

附件 1

ICS 65.020.01

CCS B 04

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX-202X

农药登记毒理学试验机构实验室 能力比对程序

Procedure of Comparison Testing for the
Pesticide Registration Toxicology Laboratory

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

(注：征求意见时必须保留这句话。)

XXXX -XX-XX 发布

XXXX -XX-XX 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本标准主要起草单位：农业农村部农药检定所

本标准主要起草人：*****

农药登记毒理学试验机构实验室能力比对程序

1 范围

本文件确立了农药登记毒理学试验机构实验室能力比对的基本原程序和要求。
本文件适用于农药登记毒理学试验机构实验室能力比对与验证。

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 15670 农药登记毒理学试验方法

GB/T 27043 合格评定 能力验证的通用要求

GB/T 28043 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法

3 术语和定义

3.1

实验室间比对 interlaboratory comparison

按照预先规定的条件，由两个或多个实验室对相同或相似的物品进行测量或检测的组织、实施和评价。

[GB/T 27043，定义3.4]

3.2

能力验证 proficiency testing

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。

[GB/T 27043，定义3.7]

3.3

能力比对提供者 comparison testing provider

对能力比对计划建立和运作中所有任务承担责任的组织。

3.4

能力比对计划 comparison testing scheme

在检测、测量或检查的某个特定领域，设计和运作一轮或多轮次能力比对。

3.5

离群值 outlier

一组数据中被认为与该组其他数据不一致的观测值。

注：离群值可能来源于不同的总体，或由于不正确的记录或其他粗大误差的结果。

[GB/T 27043，定义3.5]

3.6

稳健统计方法 robust statistical method

对给定概率模型假定条件的微小偏离不敏感的统计方法。

[GB/T 27043，定义3.12]

4 目的

评定各农药登记毒理学试验机构的检测技术能力，保证毒理学试验检测数据的准确性和实验室之间数据的一致性，提高承担农药登记毒理学试验的机构的检测人员业务素质和实验室管理水平，为农药登记工作提供准确可靠的实验数据。

5 基本程序

5.1 组织和实施

5.1.1 能力比对计划一般包括策划和设计（包括统计设计）、样品的制备或选择及必要的控制或检查、样品的发放、参加者对样品的检测和报告、对参加者能力的评价、最终报告的编制和分发等基本过程。

5.1.2 能力比对提供者制定和审定比对方案，指导并监督比对试验工作，汇总并处理各实验室实验结果，编写比对试验总结报告，处理参加实验室的申诉意见。

5.1.3 实验室能力比对考核工作的组织和实施工作，参照《GB/T 27043-2012/ISO/IEC 17043:2010 合格评定 能力验证的通用要求》进行运作。

5.1.4 能力比对参加单位指定一名联络员，负责本实验室与能力比对提供者的联络和沟通。

5.2 能力比对计划提供者的责任

能力比对计划提供者具有以下责任：

- a) 向潜在的参加者发出邀请；
- b) 提供详细作的文件化的作业指导书；
- c) 提供适当的样品；
- d) 指定样品的承运人及运输方式；
- e) 为每个参加者赋予保密性的编号；
- f) 消除或缩减盲样在运输、通关过程中的障碍；
- g) 对能力比对全过程进行控制；
- h) 收集参加者的测量结果并出具中期报告和最终报告；
- i) 对参加者的改进提供必要的帮助；
- j) 应保证提供的样品符合能力验证活动的要求，并保证对参加者能力评价的公正性和及时性。

5.3 能力比对计划参加者的责任

能力比对计划参加者具有以下责任：

- a) 提供真实的身份信息；

- b) 反馈样品的到达和状态信息;
- c) 对样品进行测量,并在规定的时间内如实报告测量结果;
- d) 如果测量结果为不满意结果,应采取有效的纠正措施。

5.4 能力比对项目和标准

5.4.1 选择能力比对的项目应需求和实际情况,一般选择的项目应有较宽的覆盖面,应有一定数量的实验室能够从事此项试验,同时该试验项目在实验室的日常工作检测的频次较高。

5.4.2 毒理学试验能力比对项目包括试验项目比对和单项试验技能比对。

5.4.3 试验项目比对通常为急性毒性试验、致突变试验等,一般不选择长期重复染毒毒性试验作为能力比对项目。用于比对实验室间对整体试验项目的剂量设计、试验实施与操作、统计分析、结果与结论、质量保证体系等。

5.4.4 单项试验技能比对通常包括微核试验及染色体畸变试验阅片,毒性病理诊断,血生化、血常规、尿生化等仪器分析,样品浓度分析等。用于比对实验室间某一项或几项具体的试验技能。

5.4.5 一般应指定或推荐能力比对项目所用的试验方法、检测方法、试验条件等,例如急性经口毒性试验能力比对指定采用霍恩氏法进行试验、实验动物指定为SD大鼠。如参加者使用指定或推荐以外的检测方法,应要求参加者提供所用方法的细节及其他所需相关信息,以利于比较和评价由不同试验或检测方法得到的结果,避免参加者由于使用不同的试验或检测方法而影响能力比对结果的评价。

5.4.6 能力比对试验检测标准为《GB/T15670-2017 农药登记毒理学试验方法》。

5.5 能力比对样品

5.5.1 能力比对提供者负责组织能力比对考核样品制备,并向参加单位发放考核样品。样品应为盲样。

5.5.2 通过必要的控制或检查保证或证实样品的均匀性和稳定性满足能力比对或测量审核的要求,对样品的检查一般包括均匀性和稳定性的检查。

5.5.3 样品应以适当的方式包装、标识、运输方式及时发放给参加者,应确保测量对象在指定的运输条件下不发生对参加者能力确认产生显著不利影响的变化。

5.5.4 参加单位接收样品后,应在规定时间内将样品考核报告提交给能力比对提供者。参加比对的实验室应高度重视,严格自律,独立开展试验,避免虚假行为。

5.5.5 试验项目比对的试验盲样一般为农药原药,样品由能力比对提供者组织制备、统一发放,并提供盲样基本信息:包括外观与性状、pH值、熔点、相对密度、沸点、溶解性等。参加者在收到样品后,应对样品是否完好进行确认,如发现包装破损或有泄漏污染等无法测试的情况,应及时与能力比对提供者联系。

5.5.6 微核试验及染色体畸变试验阅片和毒性病理诊断技能比能力比对工作的试验盲样为盲样标本的电子数据,盲样由能力比对提供者组织制备并统一发放。每个参加者发放试验盲样品标片A与标片B。参加者在收到样品后,应对盲样标本的电子数据,是否完好可读性进行确认,如发现电子数据损坏等无法打开阅读的情况,请及时与能力比对提供者联系。

5.5.7 生物学样品,如实验动物血清、尿液等应确保样品的生物安全和样品,避免在能力比对样品制备、保存、运输及检测等过程中对环境造成影响。

5.6 能力比对试验技术要求

5.6.1 能力比对计划参加者应在规定时限内向能力比对提供者提交试验报告或测试结果。于急性毒性试验能力比对项目,应在收到样品后两个月内提交报告;致突变性能力比对项目,应在收到样品后三个月内提交报告;微核试验及染色体畸变试验阅片和毒性病理诊断技,血

生化、血常规、尿生化等仪器分析，样品浓度分析等能力项目，应在收到样品后五个工作日内提交报告。

5.6.2 急性毒性试验能力比对项目试验报告需提供半数致死剂量（LD₅₀）或半数致死浓度（LC₅₀）及95%可信区间，并判定毒性级别，LD₅₀或LC₅₀结果保留1位小数。微核试验阅片结果需提供微核率，采用微千分率（‰），结果保留1位小数，同时需提供嗜多染红细胞与红细胞总数比值（PCE/（PCE+NCE）），结果保留3位小数。毒性病理报告需包含每张数字切片的中所脏器/组织，及其病理描述与诊断。

5.7 数据分析与结果的评价

5.7.1 能力比对提供者应按照GB/T 27043中的规定并结合每次能力比对计划的特点应运用适当的方法记录和分析参加者提交的结果。应建立和执行程序以检查数据输入、转换、统计分析和报告的有效性。

5.7.2 数据分析应给出与能力比对计划设计相符的总计统计量、能力统计量以及有关信息。

5.7.3 应使用稳健统计方法或检出统计离群值的适当方法，使离群值对总计统计量的影响降至最低。

5.7.4 能力比对提供者应有文件化的准则和程序，以处理不适合统计评价的检测结果。

5.7.5 检测结果的评价应有文件化的判定标准，判定标准应针对不同的能力比对项目 and 实际工作情况确定（附录 A）。其中毒性病理诊断能力比对应指定病理学同行评议专家对诊断结果与指定值进行比较。

5.7.6 能力比对计划中的每一个项目都应给出检测结果的评价结论，必要时也可利用偏离度。

5.7.7 结果的统计和评价应经过技术专家复核确认。

5.8 能力评价

5.8.1 应采用合理的评分策略和统计技术评价参加者的能力。

5.8.2 能力评价的方法和结论一般应经过有关专家的评审和支持，给出的能力评价结论应具有科学性和公正性。能力评价内容一般包括（不限于）以下内容：

- a) 将全部能力与预先的期望相对照，同时考虑测量不确定度；
- b) 实验室内及实验室间的变异，以及与先前的相似计划或公布的精确数据进行比对；
- c) 如可行，方法或程序间的差异；
- d) 实验室的检测结果和检测过程与作业指导书要求存在的差异；
- e) 可能的误差来源（指极端结果）和提高能力的建议；
- f) 其他的建议、意见或总体评述；
- g) 结论。

5.8.3 需要时，能力比对提供者应为检测结果不满意的参加者在提高试验能力方面提供帮助，并为其提供整改支持。

6.9 结果报告

6.9.1 能力比对活动中应向参加者及时提供结果报告，必要时或参加者有要求时，还应向参加者提供中期报告和结果通知单。

6.9.2 能力比对结果报告通常应包括（但不限于）下列信息：

- a) 能力比对计划提供者的名称和地址；
- b) 设计和执行计划的人员姓名及联系方式；
- c) 报告公布的日期；

- d) 报告的标识;
 - e) 参加实验室的代码和测试结果;
 - f) 统计结果, 包括指定值、可接受的结果范围;
 - g) 所用样品的描述, 适当时包括样品制备和均匀性、稳定性检验的情况;
 - h) 不同参加实验室使用的检测方法;
 - i) 技术专家对参加实验室的能力评价;
 - j) 对统计结果的分析说明及建议。
-

附录A
(规范性)
不同的能力比对项目检测结果评价标准

1. 急性经口毒性试验能力比对评分见表 A. 1，评分 90 分以上为满意，评分 80 以上为合格。

表 A. 1 急性经口毒性试验能力评分表

评分项目	分值
毒性级别判定	50
LD ₅₀ 偏差	20
溶剂选择适宜	20
报告内容与质量管理	10
总计	100 分

2. 定量结果的统计评价

对定量结果进行统计学处理，采用稳健统计技术计算实验室内 Z 比分数 (ZW) 和实验室间 Z 比分数 (ZB)，评价结果满意度，分析误差来源。

根据检测结果计算 ZW 和 ZB。首先完成结果对的标准化差 (以 D 表示,) 和标准化和 (以 S 表示) 的计算。通过计算每个实验室的 D 和 S，可以得出所有 D 和 S 的中位值和标准四分位间距 (IQR)，然后计算实验室内 Z 比分数 (ZW) 和实验室间 Z 比分数 (ZB)。

$$ZW = \frac{D - \text{中位值}(D)}{\text{标准 IQR}(D)} \quad ZB = \frac{S - \text{中位值}(S)}{\text{标准 IQR}(S)}$$

$|Z| \leq 2$ (包括 ZW 和 ZB) 为满意结果， $2 < |Z| < 3$ 为可疑结果， $|Z| \geq 3$ 为离群结果。一个正的实验室间离群值 (即 $ZB \geq 3$) 表明该样品对的二个结果均偏高，而一个负的实验室间离群值 (即 $ZB \leq -3$) 表明其结果均偏低。若出现实验室内离群值 (即 $|ZW| \geq 3$)，则表明两个结果间的差值过大。

ZB 为离群或可疑结果时，说明试验中可能存在较大的系统误差 (即实验室间变异)；ZW 为离群或可疑结果时，说明试验中可能存在较大的随机误差 (即实验室内变异)。