ICS 71.040.10

N53

|  |
| --- |
|       |

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX —XXXX

|  |
| --- |
|       |

干式化学分析仪性能评价通则

General rules of performance evaluation for dry chemical analyzers

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
| 征求意见稿 |
|       |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施





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。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会（SAC/TC124）归口。

本文件起草单位：北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）、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、北京赛必达科技有限公司、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。

本文件主要起草人：

干式化学分析仪性能评价通则

1. 范围

本文件规定了干式化学分析仪(以下简称“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。

本文件适用于食品检测用干式化学分析仪性能评价。

本文件不适用于荧光免疫检测原理的干式分析仪。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中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 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 3181-2008 漆膜颜色标准

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

GB5009.49-2008 发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法

GB 5009.275-2016 食品安全国家标准食品中硼酸的测定

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384-2008机电产品包装通用技术条件

GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求

YY/T1582-2018 胶体金免疫层析分析仪

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

干式化学分析仪dry chemistryanalyzer

仪器通过测定试剂卡反应区条带的反射率对食品样本中待测物进行判读的的仪器，包括胶体金免疫层析分析仪和理化分析仪。

3.2

胶体金免疫层析分析仪colloidal gold immunochromatography reader

仪器通过测定胶体金试剂卡反应区带的发射率对样品结果进行判读的仪器。

3.3

理化分析仪physicochemical analyzer

仪器通过测量检测卡显色程度，实现对样品中被测成分定量检测，由主机和配套试剂盒组成。

3.4

试剂盒reagent kit

与仪器配套使用，由用于食品检测所必需的一整套试剂和检测卡组成并包装的检测体系。

3.5

检测卡test card

与仪器配套使用，采用免疫学、理化显色原理，通过反应区颜色变化,可定量或定性判断待检物含量的卡或纸条。

3.6

标准测试卡standard test card

采用GB/T 3181-2008的漆膜颜色标准卡GSB05-1426-2001。

3.7

灰度卡neutral gray card

在灰到黑区间内具有一定灰度值的卡片。

3.8

测试质控条 test quality control strip

应能区分反射率差值不大于0.01的一对质控条。

1. 要求
2. 正常工作条件

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. 功能要求

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. 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。
5. 安全要求
6. 防电击要求

接触电流、介电强度、保护接地应符合GB/T 34065-2017中6.2.1、6.2.3、6.3.3、6.4.3中适用条款的相关要求。

1. 其他要求

应符合GB/T 34065-2017适用条款的相关要求。

1. 技术性能
2. 线性

线性相关系数应不小于0.99。

1. 重复性

待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%。

1. 稳定性

可选用以下方法之一：

1. 测试标准测试卡或灰度卡：待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%。
2. 测试质控条：相对极差（R）应不大于5%。
3. 通道一致性（适用时）

可选用以下方法之一：

1. 测试标准测试卡或灰度卡：相对极差应小于10%。
2. 测试质控条：各通道测试结果相对极差（Rp）应不大于5%。
3. 配套试剂盒的性能评价要求

参见附录A中A.1。

1. 环境影响

工作状态下，进行低温15℃±2℃，高温35℃±2℃试验后，仪器应符合4.3、4.4 要求。

1. 数据接口

应提供一个或多个通用标准接口，并规定接口类型、功能及所传递的信息。

1. 外观

仪器的外观应满足如下要求：

1. 仪器的外观应光洁，表面涂、镀层无明显剥落、擦伤、露底及污垢；
2. 所有铭牌及标志耐久清晰，内容应符合相关法规、标准的要求；
3. 所有固件不得松动、各种调节件灵活，功能正常；
4. 零件表面不得锈蚀。
5. 运输和运输贮存

仪器在运输包装状态下，应按 GB/T 11606—2007 的2.4试验项目中的交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验、跌落试验和碰撞试验进行试验，其中，高温55℃、低温-40℃（或-20℃，仅用于带液晶显示器类的仪器）；交变湿热：相对湿度95%，温度40℃；跌落高度250 mm。试验后包装箱不应有较大的变形和损伤，受试速测仪不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤。全部试验完成后，将仪器置于正常工作条件下进行检验，应符合4.3、4.4的要求。

1. 评价方法
2. 评价条件
	* 1. 应符合4.1规定的正常工作条件。
		2. 试验用标准物质应采用国家有证标准物质或试剂盒配套的标准溶液。
		3. 标准测试卡应符合GB/T 3181-2008，漆膜颜色标准卡GSB05-1426-2001具体选取参数见图1。
		4. 质控条的制备及计量校准方法参见YY/T1582-2018 附录A。
		5. 试验用试剂盒、玻璃器皿、样品前处理装置和质控品应采用仪器随机配带的或制造商推荐的。

 图1漆膜颜色标准卡

注：灰度计算采用经验公式：*I*灰度=0.30\*R+0.59\*G+0.11\*B

1. 功能评价

开机应按仪器操作说明书进行验证。

1. 安全检验
2. 防电击

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。

1. 其他

应按GB/T 34065-2017中有关规定进行试验。

1. 性能评价
2. 线性
3. 线性（颜色传感器）

开机待仪器处于稳定工作状态后，选取5.1.3中五个编号的标准测试卡进行测试，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。按照线性回归法，根据标准测试卡的灰度标准值与对应测试得到的灰度平均值，按公式（1）计算其线性相关系数$r$及线性方程$y=ax+b$。

$r=\frac{\sum\_{}^{}xy-\frac{\sum\_{}^{}x\sum\_{}^{}y}{n}}{\sqrt{\left[\sum\_{}^{}x^{2}-\frac{\left(\sum\_{}^{}x\right)^{2}}{n}\right]\left[\sum\_{}^{}y^{2}-\frac{\left(\sum\_{}^{}y\right)^{2}}{n}\right]}}$------------------------（1）

式中：

$r$——相关系数；

$y$——测试平均值；

$x$——标准值；

$n$——测量次数；

$a$——线性的斜率；

$b$——线性的截距。

1. 线性（CCD（电荷耦合器件）、CMOS（互补金属氧化物半导体）、光电二极管）

开机待仪器处于稳定工作状态后，选取5.1.4中5条反射率均匀分布在[0.20，0.80]的质控条，每个质控条测试3次，计算质控条标称值与测定值的算术平均值的线性回归相关系数r。

1. 重复性

待仪器开机处于稳定工作状态后，选取5.1.3中任意三个编号的标准测试卡（或选取5.1.4中分别测试反射率范围为[0.20，0.80]中高中低反射率的三条质控条），分别将标准测试卡插入测试区中，每个编号标准测试卡重复测量11次，按公式（2）相对标准偏差，取最大者。

$RSD=\frac{\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}\left(c\_{i}-\overbar{c}\right)^{2}}{n-1}}}{\overbar{c}}×100\% $------------------------------（2）

式中：

*RSD*——相对标准偏差，%；

*ci*——单次测量值；

$\overbar{c}$——测量结果的算术平均值；

*n*——测量次数；

*i*——第*i*次的测定结果。

1. 稳定性
	* + 1. 测试标准测试卡或灰度卡

待仪器开机处于稳定工作状态后，选取5.1.3中一个编号的标准测试卡进行测试，标准测试卡插入测试区中，重复测试11次，计算测定结果的平均值。接着，5 min、30 min、60 min，及之后每隔1h对标准测试卡测试1次，连续测试12h，取最大值和最小值，按公式（3）计算相对偏倚。

*L*=(*c*max-*c*min)/$\overbar{c}$×100% ----------------（3）

式中：

*L*——相对偏倚；

*c*max——测量结果的最大值；

*c*min——测量结果的最小值；

$\overbar{c}$——首次测量的平均值。

* + - 1. 测试质控条

使用仪器测试反射率信号值在仪器测量范围内的质控条，每次测试时质控条需进/出舱，连续测试11次，两次测试之间的间隔时间不小于3 min，按公式（4）计算测量结果相对极差（R）。

----------------（4）

式中：

——11次测量结果中的最大值；

——11次测量结果中的最小值。

1. 通道一致性（适用性）

5.4.4.1 测试标准测试卡或灰度卡

待仪器开机处于稳定工作状态后，选取5.1.3中一个中间值的标准测试卡进行测试。依次将标准测试卡插入每个检测通道里，每个检测通道测量3次，记录数据。按照公式（5）计算相对极差。

$R=\frac{\overbar{x}\_{max}-\overbar{x}\_{min}}{\overbar{x}}×100\%$----------------（5）

式中：

$R$——相对极差；

$\overbar{x}\_{max}$——各通道测量结果算数平均值的最大值；

$\overbar{x}\_{min}$——各通道测量结果算数平均值的最小值；

$\overbar{x}$——总平均值。

5.4.4.2 测试质控条

测试反射率范围为[0.30，0.40]的质控条，每个通道测定同一质控条3次，按公式（6）计算各通道测量结果的相对极差（*Rp*）。

----------------（6）

式中：

 ——中的最大值；

 ——中的最小值。

1. 配套试剂盒的性能评价方法

参见附录A中A.2。

1. 环境因素影响

高低温试验应按GB/T 11606-2007中第4章和第5章进行。

1. 数据接口

应按GB/T 12519-2021中5.5的有关规定执行。

1. 外观检查

应采用目视和手动检查检验。

1. 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。

1. 标志、包装、运输和贮存
2. 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。

1. 包装
2. 仪器包装应执行GB/T 13384-2008。
3. 包装箱的标志应清晰、牢固，内容如下：
4. 制造厂名称、地址；
5. 仪器名称、型号规格；
6. 仪器外形：长×宽×高，单位为毫米（mm）；毛重和净重，单位为千克（kg）；
7. 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期；
8. 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。
9. 随机文件
10. 装箱单；
11. 产品合格证；
12. 使用说明书；
13. 备件清单等。
14. 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。

1. 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。

1. （规范性）
配套试剂盒的性能评价
	1. 配套试剂盒的性能评价要求
		1. 定量项目

仪器定量项目要求见表A.1。

表 A.1定量项目检测指标

| 检测项目/基质 | 指标 |
| --- | --- |
| 检出限 | 定量限 | 添加浓度回收率 | 精密度 | 与参考检测方法的比较 |
| 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 |
| 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 |
| 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 |

* + 1. 定性项目

仪器定性项目要求见表A.2。

表A.2定性项目检测指标

| 检测项目/基质 | 项目和指标 |
| --- | --- |
| 检出限 | 灵敏度 | 特异性 | 假阴性率 | 假阳性率 |
| 孔雀石绿/草鱼 | 0.5μg/kg | ≥99% | ≥85% | ≤1% | ≤15% |
| 克伦特罗/猪肉 | 0.5μg/kg | ≥95% | ≥85% | ≤5% | ≤15% |
| 黄曲霉毒素B1/玉米粉 | 5μg/kg | ≥99% | ≥90% | ≤1% | ≤10% |

* + 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应小于10%。

A.2 评价方法

1. 定量项目
2. 线性范围

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，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。

1. 检出限

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。

1. 定量限

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。定量限应等于或大于校准工作曲线上最低浓度点，并包括在线性范围内。

1. 回收率
2. 定量限回收率

向空白样品中添加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。按照公式（A.1）计算定量限回收率。

$K=\frac{c\_{1}-c\_{2}}{c\_{3}}×100\%$----------------（A.1）

式中：

$K$——定量限回收率，%；

$c\_{1}$——添加标准溶液后的测定平均值；

$c\_{2}$——空白样品测定值；

$c\_{3}$——添加浓度。

1. 2倍定量限回收率

向空白样品中添加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，以平均值作为检测值。按照公式（A.1）计算2倍定量限回收率。

1. 精密度

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。按照公式（2）计算相对标准偏差。

1. 与参考检测方法的比较

使用仪器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，按照公式（A.2）计算以证明两种方法之间的偏倚。

$t=\frac{\overbar{d}}{S\_{\overbar{d}}}$----------------（A.2）

式中：

*‾*$\overbar{d}$——两个检测方法结果差数的平均值；

$S\_{\overbar{d}}$——两个检测方法结果差数的平均标准偏差；

$t$＜$t\_{0.05/6}$表示在显著性水平为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；

$t$≥$t\_{0.05/6}$表示显著性水平为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有统计学意义。

1. 定性项目
2. 基本要求

选取至少3个不同批次的仪器，分别对不少于50份空白样品、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。参考方法与仪器检测结果的表示如表1所示。如存在或易获得，应进行阳性样品复核测试。

表 A.3参考方法与仪器检测结果表示

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测试样品实际状态1 | 仪器检测结果2 | 总数 |
| 阳性 | 阴性 |
| 阳性 | a | b | a+b |
| 阴性 | c | d | c+d |
| 总计 | a+c | b+d | a+b+c+d |
| 1参考方法的检测结果2仪器方法的检测结果 |

1. 特异性

特异性=d/(c+d)。

1. 灵敏度

灵敏度=a/(a+b)。

1. 检出限

在空白样品中加入检出限浓度标准物质溶液，检测后显示阳性。

1. 假阴性率/假阳性率

假阴性率与灵敏度相对应，即假阴性率=1-灵敏度=b/(a+b)；

假阳性率与特异性相对应，即假阳性率=1-特异性=c/(c+d)。

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，按照公式（A.3）计算试剂盒批间差。

$RSD\_{b}=\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{b}\left(c\_{i}-\overbar{c}\right)^{2}}{b-1}}×\frac{1}{\overbar{c}}×100\%$----------------（A.3）

式中：

$RSD\_{b}$——批间差检测结果的相对标准偏差，%；

$b$——测量次数；

$c\_{i}$——第i个批次测量结果的平均值；

$\overbar{c}$——测量结果的总平均值。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_