**干式化学分析仪性能评价通则**

**编制说明**

（征求意见稿）

**中华人民共和国国家标准**

**《干式化学分析仪性能评价通则》标准起草组**

二O二一年十二月二十五日

**1工作简况**

## 1.1 任务来源

根据国标委发【2019】40号文“国家标准化管理委员会关于下达2019年第四批国家标准制修订项目计划的通知”，其中项目代号20194003-T-604的《干式化学分析仪性能评价通则》为国家标准制定项目。本项目的主管单位为中国机械工业联合会，技术归口单位为全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会分析仪器分技术委员会（SAC/TC124/SC6）。本标准由中国检验检疫科学研究院、北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）牵头起草，计划完成时间2022年。

## 1.2主要工作过程

**（1）成立标准编制组**

2020年2月27日SAC/TC124/SC6秘书处以SAC/TC124/SC6(秘)3087号文成立《干式化学分析仪性能评价通则》国家标准起草工作组。参加起草单位有北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）、中国检验检疫科学研究院、北京六角体科技发展有限公司、吉林大学、黑龙江省计量检定测试研究院、北京赛必达科技有限公司、长春吉大小天鹅仪器有限公司、北京勤邦生物技术有限公司和广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司等。

**（2）工作调研及资料查询**

标准牵头单位北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）毛婷博士通过检索、查询和收集国内外相关标准和文献资料，对国内几家生产干式化学分析仪的厂家进行实地调研，选定配合实施的合作单位。对仪器原理和结构进行学习，分析比较其共性和差异性。对仪器关键性能指标进行判定，并选定判定依据，根据判定依据进行试验验证。对仪器与试剂盒配套使用得到的数据的采集和分析进行了讨论，优化了实验研究方案。广泛听取各方专家意见，形成标准工作组讨论稿。

**（3）征求意见阶段**

SAC/TC124/SC6秘书处于2021年8月5日组织召开了标准起草工作组一次会议，由于疫情原因，会议采用线上视频会议，参与会议的主要单位有：北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）、中国检验检疫科学研究院、北京六角体科技发展有限公司、吉林大学、黑龙江省计量检定测试研究院、长春吉大小天鹅仪器有限公司。会议中由主要起草单位北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）的毛婷博士介绍了项目的总体情况，与会专家就标准主要内容和评价方法进行了深入讨论，提出了相应的意见和建议，会后由秘书处形成会议纪要，分发给各个参与单位。

SAC/TC124/SC6秘书处于2021年8月26日在北京市食品安全监控和风险评估中心，召开了标准起草工作组二次会议，会议采用线上、线下结合的模式。参与会议主要单位有：北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）、中国检验检疫科学研究院、北京六角体科技发展有限公司、吉林大学、黑龙江省计量检定测试研究院、长春吉大小天鹅仪器有限公司、北京赛必达科技有限公司、北京勤邦生物技术有限公司。会议主要针对一次会议中专家提出的意见和建议展开，并且对整个文件结构进行适当调整和修改，对仪器性能评定的几个方面确定了最终方案，会后形成会议纪要，分发给各个参与单位。

SAC/TC124/SC6秘书处于2021年10月12日,召开了标准起草工作组三次会议，此次会议主要针对二次会议后修改完的文件仍然存在较大意见分歧，需要开会讨论。会议在北京勤邦生物技术有限公司召开，采取线上、线下结合的方式，参与会议的单位主要有：中国检验检疫科学研究院、北京六角体科技发展有限公司、吉林大学、长春吉大小天鹅仪器有限公司、黑龙江省计量检定测试研究院、北京赛必达科技有限公司、北京勤邦生物技术有限公司、广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司等。此次会议对仪器性能评定的指标再次进行讨论，根据讨论结果，现场进行实验验证，最终确立了性能评价的几个参数以及试验方案，同时会上对标准文件内容逐条进行了细致梳理，最终形成了统一意见，并形成会议纪要。

会后由北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）综合各方意见及实验结果，对文件及编制说明进行了细致地修改，完成标准征求意见稿。于2021年12月底提交至SAC/TC124/SC6秘书处。

**1.3标准主要起草人及其工作**

邹明强负责标准技术内容质量把控。

毛婷负责查阅不同国家和地区的相关资料，整理实验数据，起草、编写标准文件和编制说明。

贾东芬、丁海铭、高德江、刘兴举、万宇平、范俊对仪器性能指标、及标准文件结构内容给出关键性指导意见；田志维、赵磊、吴晓胜、范俊、高德江、宋大千、戴丰等参与实验验证。

# 2确定标准的主要技术内容

本文件主要内容涉及仪器的术语和定义、性能要求、评价方法、标志、包装、运输和贮存。其中，评价要求包括评价仪器的功能要求、安全要求、技术性能、环境适应性、数据接口、外观、运输和运输贮存；技术性能中包括仪器的线性、重复性、稳定性、通道一致性、配套试剂盒的性能评价要求等，具体方法如下：

## 2.1术语和定义

共设置了干式化学分析仪、免疫分析仪、理化分析仪、试剂盒、检测卡、标准测试卡等6个术语。

## 2.2 正常工作条件

根据对试验仪器正常工作条件的通用性要求，结合干式分析仪实际情况制定，目前食品快检均配备快检车，农贸市场内也都配备了检验室都是在室内检测，并且原食药总局快检方法要求工作温度必须在15℃以上，故规定了包括环境温度、相对湿度、电源、干扰物质等仪器正常工作条件的通用性要求。

仪器在下列条件下应能正常工作：

1. 环境温度：15℃~35℃；
2. 相对湿度：25%~75%；
3. 电源：交流供电，电压220V±22V，频率50Hz±1Hz ；

直流供电或自带电池供电的，由仪器制造厂商规定；

用电源适配器供电的仪器，适配器上额定电压波动不能超过±10%；

1. 不应有强光直射，不应有腐蚀性气体、强烈震动、强电磁场干扰。

## 2.3功能要求

开机按仪器操作说明书进行验证，仪器应具备以下功能：

1. 用户可以通过人机对话指令，使仪器能自动完成不同样品、测试项目的分析任务；
2. 故障提示：仪器能自动识别无卡、无效试纸卡，提示错误；
3. 测试结果存储、查询和导出功能。
4. 网络连接功能。

## 2.4安全要求

涉及仪器接触电流、介电强度、保护接地试验应按GB/T 34065-2017中6.2.2、6.3.2、6.4.2有关规定进行。其他安全性试验方法应按GB/T 34065-2017中有关规定进行。

## 2.5环境影响

涉及仪器高低温试验应按GB/T 11606-2007中第4章和第5章进行。

## 2.6数据接口

仪器应按GB/T 12519-2021中5.5的有关规定执行。

## 2.7外观检查

对仪器的外观检查应采用目视和手动检查检验。

## 2.8运输和运输贮存

仪器的运输和运输贮存应按GB/T 11606-2007中第8章、第15~18章的方法进行试验。

## 2.9仪器的性能评价

参考YY/T 1582-2018 胶体金免疫层析分析仪、YY/T 0655-2008 干式化学分析仪、SN/T 2775-2011 商品化食品检测试剂盒评价方法、JB/T 12019-2014 多参数食品现场快速检测仪通用条件、JB/T 12020-2014 多参数食品现场快速检测仪试剂盒（包）质量检验总则对仪器的性能评价，重复性可表示干式化学分析仪测试结果的精密度，用相对标准偏差表示；稳定性可表示干式化学分析仪测试结果的准确度，用相对偏倚表示；多通道干式化学分析仪检测通道一致性可表示干式化学分析仪各通道测试结果的准确度，用相对极差表示。为保证测量结果的准确性和可追溯，结合干式化学分析仪实际情况，选择使用符合GB/T 3181-2008漆膜颜色标准中标准号为GSB05-1426-2001标准测试卡，对仪器的线性、重复性、稳定性和通道一致性、配套试剂盒的性能评价5个方面作为仪器性能的评价指标。

## 2.9.1线性

#### 标准测试卡的选择

规定了线性检测选择使用符合GB/T 3181-2008漆膜颜色标准中标准号为GSB05-1426-2001 的5个编号标准测试卡进行测试，5个编号标准测试卡的选择，主要考虑需满足日常应用中常用的灰度值范围内，故从应用较多的色系里面挑选灰度值有一定梯度变化的标准测试卡，最终确定分别从蓝、红、粉、绿、黄5色系中挑选出灰度值36.96、72.34、116.09、161.6、205.19的5个编号标准测试卡，即PB04、R03、RP04、BG02、Y05 。

#### 计算方法的选择

参考YY/T 1582-2018、YY/T 0655-2008、JB/T 12019-2014中对仪器线性检测方法的要求，明确需读取每个测试卡3次测定的灰度值，并计算每个测试卡的灰度平均值这一要求，采用3次测定的灰度平均值计算线性相关系数；且相比YY/T 1582-2018、YY/T 0655-2008、JB/T 12019-2014规定的线性相关系数要求，对仪器提出了更严格的要求，线性相关系数应不小于0.99。

## 2.9.2重复性

**计算方法的确定**

重复性可表示干式化学分析仪测试结果的精密度，用相对标准偏差表示。选择使用符合GB/T 3181-2008漆膜颜色标准中标准号为GSB05-1426-2001 的任意3个编号标准测试卡进行测试，为确保测试结果的准确可靠，所以规定每个编号标准测试卡重复测量11次，计算相对标准偏差，取最大值。且相比YY/T 1582-2018、YY/T 0655-2008、JB/T 12019-2014规定的重复性要求，对仪器提出了更严格的要求，重复性应小于3%。

## 2.9.3稳定性

**计算方法的确定**

稳定性可表示干式化学分析仪测试结果的准确度，用相对偏倚表示；计算方法参考了YY/T 1582-2018、YY/T 0655-2008，且相比YY/T 1582-2018、YY/T 0655-2008规定的稳定性要求，为了排除环境等因素的影响，更加科学的评价仪器的稳定性，提出了更严格的要求，增加了仪器开机处于稳定工作状态后5min、30min、60min，及之后每隔1h对标准测试卡测试1次，且连续测试12h，稳定性应不超过±3%。

## 2.9.4通道一致性

**计算方法的确定**

通道一致性评价指标适用于多通道干式化学分析仪检测的性能评价，可表示干式化学分析仪各通道测试结果的准确度，用相对极差表示。计算方法参考了YY/T 1582-2018，相对极差应小于10%。

## 2.9.5配套试剂盒的性能评价

**2.9.5.1配套试剂盒的性能评价要求的确定**

参考SN/T 2775-2011、原国家食药总局公告的快检方法，结合干式化学分析仪实际情况，制定干式化学分析仪与配套试剂盒的性能评价要求。干式化学分析仪与试剂盒的配套性从定量项目和定性项目两个方面评价，对于定量项目选择具有代表性的检测基质和检测项目包括亚硝酸盐（猪肉）、甲醛（白酒）、硼砂（面粉），需要验证方法的线性范围、检出限、定量限、回收率、精密度和与参考检测方法的比较；对于定性项目选择具有代表性的检测基质和检测项目包括孔雀石绿（草鱼）、克伦特罗（猪肉）、黄曲霉毒素B1（玉米粉），需要验证方法的检出限、灵敏度、特异性、假阴性率和假阳性率，要求见表1。

且相比SN/T 2775-2011、原国家食药总局公告的快检方法对配套试剂盒的性能评价，增加了配套试剂盒批间差的性能要求，需满足相同条件下，同一配套试剂盒，不同批次间的精密度应小于10%。

表1干式化学分析仪与配带试剂盒的配套性评价要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 定量项目 |  | 定性项目 |
| 检测项目/基质 | 检出限 | 定量限 | 回收率 | 精密度 | 与参考检测方法的比较 | 检测项目/基质 | 检出限 | 灵敏度 | 特异性 | 假阴性率 | 假阳性率 |
| 定量限 | 2倍定量限 |
| 亚硝酸盐/猪肉 | 5mg/kg | 10mg/kg | 80%~110% | 90%~110% | ≤10% | GB 5009.33-2016食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 | 孔雀石绿/草鱼 | 0.5μg/kg | ≥99% | ≥85% | ≤1% | ≤15% |
| 甲醛/白酒 | 5mg/kg | 10 mg/kg | 80%~110% | 90%~110% | ≤10% | GB/T 5009.49-2008 发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法 | 克伦特罗/猪肉 | 0.5μg/kg | ≥95% | ≥85% | ≤5% | ≤15% |
| 硼砂/面粉 | 50mg/kg | 150 mg/kg | 80%~110% | 90%~110% | ≤10% | GB/T 5009.275-2016 食品安全国家标准食品中硼酸的测定 | 黄曲霉毒素B1/玉米粉 | 5μg/kg | ≥99% | ≥90% | ≤1% | ≤10% |

## 2.9.5.2配套试剂盒的性能评价方法的确定

1. **定量项目**

**线性范围的确定**

线性范围的确定参考了SN/T 2775-2011，标准工作曲线的线性范围应覆盖样品可能含有的浓度范围，至少具有不包括空白的5个浓度水平，且相比SN/T 2775-2011明确了线性范围中应包含定量限、最大残留限量、工作范围最高点或接近最高点。

**检出限计算方法的确定**

检出限计算方法的确定参考了SN/T 2775-2011，且相比SN/T 2775-2011提出了更高的要求，增加了空白样品测试的数量，以不少于50份空白样品测定读数的均值3倍标准偏差计算检出限，以分析物的浓度单位为表征。

**定量限计算方法的确定**

定量限计算方法的确定参考了SN/T 2775-2011，且相比SN/T 2775-2011提出了更高的要求，增加了空白样品测试的数量，以不少于50份空白样品测定读数10倍标准偏差计算定量限。定量限应不小于校准工作曲线上最低浓度点，并包括在线性范围内。

**回收率计算方法的确定**

回收率计算方法的确定参考了SN/T 2775-2011，且相比SN/T 2775-2011提出了更高的要求，明确了需分别计算定量限和2倍定量限回收率，并增加了重复测试的次数，即重复测试11次以上，以平均值作为检测值。

**精密度计算方法的确定**

精密度计算方法的确定参考了SN/T 2775-2011，即在空白样品中加入2倍定量限浓度的标准溶液，按照说明书的操作方法重复测试同一样品11次以上，计算相对标准偏差。

**与参考检测方法的比较的确定**

与参考检测方法的比较的确定参考了SN/T 2775-2011，即使用干式化学分析仪检测方法与参考方法分别对同一份样品同一个目标物进行至少6次的测试。对检测目标物存在国家标准规定限值的，应进行限值水平的检出比较，对检测目标物不存在标准规定的，应与参考检测方法的检测能力进行比较。比较结果采用配对t检验法，计算以证明两种方法之间的偏倚。

1. **定性项目**

结合干式化学分析仪实际情况，定性项目的评价方法参考了SN/T 2775-2011、原国家食药总局公告的快检方法，且相比SN/T 2775-2011、原国家食药总局公告的快检方法提出了更高的要求，增加了阴性样品、加标样品测试的数量，即选取至少3个不同批次的干式化学分析仪，分别对不少于50份阴性样品、不少于50份加标样品进行检测。加标样品的加标浓度应与提供的临界控制值一致。同时采用参考方法进行检测。分别计算检出限、特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率。

1. **试剂盒批间差方法的确定**

试剂盒批间差方法的确定参考GB/T 37875-2019，并明确了具有代表性的检测项目和标准溶液浓度，即在同一实验室，由同一操作员使用相同的仪器，采用同一配套试剂盒的3个不同批次，分别测定10mg/mL亚硝酸盐、10mg/mL甲醛和150mg/mL硼砂，各批次试剂盒分别重复测试3次以上，计算试剂盒批间差。

## 2.10标志、包装、运输和贮存

仪器的标志、包装、运输和贮存要求参考了GB/T 191-2008、GB/T 13384-2008，并结合干式化学分析仪实际情况，制定如下。

**标志**

仪器的标志应清晰地标注在显著位置，并应提供如下信息：

1. 产品名称、型号；
2. 生产企业名称、注册地址、生产地址、联系方式；
3. 直接标注在贴于仪器上的标签上的编号或序列号；
4. 电源连接条件、输入功率。

注：只要适用，以上信息采用符号表示。所使用的任何符号应该符号适用的法规和国家标准。如使用的符号没有现有的标准，应该在相关文件中对这些符号进行说明。

**包装**

1. 仪器包装应执行GB/T 13384-2008。
2. 包装箱的标志应清晰、牢固，内容如下：
3. 制造厂名称、地址；
4. 仪器名称、型号规格；
5. 仪器外形：长×宽×高，单位为毫米（mm）；毛重和净重，单位为千克（kg）；
6. 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期；
7. 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合GB/T 191-2008规定。
8. 随机文件
9. 装箱单；
10. 产品合格证；
11. 使用说明书；
12. 备件清单等。

**运输**

在运输方面有特殊要求的仪器，应规定其运输要求，一般应防止强烈地冲击、雨淋及曝晒。

**贮存**

仪器贮存温度为0℃～40℃、相对湿度不大于85%、室内无酸、碱及腐蚀性气体。

# 3验证试验及结果

本文件在刘兴举博士配合下，由丁海铭老师给出的试验验证方案，工作组中北京六角体科技发展有限公司、吉林大学、长春吉大小天鹅仪器有限公司、北京赛必达科技有限公司、北京勤邦生物技术有限公司和广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司等单位参与了试验验证工作，结果如下：

## 3.1线性

## 3.1.1线性（颜色传感器）

本文件（征求意见稿）规定线性相关系数应不小于0.99，每台仪器都能达到此要求。线性结果见表2，表3。

表2线性相关系数试验结果

仪器名称：LJGS-SPG高通量干式色谱分析仪 制造厂：北京六角体科技发展有限公司

仪器直接读取数值单位： RGB值是否是经过转换：否

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号-颜色编码 | 1次测试值 | 2次测试值 | 3次测试值 | 灰度测试值平均值Y | 灰度标准值X |
| 4-PB04 | 234 | 235 | 234 | 234.33 | 36.96 |
| 62-R03 | 331 | 331 | 332 | 331.33 | 72.34 |
| 66-RP04 | 432 | 431 | 431 | 431.33 | 116.09 |
| 24-BG02 | 525 | 525 | 526 | 525.33 | 161.6 |
| 47-Y05 | 621 | 622 | 622 | 621.67 | 205.19 |

截距A= -69.96 斜率B= 0.4394 相关系数r= 0.9987

仪器名称：食品安全快检试剂判读仪制 造 厂：北京赛必达科技有限公司

仪器直接读取数值单位： RGB值是否是经过转换：是

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号-颜色编码 | 1次测试值 | 2次测试值 | 3次测试值 | 灰度测试值平均值Y | 灰度标准值X |
| 4-PB04 | 28.1 | 29 | 28.7 | 28.6 | 36.96 |
| 62-R03 | 55 | 56 | 56.4 | 55.8 | 72.34 |
| 66-RP04 | 74 | 73.8 | 74.8 | 74.2 | 116.09 |
| 24-BG02 | 103.4 | 104.1 | 103.3 | 103.6 | 161.6 |
| 47-Y05 | 125.7 | 126.1 | 126.2 | 126 | 205.19 |

截距A= -19.407斜率B= 1.7466相关系数r= 0.9966

仪器名称：GT-810便携式食品安全疫分析仪 制造厂：北京勤邦生物技术有限公司

仪器直接读取数值单位： RGB值是否是经过转换：是

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号-颜色编码 | 1次测试值 | 2次测试值 | 3次测试值 | 灰度测试值平均值Y | 灰度标准值X |
| 4-PB04 | 35.453 | 35.483 | 35.472 | 35.469 | 36.96 |
| 62-R03 | 69.297 | 69.385 | 69.485 | 69.389 | 72.34 |
| 66-RP04 | 115.256 | 115.256 | 115.167 | 115.183 | 116.09 |
| 24-BG02 | 155.847 | 155.758 | 155.758 | 155.788 | 161.6 |
| 47-Y05 | 196.603 | 196.561 | 196.571 | 196.579 | 205.19 |

截距A= -0.816斜率B= 1.042相关系数r= 0.9996

仪器名称：DY-6260胶体金读卡仪 制造厂：广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司

仪器直接读取数值单位： RGB值是否是经过转换：是

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号-颜色编码 | 1次测试值 | 2次测试值 | 3次测试值 | 灰度测试值平均值Y | 灰度标准值X |
| 4-PB04 | 4.05 | 4.17 | 4.11 | 4.11 | 36.96 |
| 62-R03 | 27.4 | 27.5 | 28.0 | 27.6 | 72.34 |
| 66-RP04 | 56.1 | 56.5 | 56.3 | 56.3 | 116.09 |
| 24-BG02 | 98.27 | 98.49 | 98.68 | 98.48 | 161.6 |
| 47-Y05 | 127.10 | 127.23 | 127.36 | 127.23 | 205.19 |

截距A= 34.696斜率B= 1.336相关系数r= 0.9979

## 3.1.2线性（适用于测量反射光强度）

表3线性相关系数试验结果

仪器名称：GDYQ-1400SN 兽药残留检测仪 制 造 厂：长春吉大小天鹅仪器有限公司

仪器直接读取数值单位： RGB值是否是经过转换：否

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1次测试值 | 2次测试值 | 3次测试值 | 灰度测试值平均值Y | 灰度标准值X |
| 2160 | 2160 | 2160 | 2160 | 88 |
| 1380 | 180 | 1370 | 1377 | 64 |
| 1144 | 1140 | 1150 | 1144 | 52 |
| 905 | 900 | 905 | 903 | 40 |
| 120 | 116 | 110 | 116 | 16 |

截距A= -291.27斜率B= 27.521相关系数r= 0.9912

**注：测试具有一定灰度值的卡片**

3.2重复性

本文件（征求意见稿）规定仪器开机处于稳定工作状态后，分别取3个颜色梯度的标准测试卡进行测试，重复性应不大于3%。相对标准偏差结果见表4。

表4重复性试验结果

仪器名称：LJGS-SPG高通量干式色谱分析仪制造厂：北京六角体科技发展有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 4-PB04 | 66-RP04 | 47-Y05 |
| 灰度I | 灰度2 | 灰度3 |
| 1 | 234 | 432 | 621 |
| 2 | 235 | 431 | 622 |
| 3 | 234 | 431 | 622 |
| 4 | 234 | 431 | 621 |
| 5 | 235 | 431 | 621 |
| 6 | 235 | 432 | 621 |
| 7 | 234 | 432 | 621 |
| 8 | 234 | 431 | 622 |
| 9 | 234 | 431 | 621 |
| 10 | 234 | 431 | 621 |
| 11 | 235 | 432 | 621 |
| 平均值 | 234.36 | 331.55 | 621.27 |
| 重复性% | 0.21 | 0.15 | 0.07 |
| 标准片值 | 37.0 | 116.1 | 205.2 |

仪器名称：食品安全快检试剂判读仪制造厂：北京赛必达科技有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 4-PB04 | 66-RP04 | 47-Y05 |
| 灰度I | 灰度2 | 灰度3 |
| 1 | 29.2 | 76.2 | 125.2 |
| 2 | 28.6 | 76 | 125.4 |
| 3 | 30.2 | 76 | 125.6 |
| 4 | 29.8 | 75 | 125.8 |
| 5 | 29.8 | 76.4 | 125.2 |
| 6 | 29.4 | 76 | 125.6 |
| 7 | 30 | 76 | 125.6 |
| 8 | 30 | 75.8 | 125.6 |
| 9 | 29.8 | 75.8 | 125.8 |
| 10 | 29.6 | 76.2 | 125.4 |
| 11 | 29.4 | 76.6 | 125.4 |
| 平均值 | 29.61818182 | 76 | 125.5090909 |
| 重复性% | 1.4 | 0.51 | 0.16 |
| 标准片值 | 37.0 | 116.09 | 205.2 |

仪器名称：GT-810便携式食品安全疫分析仪制造厂：北京勤邦生物技术有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 4-PB04 | 66-RP04 | 47-Y05 |
| 灰度I | 灰度2 | 灰度3 |
| 1 | 35.5 | 115.3 | 196.5 |
| 2 | 35.5 | 115.2 | 196.6 |
| 3 | 35.5 | 115.4 | 196.6 |
| 4 | 35.4 | 115.4 | 196.5 |
| 5 | 35.5 | 115.3 | 196.5 |
| 6 | 35.4 | 115.3 | 196.4 |
| 7 | 35.4 | 115.2 | 196.6 |
| 8 | 35.4 | 115.4 | 196.5 |
| 9 | 35.5 | 115.4 | 196.5 |
| 10 | 35.4 | 115.3 | 196.5 |
| 11 | 35.4 | 115.4 | 196.6 |
| 平均值 | 35.4 | 115.327 | 196.5 |
| 重复性% | 0.14 | 0.07 | 0.02 |
| 标准片值 | 37.0 | 116.1 | 205.2 |

仪器名称：DY-6260胶体金读卡仪制造厂：广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 4-PB04 | 66-RP04 | 47-Y05 |
| 灰度I | 灰度2 | 灰度3 |
| 1 | 3.64  | 56.1 | 127.17  |
| 2 | 3.55  | 56.3 | 127.19  |
| 3 | 3.68  | 56.5 | 127.28  |
| 4 | 3.45  | 56.4 | 127.11  |
| 5 | 3.57  | 56.2 | 127.60  |
| 6 | 3.54  | 56.8 | 127.70  |
| 7 | 3.54  | 56.4 | 127.50  |
| 8 | 3.46  | 56.3 | 127.54  |
| 9 | 3.60  | 56.7 | 127.42  |
| 10 | 3.51  | 56.5 | 127.43  |
| 11 | 3.66  | 56.1 | 127.49  |
| 平均值 | 3.56  | 56.391 | 127.40  |
| 重复性% | 2.1 | 0.4 | 0.15 |
| 标准片值 | 37.0 | 116.1 | 205.2 |

## 3.3稳定性

本文件征求意见稿规定仪器开机处于稳定工作状态后连续测试12h，测试结果与处于稳定工作状态初始时的测试结果的稳定性应不超过±3%。稳定性结果见表5、表6。

表5首次稳定性试验结果

仪器名称：LJGS-SPG高通量干式色谱分析仪制造厂：北京六角体科技发展有限公司

|  |  |
| --- | --- |
| 序号次数 | 开机0min |
| 66-RP04 |
| 灰度 |
| 1 | 432 |
| 2 | 431 |
| 3 | 431 |
| 4 | 431 |
| 5 | 431 |
| 6 | 432 |
| 7 | 432 |
| 8 | 431 |
| 9 | 431 |
| 10 | 431 |
| 11 | 432 |
| 平均值 | 431.36 |
| 标准片值 | 116.1 |

表6 12h稳定性试验结果

|  |  |
| --- | --- |
|  | 66-RP04 |
| 灰度 |
| 首次值 | 432 |
| 5min | 431 |
| 30min | 432 |
| 60min | 433 |
| 2h | 432 |
| 3h | 434 |
| 4h | 433 |
| 5h | 433 |
| 6h | 432 |
| 7h | 431 |
| 8h | 433 |
| 9h | 433 |
| 10h | 432 |
| 11h | 432 |
| 12h | 431 |
| 最大值cmax | 434 |
| 最小值cmin | 431 |
| 相对偏倚L | 0.6955% |
| 标准片值 | 116.1 |

仪器名称：食品安全快检试剂判读仪制造厂：北京赛必达科技有限公司

|  |  |
| --- | --- |
| 序号次数 | 开机0min |
| 66-RP04 |
| 灰度 |
| 1 | 76.2 |
| 2 | 76 |
| 3 | 76 |
| 4 | 75 |
| 5 | 76.4 |
| 6 | 76 |
| 7 | 76 |
| 8 | 75.8 |
| 9 | 75.8 |
| 10 | 76.2 |
| 11 | 76.6 |
| 平均值 | 76 |
| 标准片值 | 116.1 |

表7 12h稳定性试验结果

|  |  |
| --- | --- |
|  | 66-RP04 |
| 灰度 |
| 首次值 | 76.2 |
| 5min | 76.5 |
| 30min | 75.9 |
| 60min | 75.8 |
| 2h | 76.1 |
| 3h | 75.8 |
| 4h | 75.6 |
| 5h | 76.2 |
| 6h | 76.3 |
| 7h | 76.5 |
| 8h | 75.9 |
| 9h | 76.1 |
| 10h | 76.3 |
| 11h | 76.2 |
| 12h | 76.4 |
| 最大值cmax | 76.6 |
| 最小值cmin | 75.6 |
| 相对偏倚L | 1.316% |
| 标准片值 | 116.1 |

仪器名称：GT-810便携式食品安全疫分析仪制造厂：北京勤邦生物技术有限公司

|  |  |
| --- | --- |
| 序号次数 | 开机0min |
| 66-RP04 |
| 灰度 |
| 1 | 115.3 |
| 2 | 115.2 |
| 3 | 115.4 |
| 4 | 115.4 |
| 5 | 115.3 |
| 6 | 115.3 |
| 7 | 115.2 |
| 8 | 115.4 |
| 9 | 115.4 |
| 10 | 115.3 |
| 11 | 115.4 |
| 平均值 | 115.327 |
| 标准片值 | 116.1 |

表8 12h稳定性试验结果

|  |  |
| --- | --- |
|  | 66-RP04 |
| 灰度 |
| 首次值 | 115.3 |
| 5min | 115.2 |
| 30min | 115.4 |
| 60min | 115.8 |
| 2h | 115.6 |
| 3h | 115.9 |
| 4h | 115.5 |
| 5h | 115.4 |
| 6h | 115.1 |
| 7h | 114.5 |
| 8h | 114.7 |
| 9h | 115.3 |
| 10h | 115.6 |
| 11h | 115.3 |
| 12h | 115.2 |
| 最大值cmax | 115.9 |
| 最小值cmin | 114.5 |
| 相对偏倚L | 1.214% |
| 标准片值 | 116.1 |

仪器名称：DY-6260胶体金读卡仪制造厂：广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司

|  |  |
| --- | --- |
| 序号次数 | 开机0min |
| 66-RP04 |
| 灰度 |
| 1 | 56.1 |
| 2 | 56.3 |
| 3 | 56.5 |
| 4 | 56.4 |
| 5 | 56.2 |
| 6 | 56.8 |
| 7 | 56.4 |
| 8 | 56.3 |
| 9 | 56.7 |
| 10 | 56.5 |
| 11 | 56.1 |
| 平均值 | 56.391 |
| 标准片值 | 116.1 |

表9 12h稳定性试验结果

|  |  |
| --- | --- |
|  | 66-RP04 |
| 灰度 |
| 首次值 | 56.2 |
| 5min | 56.1 |
| 30min | 55.8 |
| 60min | 56.5 |
| 2h | 56.3 |
| 3h | 56.7 |
| 4h | 56.3 |
| 5h | 56.2 |
| 6h | 56.4 |
| 7h | 56.3 |
| 8h | 56.2 |
| 9h | 56.4 |
| 10h | 56.3 |
| 11h | 56.3 |
| 12h | 56.8 |
| 最大值cmax | 56.7 |
| 最小值cmin | 55.8 |
| 相对偏倚L | 1.599% |
| 标准片值 | 116.1 |

## 3.4通道一致性

本文件征求意见稿规定多通道干式化学分析仪的通道差一致性用相对极差表示，相对极差应小于10%。通道一致性结果见表7。

表10通道一致性试验结果

## 注：可根据通道数，增减表格数量

仪器名称：LJGS-SPG高通量干式色谱分析仪制造厂：北京六角体科技发展有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 通道1 | 通道2 | 通道3 | 通道4 |
| 66-RP04 | 66-RP04 | 66-RP04 | 66-RP04 |
| 灰度 | 灰度 | 灰度 | 灰度 |
| 1 | 432 | 430 | 431 | 434 |
| 2 | 433 | 430 | 431 | 435 |
| 3 | 432 | 431 | 431 | 435 |
| 平均值 | 432.33 | 430.33 | 431 | 434.67 |
| 标准片值 | 116.1 | 116.1 | 116.1 | 116.1 |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号次数 | 通道5 | 通道6 | 通道7 | 通道8 |
| 66-RP04 | 66-RP04 | 66-RP04 | 66-RP04 |
| 灰度 | 灰度 | 灰度 | 灰度 |
| 1 | 432 | 435 | 433 | 433 |
| 2 | 432 | 435 | 433 | 433 |
| 3 | 431 | 434 | 432 | 433 |
| 平均值 | 431.67 | 434.67 | 432.67 | 433 |
| 标准片值 | 116.1 | 116.1 | 116.1 | 116.1 |

灰度值最大值cmax= 434.67 最小值cmin= 430.33 总平均值= 432.54

相对极差L=1.00

仪器名称：食品安全快检试剂判读仪制造厂：北京赛必达科技有限公司

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 通道1 | 通道2 | 通道3 | 通道4 | 通道5 | 通道6 |
|  | 66-PR04 | 66-PR04 | 66-PR04 | 66-PR04 | 66-PR04 | 66-PR04 |
|  | 灰度 | 灰度 | 灰度 | 灰度 | 灰度 | 灰度 |
| 1 | 78.8 | 74.2 | 78.6 | 76 | 76.8 | 74.4 |
| 2 | 77.8 | 73 | 77.8 | 76.6 | 76.2 | 74.8 |
| 3 | 78.4 | 73 | 78.2 | 76.4 | 76 | 74 |
| 平均值 | 78.33  | 73.40  | 78.20  | 76.33  | 76.33  | 74.40  |
| 标准片值 | 116.09 | 116.09 | 116.09 | 116.09 | 116.09 | 116.09 |

灰度值最大值cmax= 78.33最小值cmin= 73.40总平均值= 76.165

相对极差L=6.47%

## 3.5配套试剂盒的性能评价

## 3.5.1定量项目

## 3.5.1.1亚硝酸盐

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的亚硝酸盐快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、方法定量限、线性范围、回收率、精密度、与参考检测方法的比较。

1. **依据**

GB/T 27417-2017 合格评定化学分析方法确认和验证指南

食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）

SN/T 2775-2011 商品化食品检测试剂盒评价方法

GB 5009.33-2016 食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

《亚硝酸盐的检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 离子色谱仪
4. 亚硝酸盐快速检测试剂盒配套试剂
5. 猪肉为样品基质
6. **线性范围**

配制亚硝酸盐标准溶液0mg/kg、5mg/kg、10mg/kg、30mg/kg、50mg/kg、100mg/kg，按照《亚硝酸盐的检测试剂盒说明书》操作，干式化学分析仪检测其灰度值，以亚硝酸盐标准溶液浓度值为横坐标，以干式分析仪的灰度值为纵坐标，建立折线图。试验结果见表8。

表11线性范围试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 浓度（mg/kg） | 0 | 5 | 10 | 30 | 50 | 100 |
| 灰度值 | 787 | 746 | 715 | 628 | 564 | 505 |
| 线性范围 | 0-100mg/kg |

1. **检出限、定量限**

使用北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及亚硝酸盐的检测试剂盒，按照《亚硝酸盐的检测试剂盒说明书》操作，以阴性猪肉为空白基质，连续独立测定50个空白基质阴性样品，根据检出限=阴性样品测定平均值+3倍标准偏差、定量限=阴性样品测定平均值+10倍标准偏差，计算得出该方法测定样品的检出限和定量限。试验结果见表9。

表12检出限、定量限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 样品浓度（mg/kg） | 3.044  | 2.682  | 1.440  | 2.188  | 0.210  | 0.239  | 1.697  | 1.262  | 0.459  | 2.302  |
| **样品编号** | **11** | **12** | **13** | **14** | **15** | **16** | **17** | **18** | **19** | **20** |
| 样品浓度（mg/kg） | 1.913  | 1.490  | 1.146  | 0.351  | 1.085  | 1.307  | 0.806  | 2.599  | 0.925  | 2.077  |
| **样品编号** | **21** | **22** | **23** | **24** | **25** | **26** | **27** | **28** | **29** | **30** |
| 样品浓度（mg/kg） | 0.257  | 2.580  | 1.813  | 2.575  | 1.627  | 2.890  | 0.333  | 3.002  | 2.280  | 0.204  |
| **样品编号** | **31** | **32** | **33** | **34** | **35** | **36** | **37** | **38** | **39** | **40** |
| 样品浓度（mg/kg） | 2.908  | 1.076  | 2.778  | 2.512  | 2.081  | 1.423  | 0.250  | 0.904  | 1.493  | 2.782  |
| **样品编号** | **41** | **42** | **43** | **44** | **45** | **46** | **47** | **48** | **49** | **50** |
| 样品浓度（mg/kg） | 3.088  | 0.305  | 1.359  | 0.445  | 0.834  | 0.479  | 2.241  | 2.954  | 2.899  | 3.088  |
| 样品测定平均值（mg/kg） | 1.605 | 标准偏差（mg/kg） | 0.962 |
| 检出限（mg/kg） | 2.886 | 定量限（mg/kg） | 9.621 |

1. **回收率**

向上述空白样品中添加1倍定量限浓度的标准溶液及2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，以平均值作为检测值。试验结果见表10、表11。

表131倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 10.0 | 空白值（mg/kg） | 0.157 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 9.916 | 9.118 | 9.257 | 9.430 | 10.652 | 10.344 | 8.920 | 10.050 | 10.654 | 9.858 | 10.358 |
| 回收率（%） | 97.613 | 89.630 | 91.020 | 92.749 | 104.969 | 101.894 | 87.650 | 98.945 | 104.992 | 97.034 | 102.025 |
| 平均回收率（%） | 97.183 |

表14 2倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 20.0 | 空白值（mg/kg） | 0.157 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 20.751 | 20.959 | 21.041 | 20.637 | 20.573 | 21.169 | 20.732 | 20.783 | 20.859 | 20.704 | 20.036 |
| 回收率（%） | 102.982 | 104.018 | 104.430 | 102.411 | 102.090 | 105.068 | 102.885 | 103.139 | 103.520 | 102.744 | 99.406 |
| 平均回收率（%） | 102.972 |

1. **精密度**

向上述空白样品中添加2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，计算相对偏差。试验结果见表12。

表格15 2倍定量限精密度试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 20.0 | 空白值（mg/kg） | 0.157 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 19.592  | 20.353  | 20.490  | 20.188  | 20.428  | 19.037  | 20.445  | 20.734  | 20.536  | 19.100  | 20.008  |
| 平均值（mg/kg） | 20.803 |
| 标准偏差（mg/kg） | 0.586 |
| 相对标准偏差（%） | 2.919 |

1. **与参考检测方法的比较**

使用干式化学分析仪检测方法与参考方法GB 5009.33-2016 食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定分别对同一份样品同一个目标物进行至少6次的测试。对检测目标物存在国家标准规定限值的，应进行限值水平的检出比较，对检测目标物不存在标准规定的，应与参考检测方法的检测能力进行比较。比较结果采用配对t检验法以证明两种方法之间的偏倚。试验结果见表13。

表16与参考检测方法的比较试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 检测值（mg/kg） | 差值di | d均值 | Sd | tD | t0.05,6 |
| 干式化学分析仪方法 | GB5009.33-2016 |
| 1 | 30.785 | 30.194 | 0.591 | 0.476 | 0.342 | 1.392 | 2.447 |
| 2 | 31.111 | 30.167 | 0.944 |
| 3 | 30.555 | 30.466 | 0.088 |
| 4 | 30.724 | 30.249 | 0.475 |
| 5 | 30.778 | 30.100 | 0.678 |
| 6 | 31.027 | 30.951 | 0.076 |
| 比较结果 | tD＜t0.05,6无显著差异 |
| 亚硝酸盐限值 | 30mg/kg |

## 3.5.1.2甲醛

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的甲醛快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、方法定量限、线性范围、回收率、精密度、与参考检测方法的比较。

1. **依据**

GB/T 27417-2017 合格评定化学分析方法确认和验证指南

食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）

SN/T 2775-2011 商品化食品检测试剂盒评价方法

GB/T 5009.49-2008 发酵酒及其配置酒卫生标准的分析方法

《甲醛的检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 分光光度计
4. 甲醛快速检测试剂盒配套试剂
5. 以发酵白酒为样品基质
6. **线性范围**

配制甲醛标准溶液0mg/kg、5mg/kg、10mg/kg、20mg/kg、40mg/kg、60mg/kg，按照《甲醛的检测试剂盒说明书》操作，干式化学分析仪检测其灰度值，以甲醛标准溶液浓度值为横坐标，以干式分析仪的灰度值为纵坐标，建立折线图。试验结果见表14。

表17线性范围试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 浓度（mg/kg） | 0 | 5 | 10 | 20 | 40 | 60 |
| 灰度值 | 734 | 666 | 616 | 584 | 535 | 485 |
| 线性范围 | 0-60mg/kg |

1. **检出限、定量限**

使用北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及甲醛的检测试剂盒，按照《甲醛的检测试剂盒说明书》操作，以阴性发酵白酒为空白基质，连续独立测定50个空白基质阴性样品，根据检出限=阴性样品测定平均值+3倍标准偏差、定量限=阴性样品测定平均值+10倍标准偏差，计算得出该方法测定样品的检出限和定量限。试验结果见表15。

表18检出限、定量限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 样品浓度（mg/kg） | 2.939  | 0.981  | 0.391  | 1.168  | 2.176  | 0.164  | 0.182  | 0.494  | 2.381  | 2.501  |
| **样品编号** | **11** | **12** | **13** | **14** | **15** | **16** | **17** | **18** | **19** | **20** |
| 样品浓度（mg/kg） | 2.966  | 2.630  | 1.540  | 1.284  | 2.408  | 2.239  | 2.689  | 0.876  | 1.205  | 1.128  |
| **样品编号** | **21** | **22** | **23** | **24** | **25** | **26** | **27** | **28** | **29** | **30** |
| 样品浓度（mg/kg） | 0.207  | 1.089  | 2.278  | 0.990  | 0.433  | 2.209  | 1.114  | 3.052  | 1.956  | 3.053  |
| **样品编号** | **31** | **32** | **33** | **34** | **35** | **36** | **37** | **38** | **39** | **40** |
| 样品浓度（mg/kg） | 2.348  | 1.701  | 1.037  | 2.643  | 2.152  | 1.995  | 2.098  | 1.278  | 1.909  | 1.458  |
| **样品编号** | **41** | **42** | **43** | **44** | **45** | **46** | **47** | **48** | **49** | **50** |
| 样品浓度（mg/kg） | 1.024  | 2.137  | 1.526  | 2.706  | 1.579  | 1.589  | 0.700  | 1.946  | 0.171  | 1.830  |
| 样品测定平均值（mg/kg） | 1.651 | 标准偏差（mg/kg） | 0.834 |
| 检出限（mg/kg） | 2.501 | 定量限（mg/kg） | 8.336 |

1. **回收率**

向上述空白样品中添加1倍定量限浓度的标准溶液及2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，以平均值作为检测值。试验结果见表16、表17。

表19 1倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 10.0 | 空白值（mg/kg） | 0.154 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 9.432  | 10.817  | 10.653  | 9.579  | 10.209  | 10.504  | 11.088  | 10.327  | 9.072  | 9.279  | 10.051  |
| 回收率（%） | 92.767  | 106.620  | 104.979  | 94.240  | 100.538  | 103.486  | 109.325  | 101.721  | 89.170  | 91.241  | 98.963  |
| 平均回收率（%） | 99.368 |

表20 2倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 20.0 | 空白值（mg/kg） | 0.154 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 20.059  | 20.938  | 21.065  | 20.400  | 19.953  | 20.478  | 20.562  | 21.012  | 19.907  | 20.009  | 21.044  |
| 回收率（%） | 99.518  | 103.917  | 104.552  | 101.227  | 98.989  | 101.616  | 102.033  | 104.285  | 98.761  | 99.270  | 104.444  |
| 平均回收率（%） | 101.692 |

1. **精密度**

向上述空白样品中添加2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，计算相对偏差。试验结果见表18。

表21 2倍定量限精密度试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 2.0 | 空白值（mg/kg） | 0.154 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 19.998  | 20.946  | 20.515  | 19.707  | 19.771  | 19.958  | 20.994  | 20.245  | 20.182  | 19.866  | 19.648  |
| 平均值（mg/kg） | 20.166 |
| 标准偏差（mg/kg） | 0.471 |
| 相对标准偏差（%） | 2.336 |

1. **与参考检测方法的比较**

使用干式化学分析仪检测方法与参考方法GB/T 5009.49-2008 发酵酒及其配置酒卫生标准的分析方法，分别对同一份样品同一个目标物进行至少6次的测试。对检测目标物存在国家标准规定限值的，应进行限值水平的检出比较，对检测目标物不存在标准规定的，应与参考检测方法的检测能力进行比较。比较结果采用配对t检验法以证明两种方法之间的偏倚。试验结果见表19。

表22与参考检测方法的比较试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 检测值（mg/kg） | 差值di | d均值 | Sd | tD | t0.05,6 |
| 干式化学分析仪方法 | GB/T 5009.49-2008 |
| 1 | 30.881 | 30.526 | 0.356 | 0.377 | 0.245 | 1.538 | 2.447 |
| 2 | 30.826 | 30.678 | 0.148 |
| 3 | 30.637 | 30.243 | 0.395 |
| 4 | 30.989 | 30.650 | 0.340 |
| 5 | 30.934 | 30.745 | 0.189 |
| 6 | 30.943 | 30.107 | 0.836 |
| 比较结果 | tD＜t0.05,6无显著差异 |
| 甲醛限值 | 30mg/kg |

**3.5.1.3 硼砂**

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的硼砂快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、方法定量限、线性范围、回收率、精密度、与参考检测方法的比较。

1. **依据**

GB/T27417-2017《合格评定化学分析方法确认和验证指南》

《食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）》

GB/T 5009.275-2016 食品安全国家标准食品中硼酸的测定

《硼砂的检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 分光光度计
4. 硼砂快速检测试剂盒配套试剂
5. 以面粉为样品基质
6. **线性范围**

配制硼砂标准溶液0mg/kg、50mg/kg、100mg/kg、150mg/kg、300mg/kg、500mg/kg，按照《硼砂的检测试剂盒说明书》操作，干式化学分析仪检测其灰度值，以硼砂标准溶液浓度值为横坐标，以干式分析仪的灰度值为纵坐标，建立折线图。试验结果见表20。

表23线性范围试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 浓度（mg/kg） | 0 | 50 | 100 | 150 | 300 | 500 |
| 灰度值 | 780 | 726 | 675 | 620 | 565 | 486 |
| 线性范围 | 0-500mg/kg |

1. **检出限、定量限**

使用北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及硼砂的检测试剂盒，按照《硼砂的检测试剂盒说明书》操作，以面粉为空白基质，连续独立测定50个空白基质阴性样品，根据检出限=阴性样品测定平均值+3倍标准偏差、定量限=阴性样品测定平均值+10倍标准偏差，计算得出该方法测定样品的检出限和定量限。试验结果见表21。

表24检出限、定量限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 样品浓度（mg/kg） | 25.322 | 28.681 | 33.687 | 44.124 | 16.421 | 19.297 | 44.471 | 44.976 | 30.858 | 16.071 |
| **样品编号** | **11** | **12** | **13** | **14** | **15** | **16** | **17** | **18** | **19** | **20** |
| 样品浓度（mg/kg） | 43.583 | 17.377 | 16.469 | 10.486 | 32.282 | 38.919 | 24.275 | 5.315 | 10.924 | 18.515 |
| **样品编号** | **21** | **22** | **23** | **24** | **25** | **26** | **27** | **28** | **29** | **30** |
| 样品浓度（mg/kg） | 48.226 | 34.949 | 31.103 | 9.825 | 38.061 | 7.273 | 44.098 | 26.539 | 28.006 | 21.012 |
| **样品编号** | **31** | **32** | **33** | **34** | **35** | **36** | **37** | **38** | **39** | **40** |
| 样品浓度（mg/kg） | 49.049 | 28.517 | 49.384 | 32.957 | 41.725 | 17.167 | 19.937 | 49.935 | 21.880 | 8.131 |
| **样品编号** | **41** | **42** | **43** | **44** | **45** | **46** | **47** | **48** | **49** | **50** |
| 样品浓度（mg/kg） | 48.678 | 25.818 | 41.317 | 4.067 | 48.455 | 2.449 | 37.390 | 24.555 | 0.579 | 10.265 |
| 样品测定平均值（mg/kg） | 27.468 | 标准偏差（mg/kg） | 14.510 |
| 检出限（mg/kg） | 43.530 | 定量限（mg/kg） | 145.099 |

1. **回收率**

向上述空白样品中添加1倍定量限浓度的标准溶液及2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，以平均值作为检测值。试验结果见表22、表23。

表25 1倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 150 | 空白值（mg/kg） | 0.141 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 145.520 | 146.861 | 146.177 | 147.744 | 145.379 | 150.344 | 145.700 | 145.217 | 149.962 | 147.580 | 145.720 |
| 回收率（%） | 96.909 | 97.803 | 97.347 | 98.391 | 96.815 | 100.125 | 97.028 | 96.707 | 99.870 | 98.249 | 97.042 |
| 平均回收率（%） | 97.844 |

表26 2倍定量限回收率试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 300 | 空白值（mg/kg） | 0.141 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 293.429 | 298.211 | 296.906 | 300.971 | 299.561 | 291.620 | 290.709 | 292.498 | 291.703 | 296.335 | 290.871 |
| 回收率（%） | 97.757 | 99.351 | 98.916 | 100.271 | 99.801 | 97.154 | 96.851 | 97.447 | 97.182 | 98.726 | 96.905 |
| 平均回收率（%） | 98.215 |

1. **精密度**

向上述空白样品中添加2倍定量限浓度的标准溶液作为检测基质，按照说明书操作进行前处理，重复测试11次以上，计算相对偏差。试验结果见表24。

表27 2倍定量限精密度试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加值（mg/kg） | 300 | 空白值（mg/kg） | 0.141 |
| 样品编号 | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| 检测值（mg/kg） | 300.704 | 292.535 | 297.543 | 295.649 | 298.451 | 295.900 | 300.720 | 291.794 | 296.177 | 295.461 | 299.704 |
| 平均值（mg/kg） | 296.822 |
| 标准偏差（mg/kg） | 3.011 |
| 相对标准偏差（%） | 1.014 |

1. **与参考检测方法的比较**

使用干式化学分析仪检测方法与GB/T 5009.275-2016 食品安全国家标准食品中硼酸的测定，分别对同一份样品同一个目标物进行至少6次的测试。对检测目标物存在国家标准规定限值的，应进行限值水平的检出比较，对检测目标物不存在标准规定的，应与参考检测方法法检测能力进行比较。比较结果采用配对t检验法以证明两种方法之间的偏倚。试验结果见表25。

表28与参考检测方法的比较试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 检测值（mg/kg） | 差值di | d均值 | Sd | tD | t0.05,6 |
| 干式化学分析仪方法 | GB/T 5009.275-2016 |
| 1 | 201.692 | 201.562 | 0.130 | 1.433 | 0.924 | 1.552 | 2.447 |
| 2 | 202.192 | 201.248 | 0.944 |
| 3 | 202.376 | 199.982 | 2.394 |
| 4 | 201.844 | 199.622 | 2.222 |
| 5 | 202.463 | 201.633 | 0.830 |
| 6 | 201.966 | 199.886 | 2.080 |
| 比较结果 | tD＜t0.05,6无显著差异 |
| 硼砂限值 | 200mg/kg |

## 3.5.2定性项目

## 3.5.2.1 孔雀石绿

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的孔雀石绿快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、假阳性率、假阴性率、特异性、灵敏度。

1. **依据**

食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）

SN/T2775-2011商品化食品检测试剂盒评价方法

GB/T 19857-2005水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定

《孔雀石绿快速检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 液相色谱-质谱联用仪
4. 孔雀石绿快速检测试剂盒及配套试剂
5. 草鱼为样品基质
6. **检出限**

在空白样品中加入检出限0.5μg/kg浓度标准物质溶液，按照说明书操作进行前处理，干式分析仪进行检测。检测结果全部显示阳性。试验结果见表26。

表29检出限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| 1 | 阳性 | 11 | 阳性 | 21 | 阳性 | 31 | 阳性 | 41 | 阳性 |
| 2 | 阳性 | 12 | 阳性 | 22 | 阳性 | 32 | 阳性 | 42 | 阳性 |
| 3 | 阳性 | 13 | 阳性 | 23 | 阳性 | 33 | 阳性 | 43 | 阳性 |
| 4 | 阳性 | 14 | 阳性 | 24 | 阳性 | 34 | 阳性 | 44 | 阳性 |
| 5 | 阳性 | 15 | 阳性 | 25 | 阳性 | 35 | 阳性 | 45 | 阳性 |
| 6 | 阳性 | 16 | 阳性 | 26 | 阳性 | 36 | 阳性 | 46 | 阳性 |
| 7 | 阳性 | 17 | 阳性 | 27 | 阳性 | 37 | 阳性 | 47 | 阳性 |
| 8 | 阳性 | 18 | 阳性 | 28 | 阳性 | 38 | 阳性 | 48 | 阳性 |
| 9 | 阳性 | 19 | 阳性 | 29 | 阳性 | 39 | 阳性 | 49 | 阳性 |
| 10 | 阳性 | 20 | 阳性 | 30 | 阳性 | 40 | 阳性 | 50 | 阳性 |

1. **特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率**
2. 阴性样品（空白基质）：经过GB/T 19857-2005水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定检测为未检出的样品。
3. 阳性样品（加标浓度0.5μg/kg）：经过GB/T 19857-2005水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定检测为0.43μg/kg。
4. 取阴性样品分别称量150份样品，选取批号为E8111810103、E8111830145及E8111860183三个不同批次的干式化学分析仪分别对50份阴性样品、50份阳性样品进行检测。试验结果见表27、表28、表29、表30。

表30样品编号及仪器编号对应表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器编号 | E8111810103 | E8111830145 | E8111860183 |
| 阴性样品编号 | a1.1-a1.50 | a2.1-a2.50 | a3.1-a3.50 |
| 阳性样品编号 | b1.1-b1.50 | b2.1-b2.50 | b3.1-b3.50 |

表31阴性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a1.1 | 阴性 | a1.11 | 阴性 | a1.21 | 阴性 | a1.31 | 阴性 | a1.41 | 阴性 |
| a1.2 | 阴性 | a1.12 | 阴性 | a1.22 | 阴性 | a1.32 | 阴性 | a1.42 | 阴性 |
| a1.3 | 阴性 | a1.13 | 阴性 | a1.23 | 阴性 | a1.33 | 阴性 | a1.43 | 阴性 |
| a1.4 | 阴性 | a1.14 | 阴性 | a1.24 | 阴性 | a1.34 | 阴性 | a1.44 | 阴性 |
| a1.5 | 阴性 | a1.15 | 阴性 | a1.25 | 阴性 | a1.35 | 阴性 | a1.45 | 阴性 |
| a1.6 | 阴性 | a1.16 | 阴性 | a1.26 | 阴性 | a1.36 | 阴性 | a1.46 | 阴性 |
| a1.7 | 阴性 | a1.17 | 阴性 | a1.27 | 阴性 | a1.37 | 阴性 | a1.47 | 阴性 |
| a1.8 | 阴性 | a1.18 | 阴性 | a1.28 | 阴性 | a1.38 | 阴性 | a1.48 | 阴性 |
| a1.9 | 阴性 | a1.19 | 阴性 | a1.29 | 阴性 | a1.39 | 阴性 | a1.49 | 阴性 |
| a1.10 | 阴性 | a1.20 | 阴性 | a1.30 | 阴性 | a1.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |
| **仪器编号为E8111830145阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a2.1 | 阴性 | a2.11 | 阴性 | a2.21 | 阴性 | a2.31 | 阴性 | a2.41 | 阴性 |
| a2.2 | 阴性 | a2.12 | 阴性 | a2.22 | 阴性 | a2.32 | 阴性 | a2.42 | 阴性 |
| a2.3 | 阴性 | a2.13 | 阴性 | a2.23 | 阴性 | a2.33 | 阴性 | a2.43 | 阴性 |
| a2.4 | 阴性 | a2.14 | 阴性 | a2.24 | 阴性 | a2.34 | 阴性 | a2.44 | 阴性 |
| a2.5 | 阴性 | a2.15 | 阴性 | a2.25 | 阴性 | a2.35 | 阴性 | a2.45 | 阴性 |
| a2.6 | 阴性 | a2.16 | 阴性 | a2.26 | 阴性 | a2.36 | 阴性 | a2.46 | 阴性 |
| a2.7 | 阴性 | a2.17 | 阴性 | a2.27 | 阴性 | a2.37 | 阴性 | a2.47 | 阴性 |
| a2.8 | 阴性 | a2.18 | 阴性 | a2.28 | 阴性 | a2.38 | 阴性 | a2.48 | 阴性 |
| a2.9 | 阴性 | a2.19 | 阴性 | a2.29 | 阴性 | a2.39 | 阴性 | a2.49 | 阴性 |
| a2.10 | 阴性 | a2.10 | 阴性 | a2.30 | 阴性 | a2.40 | 阴性 | a2.50 | 阴性 |
| **仪器编号为E8111860183阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a3.1 | 阴性 | a3.11 | 阴性 | a3.21 | 阴性 | a3.31 | 阴性 | a3.41 | 阴性 |
| a3.2 | 阴性 | a3.12 | 阴性 | a3.22 | 阴性 | a3.32 | 阴性 | a3.42 | 阴性 |
| a3.3 | 阴性 | a3.13 | 阴性 | a3.23 | 阴性 | a3.33 | 阴性 | a3.43 | 阴性 |
| a3.4 | 阴性 | a3.14 | 阴性 | a3.24 | 阴性 | a3.34 | 阴性 | a3.44 | 阴性 |
| a3.5 | 阴性 | a3.15 | 阴性 | a3.25 | 阴性 | a3.35 | 阴性 | a3.45 | 阴性 |
| a3.6 | 阴性 | a3.16 | 阴性 | a3.26 | 阴性 | a3.36 | 阴性 | a3.46 | 阴性 |
| a3.7 | 阴性 | a3.17 | 阴性 | a3.27 | 阴性 | a3.37 | 阴性 | a3.47 | 阴性 |
| a3.8 | 阴性 | a3.18 | 阴性 | a3.28 | 阴性 | a3.38 | 阴性 | a3.48 | 阴性 |
| a3.9 | 阴性 | a3.19 | 阴性 | a3.29 | 阴性 | a3.39 | 阴性 | a3.49 | 阴性 |
| a3.10 | 阴性 | a3.20 | 阴性 | a3.30 | 阴性 | a3.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |

表32阳性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阳性性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b1.1 | 阳性 | b1.11 | 阳性 | b1.21 | 阳性 | b1.31 | 阳性 | b1.41 | 阳性 |
| b1.2 | 阳性 | b1.12 | 阳性 | b1.22 | 阳性 | b1.32 | 阳性 | b1.42 | 阳性 |
| b1.3 | 阳性 | b1.13 | 阳性 | b1.23 | 阳性 | b1.33 | 阳性 | b1.43 | 阳性 |
| b1.4 | 阳性 | b1.14 | 阳性 | b1.24 | 阳性 | b1.34 | **阴性** | b1.44 | 阳性 |
| b1.5 | 阳性 | b1.15 | 阳性 | b1.25 | 阳性 | b1.35 | 阳性 | b1.45 | 阳性 |
| b1.6 | 阳性 | b1.16 | 阳性 | b1.26 | 阳性 | b1.36 | 阳性 | b1.46 | 阳性 |
| b1.7 | 阳性 | b1.17 | 阳性 | b1.27 | 阳性 | b1.37 | 阳性 | b1.47 | 阳性 |
| b1.8 | 阳性 | b1.18 | 阳性 | b1.28 | 阳性 | b1.38 | 阳性 | b1.48 | 阳性 |
| b1.9 | 阳性 | b1.19 | 阳性 | b1.29 | 阳性 | b1.39 | 阳性 | b1.49 | 阳性 |
| b1.10 | 阳性 | b1.20 | 阳性 | b1.30 | 阳性 | b1.40 | 阳性 | b1.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111830145阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b2.1 | 阳性 | b2.11 | 阳性 | b2.21 | 阳性 | b2.31 | 阳性 | b2.41 | 阳性 |
| b2.2 | 阳性 | b2.12 | 阳性 | b2.22 | 阳性 | b2.32 | 阳性 | b2.42 | 阳性 |
| b2.3 | 阳性 | b2.13 | 阳性 | b2.23 | 阳性 | b2.33 | 阳性 | b2.43 | 阳性 |
| b2.4 | 阳性 | b2.14 | 阳性 | b2.24 | 阳性 | b2.34 | 阳性 | b2.44 | 阳性 |
| b2.5 | 阳性 | b2.15 | 阳性 | b2.25 | 阳性 | b2.35 | 阳性 | b2.45 | 阳性 |
| b2.6 | 阳性 | b2.16 | 阳性 | b2.26 | 阳性 | b2.36 | 阳性 | b2.46 | 阳性 |
| b2.7 | 阳性 | b2.17 | 阳性 | b2.27 | 阳性 | b2.37 | 阳性 | b2.47 | 阳性 |
| b2.8 | 阳性 | b2.18 | 阳性 | b2.28 | 阳性 | b2.38 | 阳性 | b2.48 | 阳性 |
| b2.9 | 阳性 | b2.19 | 阳性 | b2.29 | 阳性 | b2.39 | 阳性 | b2.49 | 阳性 |
| b2.10 | 阳性 | b2.20 | 阳性 | b2.30 | 阳性 | b2.40 | 阳性 | b2.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111860183阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b3.1 | 阳性 | b3.11 | 阳性 | b3.21 | 阳性 | b3.31 | 阳性 | b3.41 | 阳性 |
| b3.2 | 阳性 | b3.12 | 阳性 | b3.22 | 阳性 | b3.32 | 阳性 | b3.42 | 阳性 |
| b3.3 | 阳性 | b3.13 | 阳性 | b3.23 | 阳性 | b3.33 | 阳性 | b3.43 | 阳性 |
| b3.4 | 阳性 | b3.14 | 阳性 | b3.24 | 阳性 | b3.34 | 阳性 | b3.44 | 阳性 |
| b3.5 | 阳性 | b3.15 | 阳性 | b3.25 | 阳性 | b3.35 | 阳性 | b3.45 | 阳性 |
| b3.6 | 阳性 | b3.16 | 阳性 | b3.26 | 阳性 | b3.36 | 阳性 | b3.46 | 阳性 |
| b3.7 | 阳性 | b3.17 | 阳性 | b3.27 | 阳性 | b3.37 | 阳性 | b3.47 | 阳性 |
| b3.8 | 阳性 | b3.18 | 阳性 | b3.28 | 阳性 | b3.38 | 阳性 | b3.48 | 阳性 |
| b3.9 | 阳性 | b3.19 | 阳性 | b3.29 | 阳性 | b3.39 | 阳性 | b3.49 | 阳性 |
| b3.10 | 阳性 | b3.20 | 阳性 | b3.30 | 阳性 | b3.40 | 阳性 | b3.50 | 阳性 |

表33特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率试验结果

|  |
| --- |
| 性能指标评价表 |
| 参考方法测试样品的实际状态 | 干式化学分析仪检测结果 | 总数 |
| 阳性 | 阴性 |
| 阳性 | a=149 | b=1 | a+b=150 |
| 阴性 | c=0 | d=150 | c+d=150 |
| 总计 | a+c=149 | b+d=151 | a+b+c+d=300 |
| 特异性% | d/（c+d）=150/150=100.0% |
| 灵敏度% | a/（a+b）=149/150=99.3% |
| 假阳性率% | 1-特异性=0% |
| 假阴性率% | 1-灵敏度=0.67% |

## 3.5.2.2 克伦特罗

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的克伦特罗快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、假阳性率、假阴性率、特异性、灵敏度。

1. **依据**

食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）

SN/T2775-2011 商品化食品检测试剂盒评价方法

GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种β-受体激动剂残留量的测定液相色谱串联质谱法

《克伦特罗快速检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 液相色谱-质谱联用仪
4. 克伦特罗快速检测试剂盒及配套试剂
5. 猪肉为样品基质
6. **检出限**

在空白样品中加入0.5μg/kg浓度标准物质溶液，按照说明书操作进行前处理，干式分析仪进行检测。检测结果全部显示阳性。试验结果见表31。

表34检出限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| 1 | 阳性 | 11 | 阳性 | 21 | 阳性 | 31 | 阳性 | 41 | 阳性 |
| 2 | 阳性 | 12 | 阳性 | 22 | 阳性 | 32 | 阳性 | 42 | 阳性 |
| 3 | 阳性 | 13 | 阳性 | 23 | 阳性 | 33 | 阳性 | 43 | 阳性 |
| 4 | 阳性 | 14 | 阳性 | 24 | 阳性 | 34 | 阳性 | 44 | 阳性 |
| 5 | 阳性 | 15 | 阳性 | 25 | 阳性 | 35 | 阳性 | 45 | 阳性 |
| 6 | 阳性 | 16 | 阳性 | 26 | 阳性 | 36 | 阳性 | 46 | 阳性 |
| 7 | 阳性 | 17 | 阳性 | 27 | 阳性 | 37 | 阳性 | 47 | 阳性 |
| 8 | 阳性 | 18 | 阳性 | 28 | 阳性 | 38 | 阳性 | 48 | 阳性 |
| 9 | 阳性 | 19 | 阳性 | 29 | 阳性 | 39 | 阳性 | 49 | 阳性 |
| 10 | 阳性 | 20 | 阳性 | 30 | 阳性 | 40 | 阳性 | 50 | 阳性 |

1. **特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率**
2. 阴性样品（空白基质）：经过GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种β-受体激动剂残留量的测定液相色谱串联质谱法检测为未检出的样品。
3. 阳性样品（加标浓度0.5μg/kg）：经过GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种β-受体激动剂残留量的测定液相色谱串联质谱法检测为0.44μg/kg。
4. 取阴性样品分别称量150份样品，选取批号为E8111810103、E8111830145及E8111860183三个不同批次的干式化学分析仪分别对50份阴性样品、50份阳性样品进行检测。试验结果见表32、表33、表34、表35。

表35样品编号及仪器编号对应表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器编号 | E8111810103 | E8111830145 | E8111860183 |
| 阴性样品编号 | a1.1-a1.50 | a2.1-a2.50 | a3.1-a3.50 |
| 阳性样品编号 | b1.1-b1.50 | b2.1-b2.50 | b3.1-b3.50 |

表36阴性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a1.1 | 阴性 | a1.11 | 阴性 | a1.21 | 阴性 | a1.31 | 阴性 | a1.41 | 阴性 |
| a1.2 | 阴性 | a1.12 | 阴性 | a1.22 | 阴性 | a1.32 | 阴性 | a1.42 | 阴性 |
| a1.3 | 阴性 | a1.13 | 阴性 | a1.23 | 阴性 | a1.33 | 阴性 | a1.43 | 阴性 |
| a1.4 | 阴性 | a1.14 | 阴性 | a1.24 | 阴性 | a1.34 | 阴性 | a1.44 | 阴性 |
| a1.5 | 阴性 | a1.15 | 阴性 | a1.25 | 阴性 | a1.35 | 阴性 | a1.45 | 阴性 |
| a1.6 | 阴性 | a1.16 | 阴性 | a1.26 | 阴性 | a1.36 | 阴性 | a1.46 | 阴性 |
| a1.7 | 阴性 | a1.17 | 阴性 | a1.27 | 阴性 | a1.37 | 阴性 | a1.47 | 阴性 |
| a1.8 | 阴性 | a1.18 | 阴性 | a1.28 | 阴性 | a1.38 | 阴性 | a1.48 | 阴性 |
| a1.9 | 阴性 | a1.19 | 阴性 | a1.29 | 阴性 | a1.39 | 阴性 | a1.49 | 阴性 |
| a1.10 | 阴性 | a1.20 | 阴性 | a1.30 | 阴性 | a1.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |
| **仪器编号为**E8111830145**阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a2.1 | 阴性 | a2.11 | 阴性 | a2.21 | 阴性 | a2.31 | 阴性 | a2.41 | 阴性 |
| a2.2 | 阴性 | a2.12 | 阴性 | a2.22 | 阴性 | a2.32 | 阴性 | a2.42 | 阴性 |
| a2.3 | 阴性 | a2.13 | 阴性 | a2.23 | 阴性 | a2.33 | 阴性 | a2.43 | 阴性 |
| a2.4 | 阴性 | a2.14 | 阴性 | a2.24 | 阴性 | a2.34 | 阴性 | a2.44 | 阴性 |
| a2.5 | 阴性 | a2.15 | 阴性 | a2.25 | 阴性 | a2.35 | 阴性 | a2.45 | 阴性 |
| a2.6 | 阴性 | a2.16 | 阴性 | a2.26 | 阴性 | a2.36 | 阴性 | a2.46 | 阴性 |
| a2.7 | 阴性 | a2.17 | 阴性 | a2.27 | 阴性 | a2.37 | 阴性 | a2.47 | 阴性 |
| a2.8 | 阴性 | a2.18 | 阴性 | a2.28 | 阴性 | a2.38 | 阴性 | a2.48 | 阴性 |
| a2.9 | 阴性 | a2.19 | 阴性 | a2.29 | 阴性 | a2.39 | 阴性 | a2.49 | 阴性 |
| a2.10 | 阴性 | a2.10 | 阴性 | a2.30 | 阴性 | a2.40 | 阴性 | a2.50 | 阴性 |
| **仪器编号为E8111860183阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a3.1 | 阴性 | a3.11 | 阴性 | a3.21 | 阴性 | a3.31 | 阴性 | a3.41 | 阴性 |
| a3.2 | 阴性 | a3.12 | 阴性 | a3.22 | 阴性 | a3.32 | 阴性 | a3.42 | 阴性 |
| a3.3 | 阴性 | a3.13 | 阴性 | a3.23 | 阴性 | a3.33 | 阴性 | a3.43 | 阴性 |
| a3.4 | 阴性 | a3.14 | 阴性 | a3.24 | 阴性 | a3.34 | 阴性 | a3.44 | 阴性 |
| a3.5 | 阴性 | a3.15 | 阴性 | a3.25 | 阴性 | a3.35 | 阴性 | a3.45 | 阴性 |
| a3.6 | 阴性 | a3.16 | 阴性 | a3.26 | 阴性 | a3.36 | 阴性 | a3.46 | 阴性 |
| a3.7 | 阴性 | a3.17 | 阴性 | a3.27 | 阴性 | a3.37 | 阴性 | a3.47 | 阴性 |
| a3.8 | 阴性 | a3.18 | 阴性 | a3.28 | 阴性 | a3.38 | 阴性 | a3.48 | 阴性 |
| a3.9 | 阴性 | a3.19 | 阴性 | a3.29 | 阴性 | a3.39 | 阴性 | a3.49 | 阴性 |
| a3.10 | 阴性 | a3.20 | 阴性 | a3.30 | 阴性 | a3.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |

表37阳性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阳性性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b1.1 | 阳性 | b1.11 | 阳性 | b1.21 | 阳性 | b1.31 | 阳性 | b1.41 | 阳性 |
| b1.2 | 阳性 | b1.12 | 阳性 | b1.22 | 阳性 | b1.32 | 阳性 | b1.42 | 阳性 |
| b1.3 | 阳性 | b1.13 | 阳性 | b1.23 | 阳性 | b1.33 | 阳性 | b1.43 | 阳性 |
| b1.4 | 阳性 | b1.14 | 阳性 | b1.24 | 阳性 | b1.34 | 阳性 | b1.44 | 阳性 |
| b1.5 | 阳性 | b1.15 | 阳性 | b1.25 | 阳性 | b1.35 | 阳性 | b1.45 | 阳性 |
| b1.6 | 阳性 | b1.16 | 阳性 | b1.26 | 阳性 | b1.36 | 阳性 | b1.46 | 阳性 |
| b1.7 | 阳性 | b1.17 | 阳性 | b1.27 | 阳性 | b1.37 | 阳性 | b1.47 | 阳性 |
| b1.8 | 阳性 | b1.18 | **阴性** | b1.28 | 阳性 | b1.38 | 阳性 | b1.48 | 阳性 |
| b1.9 | 阳性 | b1.19 | 阳性 | b1.29 | 阳性 | b1.39 | 阳性 | b1.49 | 阳性 |
| b1.10 | 阳性 | b1.20 | 阳性 | b1.30 | 阳性 | b1.40 | 阳性 | b1.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111830145阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b2.1 | 阳性 | b2.11 | 阳性 | b2.21 | 阳性 | b2.31 | 阳性 | b2.41 | 阳性 |
| b2.2 | 阳性 | b2.12 | 阳性 | b2.22 | 阳性 | b2.32 | 阳性 | b2.42 | 阳性 |
| b2.3 | 阳性 | b2.13 | 阳性 | b2.23 | 阳性 | b2.33 | 阳性 | b2.43 | 阳性 |
| b2.4 | 阳性 | b2.14 | 阳性 | b2.24 | 阳性 | b2.34 | 阳性 | b2.44 | 阳性 |
| b2.5 | 阳性 | b2.15 | 阳性 | b2.25 | 阳性 | b2.35 | 阳性 | b2.45 | 阳性 |
| b2.6 | 阳性 | b2.16 | 阳性 | b2.26 | 阳性 | b2.36 | 阳性 | b2.46 | 阳性 |
| b2.7 | 阳性 | b2.17 | 阳性 | b2.27 | 阳性 | b2.37 | 阳性 | b2.47 | 阳性 |
| b2.8 | 阳性 | b2.18 | 阳性 | b2.28 | 阳性 | b2.38 | 阳性 | b2.48 | 阳性 |
| b2.9 | 阳性 | b2.19 | 阳性 | b2.29 | 阳性 | b2.39 | 阳性 | b2.49 | 阳性 |
| b2.10 | 阳性 | b2.20 | 阳性 | b2.30 | 阳性 | b2.40 | 阳性 | b2.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111860183阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b3.1 | 阳性 | b3.11 | 阳性 | b3.21 | 阳性 | b3.31 | 阳性 | b3.41 | 阳性 |
| b3.2 | 阳性 | b3.12 | 阳性 | b3.22 | 阳性 | b3.32 | 阳性 | b3.42 | 阳性 |
| b3.3 | 阳性 | b3.13 | 阳性 | b3.23 | 阳性 | b3.33 | 阳性 | b3.43 | 阳性 |
| b3.4 | 阳性 | b3.14 | 阳性 | b3.24 | 阳性 | b3.34 | 阳性 | b3.44 | 阳性 |
| b3.5 | 阳性 | b3.15 | 阳性 | b3.25 | 阳性 | b3.35 | 阳性 | b3.45 | 阳性 |
| b3.6 | 阳性 | b3.16 | **阴性** | b3.26 | 阳性 | b3.36 | 阳性 | b3.46 | 阳性 |
| b3.7 | 阳性 | b3.17 | 阳性 | b3.27 | 阳性 | b3.37 | 阳性 | b3.47 | 阳性 |
| b3.8 | 阳性 | b3.18 | 阳性 | b3.28 | 阳性 | b3.38 | 阳性 | b3.48 | 阳性 |
| b3.9 | 阳性 | b3.19 | 阳性 | b3.29 | 阳性 | b3.39 | 阳性 | b3.49 | 阳性 |
| b3.10 | 阳性 | b3.20 | 阳性 | b3.30 | 阳性 | b3.40 | 阳性 | b3.50 | 阳性 |

表38特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率试验结果

|  |
| --- |
| 性能指标评价表 |
| 参考方法测试样品的实际状态 | 干式化学分析仪检测结果 | 总数 |
| 阳性 | 阴性 |
| 阳性 | a=148 | b=2 | a+b=150 |
| 阴性 | c=0 | d=150 | c+d=150 |
| 总计 | a+c=148 | b+d=152 | a+b+c+d=300 |
| 特异性% | d/（c+d）=150/150=100% |
| 灵敏度% | a/（a+b）=148/150=98.7% |
| 假阳性率% | 1-特异性=0% |
| 假阴性率% | 1-灵敏度=1.3% |

## 3.5.2.3 黄曲霉毒素B1

1. **目的**

对北京六角体科技发展有限公司生产的干式化学分析仪及配套的黄曲霉毒素B1快速检测试剂盒的各项性能开展验证。验证内容包括仪器及试剂盒的方法检出限、假阳性率、假阴性率、特异性、灵敏度。

1. **依据**

食品快速检测方法评价技术规范（食药监办科[2017]43号）

SN/T 2775-2011 商品化食品检测试剂盒评价方法

GB 5009.22-2016 食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定

《黄曲霉毒素B1快速检测试剂盒说明书》北京六角体科技发展有限公司

1. **试验材料**
2. 高通量食品安全干式分析仪
3. 液相色谱-质谱联用仪
4. 黄曲霉毒素B1快速检测试剂盒及配套试剂
5. 玉米粉为样品基质
6. **检出限**

在空白样品中加入检出限5μg/kg浓度标准物质溶液，按照说明书操作进行前处理，干式分析仪进行检测。检测结果全部显示阳性。试验结果见表36。

表39检出限试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| 1 | 阳性 | 11 | 阳性 | 21 | 阳性 | 31 | 阳性 | 41 | 阳性 |
| 2 | 阳性 | 12 | 阳性 | 22 | 阳性 | 32 | 阳性 | 42 | 阳性 |
| 3 | 阳性 | 13 | 阳性 | 23 | 阳性 | 33 | 阳性 | 43 | 阳性 |
| 4 | 阳性 | 14 | 阳性 | 24 | 阳性 | 34 | 阳性 | 44 | 阳性 |
| 5 | 阳性 | 15 | 阳性 | 25 | 阳性 | 35 | 阳性 | 45 | 阳性 |
| 6 | 阳性 | 16 | 阳性 | 26 | 阳性 | 36 | 阳性 | 46 | 阳性 |
| 7 | 阳性 | 17 | 阳性 | 27 | 阳性 | 37 | 阳性 | 47 | 阳性 |
| 8 | 阳性 | 18 | 阳性 | 28 | 阳性 | 38 | 阳性 | 48 | 阳性 |
| 9 | 阳性 | 19 | 阳性 | 29 | 阳性 | 39 | 阳性 | 49 | 阳性 |
| 10 | 阳性 | 20 | 阳性 | 30 | 阳性 | 40 | 阳性 | 50 | 阳性 |

1. **特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率**
2. 阴性样品（空白基质）：经过GB 5009.22-2016食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定检测为未检出的样品。
3. 阳性样品（加标浓度5μg/kg）：经过GB 5009.22-2016食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定检测为4.75μg/kg。
4. 取阴性样品分别称量150份样品，选取批号为E8111810103、E8111830145及E8111860183三个不同批次的干式化学分析仪分别对50份阴性样品、50份阳性样品进行检测。试验结果见表37、表38、表39、表40。

表40样品编号及仪器编号对应表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器编号 | E8111810103 | E8111830145 | E8111860183 |
| 阴性样品编号 | a1.1-a1.50 | a2.1-a2.50 | a3.1-a3.50 |
| 阳性样品编号 | b1.1-b1.50 | b2.1-b2.50 | b3.1-b3.50 |

表41阴性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a1.1 | 阴性 | a1.11 | 阴性 | a1.21 | 阴性 | a1.31 | 阴性 | a1.41 | 阴性 |
| a1.2 | 阴性 | a1.12 | 阴性 | a1.22 | 阴性 | a1.32 | 阴性 | a1.42 | 阴性 |
| a1.3 | 阴性 | a1.13 | 阴性 | a1.23 | 阴性 | a1.33 | 阴性 | a1.43 | 阴性 |
| a1.4 | 阴性 | a1.14 | 阴性 | a1.24 | 阴性 | a1.34 | 阴性 | a1.44 | 阴性 |
| a1.5 | 阴性 | a1.15 | 阴性 | a1.25 | 阴性 | a1.35 | 阴性 | a1.45 | 阴性 |
| a1.6 | 阴性 | a1.16 | 阴性 | a1.26 | 阴性 | a1.36 | 阴性 | a1.46 | 阴性 |
| a1.7 | 阴性 | a1.17 | 阴性 | a1.27 | 阴性 | a1.37 | 阴性 | a1.47 | 阴性 |
| a1.8 | 阴性 | a1.18 | 阴性 | a1.28 | 阴性 | a1.38 | 阴性 | a1.48 | 阴性 |
| a1.9 | 阴性 | a1.19 | 阴性 | a1.29 | 阴性 | a1.39 | 阴性 | a1.49 | 阴性 |
| a1.10 | 阴性 | a1.20 | 阴性 | a1.30 | 阴性 | a1.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |
| **仪器编号为**E8111830145**阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a2.1 | 阴性 | a2.11 | 阴性 | a2.21 | 阴性 | a2.31 | 阴性 | a2.41 | 阴性 |
| a2.2 | 阴性 | a2.12 | 阴性 | a2.22 | 阴性 | a2.32 | 阴性 | a2.42 | 阴性 |
| a2.3 | 阴性 | a2.13 | 阴性 | a2.23 | 阴性 | a2.33 | 阴性 | a2.43 | 阴性 |
| a2.4 | 阴性 | a2.14 | 阴性 | a2.24 | 阴性 | a2.34 | 阴性 | a2.44 | 阴性 |
| a2.5 | 阴性 | a2.15 | 阴性 | a2.25 | 阴性 | a2.35 | 阴性 | a2.45 | 阴性 |
| a2.6 | 阴性 | a2.16 | 阴性 | a2.26 | 阴性 | a2.36 | 阴性 | a2.46 | 阴性 |
| a2.7 | 阴性 | a2.17 | 阴性 | a2.27 | 阴性 | a2.37 | 阴性 | a2.47 | 阴性 |
| a2.8 | 阴性 | a2.18 | 阴性 | a2.28 | 阴性 | a2.38 | 阴性 | a2.48 | 阴性 |
| a2.9 | 阴性 | a2.19 | 阴性 | a2.29 | 阴性 | a2.39 | 阴性 | a2.49 | 阴性 |
| a2.10 | 阴性 | a2.10 | 阴性 | a2.30 | 阴性 | a2.40 | 阴性 | a2.50 | 阴性 |
| **仪器编号为E8111860183阴性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| a3.1 | 阴性 | a3.11 | 阴性 | a3.21 | 阴性 | a3.31 | 阴性 | a3.41 | 阴性 |
| a3.2 | 阴性 | a3.12 | 阴性 | a3.22 | 阴性 | a3.32 | 阴性 | a3.42 | 阴性 |
| a3.3 | 阴性 | a3.13 | 阴性 | a3.23 | 阴性 | a3.33 | 阴性 | a3.43 | 阴性 |
| a3.4 | 阴性 | a3.14 | 阴性 | a3.24 | 阴性 | a3.34 | 阴性 | a3.44 | 阴性 |
| a3.5 | 阴性 | a3.15 | 阴性 | a3.25 | 阴性 | a3.35 | 阴性 | a3.45 | 阴性 |
| a3.6 | 阴性 | a3.16 | 阴性 | a3.26 | 阴性 | a3.36 | 阴性 | a3.46 | 阴性 |
| a3.7 | 阴性 | a3.17 | 阴性 | a3.27 | 阴性 | a3.37 | 阴性 | a3.47 | 阴性 |
| a3.8 | 阴性 | a3.18 | 阴性 | a3.28 | 阴性 | a3.38 | 阴性 | a3.48 | 阴性 |
| a3.9 | 阴性 | a3.19 | 阴性 | a3.29 | 阴性 | a3.39 | 阴性 | a3.49 | 阴性 |
| a3.10 | 阴性 | a3.20 | 阴性 | a3.30 | 阴性 | a3.40 | 阴性 | a1.50 | 阴性 |

表42阳性样品试验结果

|  |
| --- |
| **仪器编号为E8111810103阳性性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b1.1 | 阳性 | b1.11 | 阳性 | b1.21 | 阳性 | b1.31 | 阳性 | b1.41 | 阳性 |
| b1.2 | 阳性 | b1.12 | 阳性 | b1.22 | 阳性 | b1.32 | 阳性 | b1.42 | 阳性 |
| b1.3 | 阳性 | b1.13 | 阳性 | b1.23 | 阳性 | b1.33 | 阳性 | b1.43 | 阳性 |
| b1.4 | 阳性 | b1.14 | 阳性 | b1.24 | 阳性 | b1.34 | 阳性 | b1.44 | 阳性 |
| b1.5 | 阳性 | b1.15 | 阳性 | b1.25 | 阳性 | b1.35 | 阳性 | b1.45 | 阳性 |
| b1.6 | 阳性 | b1.16 | **阴性** | b1.26 | 阳性 | b1.36 | 阳性 | b1.46 | 阳性 |
| b1.7 | 阳性 | b1.17 | 阳性 | b1.27 | 阳性 | b1.37 | 阳性 | b1.47 | 阳性 |
| b1.8 | 阳性 | b1.18 | 阳性 | b1.28 | 阳性 | b1.38 | 阳性 | b1.48 | 阳性 |
| b1.9 | 阳性 | b1.19 | 阳性 | b1.29 | 阳性 | b1.39 | 阳性 | b1.49 | 阳性 |
| b1.10 | 阳性 | b1.20 | 阳性 | b1.30 | 阳性 | b1.40 | 阳性 | b1.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111830145阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b2.1 | 阳性 | b2.11 | 阳性 | b2.21 | 阳性 | b2.31 | 阳性 | b2.41 | 阳性 |
| b2.2 | 阳性 | b2.12 | 阳性 | b2.22 | 阳性 | b2.32 | 阳性 | b2.42 | 阳性 |
| b2.3 | 阳性 | b2.13 | 阳性 | b2.23 | 阳性 | b2.33 | 阳性 | b2.43 | 阳性 |
| b2.4 | 阳性 | b2.14 | 阳性 | b2.24 | 阳性 | b2.34 | 阳性 | b2.44 | 阳性 |
| b2.5 | 阳性 | b2.15 | 阳性 | b2.25 | 阳性 | b2.35 | 阳性 | b2.45 | 阳性 |
| b2.6 | 阳性 | b2.16 | 阳性 | b2.26 | 阳性 | b2.36 | 阳性 | b2.46 | 阳性 |
| b2.7 | 阳性 | b2.17 | 阳性 | b2.27 | 阳性 | b2.37 | 阳性 | b2.47 | 阳性 |
| b2.8 | 阳性 | b2.18 | 阳性 | b2.28 | 阳性 | b2.38 | 阳性 | b2.48 | 阳性 |
| b2.9 | 阳性 | b2.19 | 阳性 | b2.29 | 阳性 | b2.39 | 阳性 | b2.49 | 阳性 |
| b2.10 | 阳性 | b2.20 | 阳性 | b2.30 | 阳性 | b2.40 | 阳性 | b2.50 | 阳性 |
| **仪器编号为E8111860183阳性样品检测结果** |
| 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 | 样品编号 | 结果判定 |
| b3.1 | 阳性 | b3.11 | 阳性 | b3.21 | 阳性 | b3.31 | 阳性 | b3.41 | 阳性 |
| b3.2 | 阳性 | b3.12 | 阳性 | b3.22 | 阳性 | b3.32 | 阳性 | b3.42 | 阳性 |
| b3.3 | 阳性 | b3.13 | 阳性 | b3.23 | 阳性 | b3.33 | 阳性 | b3.43 | 阳性 |
| b3.4 | 阳性 | b3.14 | 阳性 | b3.24 | 阳性 | b3.34 | 阳性 | b3.44 | 阳性 |
| b3.5 | 阳性 | b3.15 | 阳性 | b3.25 | 阳性 | b3.35 | 阳性 | b3.45 | 阳性 |
| b3.6 | 阳性 | b3.16 | 阳性 | b3.26 | 阳性 | b3.36 | 阳性 | b3.46 | 阳性 |
| b3.7 | 阳性 | b3.17 | 阳性 | b3.27 | 阳性 | b3.37 | 阳性 | b3.47 | 阳性 |
| b3.8 | 阳性 | b3.18 | 阳性 | b3.28 | 阳性 | b3.38 | 阳性 | b3.48 | 阳性 |
| b3.9 | 阳性 | b3.19 | 阳性 | b3.29 | 阳性 | b3.39 | 阳性 | b3.49 | 阳性 |
| b3.10 | 阳性 | b3.20 | 阳性 | b3.30 | 阳性 | b3.40 | 阳性 | b3.50 | 阳性 |

表43特异性、灵敏度、假阴性率、假阳性率试验结果

|  |
| --- |
| 性能指标评价表 |
| 参考方法测试样品的实际状态 | 干式化学分析仪检测结果 | 总数 |
| 阳性 | 阴性 |
| 阳性 | a=149 | b=1 | a+b=150 |
| 阴性 | c=0 | d=150 | c+d=150 |
| 总计 | a+c=149 | b+d=151 | a+b+c+d=300 |
| 特异性% | d/（c+d）=150/150=100% |
| 灵敏度% | a/（a+b）=149/150=99.3% |
| 假阳性率% | 1-特异性=0% |
| 假阴性率% | 1-灵敏度=0.7% |

## 3.5.3试剂盒批间差

在同一实验室，由同一操作员使用相同的仪器，采用同一配套试剂盒的3个不同批次，分别测定10mg/mL亚硝酸盐、10mg/mL甲醛和150mg/mL硼砂，各批次试剂盒分别重复测试3次以上，计算试剂盒批间差。试验结果见表41。

|  |
| --- |
| 亚硝酸盐 |
| 批次 | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 标准偏差 | RSD(%) |
| LJT20210619 | 9.887 | 9.756 | 9.69 | 10.137 | 0.328 | 3.238 |
| LJT20210712 | 10.146 | 10.223 | 10.55 |
| LJT20210826 | 10.558 | 10.469 | 10.364 |
| 甲醛 |
| 批次 | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 标准偏差 | RSD(%) |
| LJT20210615 | 9.448 | 9.362 | 9.398 | 9.706 | 0.241 | 2.48 |
| LJT20210709 | 9.885 | 9.991 | 9.876 |
| LJT20210813 | 9.785 | 9.713 | 9.894 |
| 硼砂 |
| 批次 | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 标准偏差 | RSD(%) |
| LJT20210528 | 147.559 | 148.321 | 148.226 | 149.261 | 2.069 | 1.386 |
| LJT20210614 | 147.652 | 148.824 | 146.986 |
| LJT20210805 | 151.874 | 151.763 | 152.148 |

**3.5.4配套试剂盒性能评价试验结论**

1. **定量项目**

试验结果：

亚硝酸盐项目线性范围0-100mg/kg；检出限为2.886mg/kg；定量限为9.621mg/kg；1倍定量限回收率为97.183%；2倍定量限回收率为102.97%；精密度为2.919%；与参考检测方法的比较在显著性水平为0.05且自由度为6时，待评价检测方法与参考检测方法结果差别无统计学意义。

甲醛项目线性范围0-60mg/kg；检出限为2.501mg/kg；定量限为8.336mg/kg；1倍定量限回收率为99.368%；2倍定量限回收率为101.692%；精密度为2.336%；与参考检测方法的比较在显著性水平为0.05且自由度为6时，待评价检测方法与参考检测方法结果差别无统计学意义。

硼砂项目线性范围0-500mg/kg；检出限为43.530mg/kg；定量限为145.099mg/kg；1倍定量限回收率为97.844%；2倍定量限回收率为98.215%；精密度为1.014%；与参考检测方法的比较在显著性水平为0.05且自由度为6时，待评价检测方法与参考检测方法结果差别无统计学意义。

1. **定性项目**

试验结果：

孔雀石绿项目中，在空白样品中加入检出限0.5μg/kg浓度标准溶液后，检测结果全部显示阳性；灵敏度100%；特异性97.40%；假阴性率0%；假阳性率2.60%。

克伦特罗项目中，在空白样品中加入检出限0.5μg/kg浓度标准溶液后，检测结果全部显示阳性；灵敏度100%；特异性98.68%；假阴性率0%；假阳性率1.32%。

黄曲霉毒素B1中，在空白样品中加入检出限5μg/kg浓度标准溶液后，检测结果全部显示阳性；灵敏度100%；特异性99.34%；假阴性率0%；假阳性率0.66%。

1. **试剂盒批间差**

相同条件下，同一配套试剂盒，不同批次间的精密度均小于10%。

通过验证，配套试剂盒性能评价均满足方法要求。

## 4采用国际标准和国外先进标准的程度

本标准未采用国际标准和国外标准。

# 5与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准中引用了《GB/T 191-2008》《GB/T 3181-2008》《GB 5009.33-2016》、《GB5009.49-2008》《GB 5009.275-2016》《GB/T 11606-2007》《GB/T 13384-2008》《GB/T 34065-2017》《YY/T 1582-2018》《YY/T 0655-2008》《SN/T 2775-2011》《JB/T 12019-2014》《JB/T 12020-2014》《GB/T37875-2019》相关规定，保持一致；与相关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

# 6重大分歧意见的处理经过和依据

无。

# 7国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议作为推荐性国家标准。

# 8贯彻国家标准的要求和措施建议

本标准一经发布，标准编制组首先将制定出《干式化学分析仪性能评价通则》标准实施建议方案；其次，在国标委及归口单位的协调下，组织标准的宣贯和集中培训，推进标准的顺利实施。

# 9废止现行有关标准的建议

无。

# 10其他应予说明的事项

无。