信噪比法进行测定。其他方法有基于工作曲线的斜率和响应的标准偏差进行计算的方法等。

##### E.2.7.1 直观法

直观评价可采用非仪器分析方法或仪器分析方法。

测定低限和定量低限的测定是通过对一系列已知浓度的被分析物的样品进行分析,在准确度和精密度都符合要求的情况下,确定被测物能被定性或定量的最小量。

##### E.2.7.2 信噪比法

用于能显示基线噪音的分析方法,即将已知低浓度试样测出的信号与空白样品测出的信号进行比较,计算出能被可靠地检测出的最低浓度或量。一般以信噪比为3:1时相应的浓度或注入仪器的量确定测定低限,一般以信噪比为10:1时相应的浓度或注入仪器的量确定定量限。

##### E.2.7.3 标准偏差法

方法的测定低限按式(E.2)计算:

$$C_L = \frac{3S_b}{b} \dots\dots\dots (E. 2)$$

式中：

$C_L$ ——方法的测定低限；

$S_b$ ——空白值标准偏差(一般平行测定 20 次得到)；

$b$ ——方法校准曲线的斜率。

对于已制定 MRL 的物质,方法测定低限加上样品在 MRL 处的标准偏差的 3 倍,不应超过 MRL 值。对于禁用物质,方法测定低限应尽可能低。

**E. 2.8 提取效率**

提取效率可用以下方法进行试验：

- a) 用阳性的标准物质或水平测试的阳性样品进行试验；
- b) 阳性样品用同一溶剂反复提取,观察被分析物的浓度变化；
- c) 用不同提取技术或不同提取溶剂进行比较。

**E. 2.9 耐用性(大变化)**

分析方法应在不同实验条件下进行测试,包括不同品种动物、不同基质或不同取样条件等。这样产生的变化就是大变化。这些“大变化”的重要性是可以评估的。对所有已证明对方法性能有显著影响的大变化,应对其每个操作特性进行确定。

### 参 考 文 献

- [1] OECD Principles on Good Laboratory Practice (as revised in 1997).
  - [2] The Application of the OECD Principles of GLP to the Organisation and Management of Multi-Site Studies (OECD Series on Principles of GLP and Compliance Monitoring, Number 13).
  - [3] The Application of the GLP Principles to Field Studies(OECD Series on Principles of GLP and Compliance Monitoring, Number 6).
  - [4] 国际食品法典委员会(CAC)《兽药残留分析中良好实验室规范准则》(Guidelines on good laboratory practice in residue analysis,CAC/GL 40 - 1993,Rev. 1 - 2003 CAC/GL 40 - 1993,Rev. 1 - 2003).
  - [5] 《执行关于分析方法运行和结果解释的欧盟委员会指令 96/23/EC》.
  - [6] GB/T 27025—2008《检测和校准实验室能力的通用要求》.
  - [7] GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检验》.
-