

DB4403

深 圳 市 地 方 标 准

DB4403/T XXXX—2025

食品快速检测结果验证用盲样制备技术规范

Technical specification for the preparation of blind samples for the
validation of food rapid determination results

(送审稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

深圳市市场监督管理局 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 基本要求 2

5 评价及赋值 3

6 标签及说明书 4

7 贮存及运输 4

8 原始记录 4

附录 A（资料性） 盲样均匀性检验应用实例 6

附录 B（资料性） 盲样稳定性检验应用实例 7

参考文献 8

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。

本文件由深圳市市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院、深圳市市场监督管理局盐田监管局。

本文件主要起草人：伍聪、江培淳、任小玲、邓琳娜、古丽君、申红桃、吴世玉、庄晓东、张世伟、郭淑萍、廖勇、罗埴禧。

食品快速检测结果验证用盲样制备技术规范

1 范围

本文件规定了食品快速检测结果验证所用盲样的要求、评价与赋值、标签与说明书、贮存与运输、原始记录等技术要求。

本文件适用于食品快速检测结果验证用盲样的制备。

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 27025 检测和校准实验室能力的通用要求
- CNAS—GL003 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南
- CNAS—GL017 标准物质/标准样品定值的一般原则和统计方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

盲样 blind sample

用于质量控制或考核检测能力等目的，在测试过程中使用的已知详细信息的，但是其详细信息对检测人员保密的样品。

[来源：GB/T 42233—2022，5.13]

3.2

基质 matrix

测试样品中除目标分析物之外的其他组分。

[来源：GB/T 32467—2015，9.28]

3.3

参比方法 reference method

具备清楚而严密的检测条件和程序，能够对物质一种或多种特征值进行测量的方法。

注：该方法已经证明具有与预期用途相称的准确度及其他性能。原则上参比方法通常为常规的国家标准方法或者行业标准方法。

[来源：GB/T 42233—2022，3.4，有修改]

3.4

加标样品 spiked sample

在已知基质（3.2）信息的样品中加入已知含量目标分析物后构成的样品。

[来源：GB/T 42233—2022，5.12]

3.5

实际阳性样品 actual positive sample

经参比方法（3.3）检测超过国家限量标准要求的真实或模拟阳性样品。

3.6

均匀性 uniformity

样品中各种目标分析物在整个样品体积或质量中的分布一致性。

3.7

稳定性 stability

样品在特定条件下，一种或多种目标分析物在一定时间内保持不变的特性。

4 基本要求

4.1 制备人员要求

盲样制备人员应遵守保密要求，熟悉盲样的技术要求，严格按照制备方案操作，确保盲样制备符合标准要求。

4.2 环境要求

盲样样品在制备过程中应控制好环境条件，以确保基质和目标分析物的物理和化学特性不发生改变。

4.3 基质要求

4.3.1 结合食品快速检测结果验证评价范围、标准方法规定的食品类别、阳性检出率较高或较低以及深圳市地域特色，选择典型品种作为基质。

4.3.2 若盲样目标分析物在国家市场监督管理总局快检方法中存在交叉反应干扰物，则应在制备样品之前，对基质进行干扰物控制，确保盲样验证结果不被干扰物影响。

4.3.3 对于同一基质盲样，阳性样品和阴性样品所采用的基质，其物理状态需保持相近。

4.4 浓度要求

4.4.1 禁用物质

当目标分析物为禁用物质时，其目标分析物含量应符合以下规定：

- a) 加标样品中目标分析物浓度水平应设定为参比方法定量限（无定量限以检出限为准）的 1 倍浓度水平；
- b) 必要时可采用实际阳性样品；
- c) 加标样品和实际阳性样品中目标分析物浓度水平的最大值不能超过参比方法定量限（无定量限以检出限为准）的 3 倍。

4.4.2 有限量要求的物质

当目标分析物为有限量要求的物质，其目标分析物含量应符合以下规定：

- a) 加标样品中目标分析物浓度水平应包含标准限量值的 0.5 倍、1 倍浓度水平；
- b) 必要时可采用实际阳性样品；
- c) 加标样品和实际阳性样品中目标分析物浓度水平的最大值不能超过标准限量的 3 倍。

4.5 加标方式

采用加标的方式制备盲样时，加标主要包括以下3种方式：

- a) 基质空白加标：选取基质空白样品，添加标准物质，混合后达到预期浓度水平。

- b) 阴性样品加标：选取阴性样品，添加标准物质，混合后达到预期浓度水平。
- c) 其他加标方式：选取已知浓度水平的样品，添加标准物质或基质相似的阴性样品或基质空白样品，混合后达到预期浓度水平。

4.6 混合要求

固体样品在粉碎或均质后可利用混合机、搅拌器等设备混匀；液体样品可通过搅拌等方式来混匀。

4.7 分装与编号

分装工作应在样品制备完成后尽快实施，并及时完成密封处理。分装时须采取严格措施，防止空气、设备接触表面及实验室容器可能引入的杂质污染。

4.7.1 样品质量

单个包装单元的样品质量应满足目标分析物检测的实际需求，确保结果验证过程中样品量充足。

4.7.2 容器选型

根据预期样品量选择适当大小的独立容器，容器类型的选择应综合考虑样品稳定性及计划保存期限。针对易降解或对环境敏感的特殊样品，可采用双层防护包装（如塑料外袋包裹样品瓶）或避光材质容器，且所有容器均应具备可靠的密封性能，以有效防止水分散失及外界污染。

4.7.3 编号规则及贮存条件

分装后的盲样需进行随机编号，应确保每个样品对应唯一标识。完成编号的盲样需按照样品特性要求，贮存于适宜的环境条件中，以维持样品稳定性。

4.8 测试要求

4.8.1 盲样包含多个目标分析物时，应对每一个目标分析物进行均匀性、稳定性及赋值测试。

4.8.2 均匀性、稳定性及赋值的检验方法应保持一致。优先采用常规实验室的参比方法，若无可适用的参比方法，应选择精密度和灵敏度满足检验要求的检测方法。

4.8.3 对测试中出现的异常值，在未查明原因之前，不应随意剔除。

5 评价及赋值

5.1 均匀性评价

5.1.1 均匀性检验

从样品总体中采用随机抽样方式抽取不少于10个样品用于均匀性检验。对抽取的每个样品，在重复条件下检测2次。若样品特性量可能存在局部差异，可在预设的差异部位按特定规律抽取相应数量样品作为检验对象，确保抽样覆盖潜在不均匀区域。

5.1.2 均匀性判定

均匀性判定可采用单因子方差分析法，按照CNAS—GL003，若 $F < F_{\alpha}(f_1, f_2)$ 及给定显著性水平 α （通常 $\alpha = 0.05$ ）的临界值 $F_{\alpha}(f_1, f_2)$ ，则表明样品内和样品间无显著性差异，盲样是均匀的。

注： f_1 为组间自由度， f_2 为组内自由度。在 F 分布表中查找相应的 $F_{\alpha}(f_1, f_2)$ 值。

5.2 赋值

盲样的赋值可以采取以下方式：

- a) 按 CNAS—GL017 有关规定进行测定赋值。
- b) 从盲样中抽取不少于 10 份样品，以参比方法进行检测，每个样品在重复条件下检测 2 次，取平均值为目标分析物浓度值。

5.3 稳定性评价

5.3.1 稳定性检验

设计稳定性检验方案时，应充分考虑运输、环境和时间对目标分析物稳定性的影响。稳定性评价时间范围应覆盖食品快速检测结果验证方案中的盲样使用阶段。为保证准确度，每一次稳定性检验的测量次数不少于6次。

5.3.2 稳定性判定

稳定性评价的统计方法可采用t检验法。t检验法通常用于比较平均值与赋值之间是否存在显著性差异。按照CNAS—GL003，若 $t < \text{显著性水平 } \alpha$ （通常 $\alpha = 0.05$ ）自由度为 $n-1$ 的临界值 $t_{\alpha(n-1)}$ ，则平均值与赋值之间无显著性差异。

5.4 有效期确定

在预期有效期内应有多个时间间隔的稳定性评估数据，同时记录稳定性评估期间的环境条件，如光照、湿度、温度等，如果结果表明盲样是稳定的，这个时间间隔可作为盲样在该贮存条件下的有效期。

6 标签及说明书

6.1 标签

盲样标签应包含盲样名称、基质、编号或批号、包装规格、贮存条件、有效期、制备单位等信息。

6.2 说明书

盲样说明书应包含盲样基本信息（标签所包含的所有内容）、目标分析物及赋值、制备日期、最小取样量、使用方法及注意事项、贮存及运输注意事项、预期用途、使用安全提醒等信息。

7 贮存及运输

盲样贮存和运输应选用合适材质的洁净容器密封包装，应根据盲样目标分析物特性选择合适的保存温度，同时需避光、防潮及远离热源，与稳定性检验的贮存条件保持一致。贮存过程中需定期监测保存环境条件（如温度、湿度），并形成记录。

8 原始记录

8.1 盲样制备原始记录的格式、发布、使用、存档等应符合 GB/T 27025 的相关要求，应包括但不限于以下要素：

- a) 样品基质信息；

- b) 标准物质信息;
 - c) 加标方式;
 - d) 样品数量;
 - e) 参比方法;
 - f) 测定赋值数据过程;
 - g) 均匀性和稳定性检验数据;
 - h) 实验日期;
 - i) 操作人员;
 - j) 实验环境条件等。
- 8.2 记录应清晰可辨，易于理解，不得使用模糊、难以辨认的字迹或符号进行记录。
- 8.3 观察结果、数据和计算应在产生的当时予以记录，并能按照特定任务分类识别，不应事后补记或转抄。
- 8.4 确保技术记录的修改可以追溯到前一个版本或原始观察结果，保存原始的以及修改后的数据和文档，包括修改的日期、标识修改的内容和负责修改的人员。
- 8.5 所有记录都需要进行安全保护和保密，防止未经授权的访问、篡改或泄露。

附 录 A

(资料性)

盲样均匀性检验应用实例

A.1 以苹果冻干粉中丙溴磷的均匀性检验为例说明单因子方差分析的应用。随机抽取 10 个样品，每个样品重复测试 2 次，测定结果见表 A.1。

表 A.1 苹果冻干粉中丙溴磷均匀性检验分析结果 (mg/kg)

样品编号	1	2
1	3.63	3.55
2	3.58	3.49
3	3.68	3.95
4	3.44	3.78
5	3.61	3.62
6	3.76	3.66
7	3.76	3.87
8	4.01	4.05
9	3.87	3.69
10	3.74	3.53
总平均值	3.71	

A.2 单因子方差分析结果见表 A.2。

表 A.2 方差分析结果

方差来源	自由度	平方和	均方	F
样品间	9	0.3978	0.0442	2.91
样品内	10	0.1516	0.0152	

A.3 F 临界值 $F_{0.05(9,10)}=3.02$ 。计算的 F 值为 2.91，该值 $<F$ 临界值，这表明在 0.05 显著性水平时，样品中的丙溴磷是均匀的。

附 录 B
(资料性)
盲样稳定性检验应用实例

B.1 以苹果冻干粉中丙溴磷的稳定性检验为例说明 t 检验分析的应用。在盲样制备完成后随机抽取 3 个样品，每个样品测试 2 次，在合适的环境条件下保存一段时间后，再随机抽取 3 个样品，每个样品重复测试 2 次，测定结果见表 B.1。

表 B.1 苹果冻干粉中丙溴磷稳定性检验分析结果 (mg/kg)

检验阶段	样品号	第一次测量	第二次测量
第一次稳定性检验	1	3.78	3.72
	2	3.73	3.84
	3	3.69	3.75
第二次稳定性检验	1	3.88	3.75
	2	3.78	3.71
	3	3.75	3.69

B.2 根据 CNAS—GL003 中的 t 检验法，在第一次稳定性检验中，计算得到 $t_1=1.937$ ；在第二次稳定性检验中，计算得到 $t_2=1.830$ 。查看 T 检验分位数表，可得 $t_{0.05(5)}=2.571$ 。 $t_1 < t_{0.05(5)}$ ， $t_2 < t_{0.05(5)}$ 。表明在 0.05 显著性水平下，第一次稳定性检验得到的平均值与赋值之间无显著性差异，第二次稳定性检验得到的平均值与赋值之间无显著性差异，两次稳定性检验测得苹果冻干粉中的丙溴磷是稳定的。

参 考 文 献

- [1] 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
 - [2] GB/T 42233—2022 快速检测 术语与定义
 - [3] 国家市场监督管理总局, 关于规范食品快速检测使用的意见: 国市监食检规〔2023〕1号, 2023年
-