

# A Tentative Exploration on Veterinary-Drug-Residue Proficiency Testing and Interlaboratory Comparisons

Yun Li, Qing Su, Miao Xiao, Hongmei Gao

Shijiazhuang Municipal Bureau of Animal Husbandry and Aquaculture, Shijiazhuang Hebei  
Email: 602195403@qq.com

Received: Feb. 1<sup>st</sup>, 2017; accepted: Feb. 18<sup>th</sup>, 2017; published: Feb. 22<sup>nd</sup>, 2017

---

## Abstract

To effectively carry out veterinary-drug-residue proficiency testing and interlaboratory comparisons, this paper elaborated on how to implement quality control from six aspects: lab analyst, instrument, material, method, environment and test, which was based on carding all affected factors of test data accuracy.

## Keywords

Proficiency Testing, Interlaboratory Comparisons, Veterinary Drug Residue, Quality Control

---

## 兽药残留检验室能力验证与实验室比对初探

李 云, 苏 青, 肖 妙, 高红梅

石家庄市畜牧水产局, 河北 石家庄  
Email: 602195403@qq.com

收稿日期: 2017年2月1日; 录用日期: 2017年2月18日; 发布日期: 2017年2月22日

---

## 摘 要

为了有效开展兽药残留能力验证和实验室比对,对影响检测数据准确性的各个环节进行了梳理,从“人、机、料、法、环、测”六个方面,阐述了如何进行质量控制以取得能力比对的满意结果。

## 关键词

能力验证, 实验室比对, 兽药残留, 质量控制

---

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

兽药残留是指用药后蓄积或存留于畜禽机体或产品(如鸡蛋、奶品、肉品等)中原型药物或其代谢产物,包括与兽药有关的杂质的残留。根据《农产品质量安全法》第二十一条规定,国务院农业行政主管部门和省、自治区、直辖市人民政府农业行政主管部门应当定期对可能危及农产品质量安全的农药、兽药、饲料和饲料添加剂、肥料等农业投入品进行监督抽查,并公布抽查结果。畜产品质量安全检测的机构有责任和义务对兽药残留等进行监督抽查检测。根据《农产品质量安全法》规定,从事农产品质量安全检测的机构应依法计量认证合格和农产品质量安全检测机构考核合格。而《检验检测机构资质认定评审准则》4.5.19规定,检验检测机构应建立和保持质量控制程序,定期参加能力验证或机构之间比对。《农产品质量安全检测机构考核评审细则》28条规定,为确保检测结果质量,可采用参加能力验证、进行实验室间比对等方法。检测机构能力比对作为证明检测机构检测能力的一种有效手段,是对检测机构技术能力和管理状况的客观的考核办法。检测机构参加能力比对活动的结果,直接体现了检测机构质量体系运行是否良好,质量控制是否到位,检测人员的技术能力是否达标。是对检测机构资质认定工作和农产品质量安全检测机构考核工作有效性的后续监督的重要措施[1]。近年来,越来越受到监督管理部门的重视。同时,检验检测机构为了促进自身的发展,也越来越多地主动寻求能力验证和能力比对的机会。

## 2. 基本概念

能力验证(proficiency testing),是指利用实验室间比对,按照预先制定的准则评价参加者的能力。是为了确定某个实验室进行某项特定检测的能力以及监控其持续能力而进行的一种实验室间比对。能力验证提供者(PTP)需通过中国合格评定认可委员会(CNAS)评审获得资质。实验室间比对(interlaboratory comparisons),是指按照预先规定的条件,由两个或多个实验室对相同或类似的物品进行测量或检测的组织、实施和评价[2]。能力验证和实验室间对比都是能力比对的表现形式,具体做法是通过发送统一制作的测试样品给各个检测机构(在规定的时间内)完成实际检测,再将检测机构的检测结果进行统计分析,通过各个检测机构结果的一致性来判定检测机构对于特定项目的检测能力。

## 3. 能力比对中的质量控制

检测机构顺利通过能力比对,需要做好充分的准备工作。制定实施方案,做好时间安排,责任到人,并制定应急预案,从“人、机、料、法、环”五个方面做好资源保障,明确质量控制的关键点,做好前期质量控制,在“测”的过程中做好过程中质量控制,检测后做好分析研判。

### 3.1. 人

即指执行能力比对过程涉及的人员,主要指参加比对的操作人员。检测人员是能力比对工作的主体,是决定能力比对满意与否的关键所在。参加能力比对的人员要从具备兽药残留检测专业的知识,具备良好职业道德水平,有较强分析问题和解决问题的人员中筛选。根据能力验证的内容,提前组织开展技术练兵和内部能力验证,从高量到低量添加检测组分测定回收水平,同时结合变异系数结果,综合分析评

价测定结果，选择 2 名技术水平和操作稳定性高的人员担任。同时质量监督员要进行全程监督，对不符合规范行为及时制止，并提出纠正措施。

### 3.2. 机

即指能力验证过程中涉及到的仪器设备。仪器设备是开展能力验证工作的基础，必须满足检测标准的要求。为了减少系统误差，检测仪器在做好检定或校准的基础上，确认仪器设备的技术性能、测量灵敏度及稳定性满足能力比对的要求，且检测人员能够正确使用，根据实际情况，对检测仪器、天平、移液器、pH 计等计量器具按期间核查规程进行再核查，对柱分离效果、灯能量进行确认，确保能力验证过程中所有仪器设备保持最佳工作状态。

### 3.3. 料

即指能力验证涉及的实验材料，包括样品和检测过程中的标准物质、化学试剂及消耗性材料等。检测人员要对所有实验材料的状态做到心中有数。样品即样品本身，兽药残留样品的流转和存放对环境条件要求严格，易受温度、微生物等外界条件的影响，特别对于自取样品，务必按要求或冷冻或冷藏，避免变质、丢失或损坏，确保其完整性和安全性，以第一时间传递到检测室；标准物质纯度不够会造成实验标准曲线的基线噪音偏大，实验结果比真实值低；试剂及实验用水不纯会造成杂峰的干扰，使数据准确度下降，均要严格根据检测方法的要求，做好前期验收，比对时使用同一验收批次；对所有消耗性材料如固相萃取小柱、滤膜要进行有效性核查，离心管是否漏液等均要验收合格并使用同一批次，实验涉及的器皿严格按照方法要求提前进行浸泡、洗涤，确保使用质量和数量。根据能力比对项目，按照标准方法进行多次空白试验，核查所有试验材料是否存在影响检测的因素。

### 3.4. 法

即指能力验证采用的检测方法，正确选择检测方法是获得能力比对结果满意的重要因素。如果能力比对组织者文件中规定了检验方法，则必须严格按照该检验方法开展样品检测；若未指定，一般采用本机构日常使用的方法，若涉及未开展的项目，则应根据考核目的和自身情况灵活决定，一般首选国标和行标。检测机构要对首次采用的检测方法进行技术能力验证。一是根据比对通知，筛选空白样品基质，理想的空白样品既要与待检测样品是相同，又不能含待检测的目标分析物，空白样品的成分不能影响检测，当空白样品有干扰时，计算回收率时应扣除空白样品的本底值。二是验证方法的正确性，一般的做法是重复分析有证标准物质 6 次或更多次数，测定结果应在该有证标准物质证书允许值的范围，或对经回收率校正的测定结果与有证标准未知示值之间的偏差范围符合正确度的要求；或是测定代表性空白基质中加入已知量分析物的回收率来测定检测方法的正确度。回收率通过空白样品标准添加试验确定，选定三个添加标准浓度水平，对每个浓度水平进行多次( $\geq 6$ )的并行独立试验并计算回收率。回收率应满足正确度的要求。添加分析物浓度水平要满足相关标准及技术规范的规定。三是验证方法的精密度(再现性)，精密度评价试验一般是按“三水平六重复”原则进行，三水平可按正确度的三个添加浓度水平执行，六重复指每个添加水平平行重复六份样品(或更多)。室内再现性也可通过不同的分析者采用相同的检测方法平行检测相同的样品来评价。室间再现可通过组织多个实验室的方法协同试验、数量较少的实验室比对试验来获得评价。重复性和再现性均要满足相关标准及技术规范规定。四是方法检出限的验证，对于可显示基线噪音的仪器检测方法，代表性空白样品基质的色谱图(或离子流图)中目标分析物出峰位置的基线噪音的三倍所对应的浓度为检出限。对于非仪器分析的目视法，检出限是用已知浓度的目标分析物试验嫩被测可靠地检测出来的最低浓度或量。五是定量限

的测定,定量限是指采用添加法经检测方法规定的全过程能可靠地定量测出样品中目标分析物的最低浓度,或采用可观察到基线的仪器检测法,一般取信噪比大于或等于 10 倍对应的浓度或量作为定量限。六是线性范围的测定,通过制作目标分析物的校正曲线来检查方法的线性范围。校准曲线应充分涵盖检测所需要的浓度区域,且建立校正曲线选定高低两端浓度点时充分考虑方法回收率的影响。校正曲线用于定量,那么校正曲线至少包括 5 个浓度水平(不包括零点),校正曲线的浓度范围应充分涵盖检测所需的浓度区域。在采用单点校正时,样品中分析物含量的不同,样品的响应应尽可能靠近单点校正的标准响应值。

总之,检测人员在能力比对考核之前必须把方法,摸准吃透,熟谙于心,操作规范熟练,出具数据准确可靠。

### 3.5. 环

即指检测机构设施和环境条件,环境控制是能力比对工作取得满意结果的关键条件之一。要确保环境条件(包括温度、湿度、供电等)满足达到样品前处理、标准品试剂保存、仪器使用等实验要求。样品在传递到达检测机构过程中保存条件要确保样品状态不变;到达检测机构后样品保存的条件合理;检测过程中温度、湿度等的控制,同时需要提前安排好检测过程,缩短测试时间,实验过程拖得太久对某些项目结果影响是难以预料的;某些标准物质或试剂,对贮存环境是有特定要求的,如暗室保存;某些仪器设备的使用有环境条件的要求,如电子天平使用温度约 20℃。

### 3.6. 测

即指测量的全过程,侧重于过程中的质量控制。如样品称量是否准确,样品的前处理样品的溶解、转移完全,平行及质控样品的测定是否符合要求,计算过程、修约、单位是否准确等。

兽药残留检测是痕量分析,因此要尽量降低任何原因引起的误差,如:天平称量要准确,必须保证天平在有效检定周期内并且检定合格,称量过程中尽量减少对天平的震动,以免引起较大误差;核查标准物质证书,按纯品进行准确换算;通过与以前的相同浓度标准溶液图谱进行比较、阳性样品留样复测、其他实验室比对等方式确定标准溶液浓度;了解被考核参数方法检出限和国家限量规定,预判添加浓度范围,调整标准曲线跨度范围,结合样品稀释,使得样品浓度在标准曲线的中间位置,以准确定量;因为能力验证样品浓度未知,因此尽量多带不同浓度的标准物质,选取最接近的浓度进行定量;通过空白试验、标准物质、平行测定消除检测系统误差;通过日常质控图、不同检测方法进行测定分析研判检测结果的准确性,等等。通过对检测过程的规范性、质控措施的有效性、结果的合理性和结果报告的符合性进行综合分析、研判,最终获得满意的结果。能力验证和能力比对结果出现不满意时,则要启动不符合控制程序,从影响质量结果的各个影响因素查找失败的原因,采取纠正措施,进行追踪验证。

## 4. 结语

(1) 应对能力比对,要把功夫下在日常工作中,通过实验室内部质量控制减少偶然误差,通过外部质量控制,积极与同行交流,及时发现系统误差,有效地控制关键环节。

(2) 能力比对对检测机构而言,既是一种有效外部质量保证活动,也是内部质量控制技术的重要补充,是检测机构日常控制活动的需求和发现系统误差的手段之一,可帮助检测机构识别存在的问题并启动改进措施;可以增强检测机构客户的信心;建立检测方法的有效性和可比性;验证新的检测仪器设备的准确性;识别检测机构的差异;有利于检测机构整体水平的提高。

(3) 能力比对对管理部门而言,是对各检测机构进行评价、判断和监督管理的有效手段,日益受到重视和认可,也得到了检测机构的重视。

### 参考文献 (References)

- [1] 屈媛媛, 李文, 张蔓. 实验室能力验证基础知识辨析及应用[J]. 医疗装备, 2013, 26(4): 3-5.
- [2] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-RL02:2010 能力验证规则[S]. 2010.

#### 期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [hjfn@s@hanspub.org](mailto:hjfn@s@hanspub.org)