

(以下附錄節錄自中華人民共和國國家食品藥品監督管理總局的網站，全文可參閱
<http://www.sda.gov.cn/WS01/CL0087/218823.html>)

附錄

总局关于发布食品补充检验方法研制指南的通告
(2017年第203号)

为进一步强化检验检测技术对食品安全监管的支撑作用，统筹食品补充检验方法研制工作，加大食品补充检验方法研制力度，根据监管工作需要，现发布《食品补充检验方法研制指南》。

特此通告。

附件：食品补充检验方法研制指南

食品药品监管总局
2017年12月11日

附件

食品补充检验方法研制指南

为进一步强化检验检测技术对食品安全监管的支撑作用，统筹食品补充检验方法研制工作，加大食品补充检验方法研制力度，制定本指南。

一、研制范畴

食品补充检验方法是指根据食品安全监管需要，对于按照现有食品安全标准规定的检验项目和检验方法以及依照食品安全法第一百一十一条规定制定的临时检验方法无法检验的，国家食品药品监督管理总局组织制定的食品检验技术规范和要求。涉及特别管制药品的检验方法以及现有检验检测技术无法实现的检验项目不属于补充检验方法范畴。

二、工作目标

构建准确可靠、技术先进、快速响应的食品检验方法体系，支持打击农兽药滥用、食品生产经营领域掺假掺杂、非法添加非食用物质等违法违规行为，保障消费者食用安全和权益，促进食品行业健康有序发展，为食品抽样检验、案件调查处理和食品安全事故处置等监管工作提供方法学支撑。

三、重点研制方向

（一）按照检验目标物质划分

- 1.农兽药残留：食品安全国家标准未涵盖的，由于滥用或违法使用而引入食品和食用农产品中的农兽药及其添加物或分解代谢产物。
- 2.非食品用化学物质：非食品原料或在食品中添加食品添加剂以外的化学物质；保健食品及其声称有保健功能的食品中添加的违禁药物以及其他危害人体健康的化学成分。
- 3.掺假掺杂物质：畜禽肉、酒类、蜂蜜、阿胶、饮料等食品原料或食品中掺入的替代物质。
- 4.营养成分、功效成分：食品安全国家标准未涵盖的，食品和特殊食品中的营养、功效及标志性成分。
- 5.天然毒性代谢物：蘑菇、蜂蜜、水产品等食品原料可能含有的天然毒素及其代谢物、微生物毒素及其代谢产物。
- 6.其他风险物质：食品安全标准以及食品安全法第一百一十一条规定制定的检验项目和检验方法均未涵盖的，日常监管和案件查办中发现的可能存在健康风险的物质。

（二）按照检验技术划分

- 1.特异型检测方法：针对食品中一种或多种物质的高选择性筛查或确证检测方法；
- 2.通量型检测方法：针对食品中一类或多类物质的筛查或确证性检测方法；
- 3.非定向筛查方法：针对问题样品中的风险物质进行的高通量筛查方法；
- 4.通则性检测指南：针对食品中引入的风险物质筛查或确证检测方法，其样品前处理或检测方式可以以相同或相似步骤进行，方法包含指南涉及的物质动态列表和增补规则。

四、项目申报

食品检验机构、食品生产经营者、科研院所、食品行业协会学会、消费者组织等单位在食品检验中发现可能有食品安全问题，符合食品补充检验方法研制范畴和内容的，可以向所在地省级食品药品监管部门提出立项建议。特殊情况下，可以直接向食品药品监督管理总局提出立

项建议。

立项建议需提供如下内容：

（一）相关检测项目对食品安全监管以及规范食品生产经营行为的重要性、目的和立项依据，重点说明拟解决的关键问题与食品安全监管的关系和意义；提供与现行食品安全标准的关系和明确的研究边界。

（二）国内外研究的基础和前期工作基础，特别是在食品安全监管实际中的研究性或监测性应用内容（如有）。

（三）相关项目的安全性评估数据及结论，并提供相关项目已有的标准限值、管理限值及评估数据。

（四）检测项目方法建立具体的技术途径和研究方案。

（五）检测项目及方法的先进性和创新性说明。

食品补充检验方法立项建议书见附件 1。

五、项目确立

省级食品药品监管部门综合分析行政区域内各级食品药品监管部门食品安全监管工作需要，向国家食品药品监督管理总局提出食品补充检验方法立项需求。

国家食品药品监督管理总局按照轻重缓急、科学可行的原则，确定食品补充检验方法立项目录，通过公开征集或遴选确定起草单位，研制食品补充检验方法。特殊情况下，根据监管需求可以指定起草单位。

六、研制要求

起草单位应按以下要求开展食品补充检验方法研制工作：

（一）应在深入调查研究、充分论证技术指标的基础上研制食品补充检验方法，保证其科学性、先进性、实用性和规范性。鼓励检验机构联合科研院所、大专院校或社会团体研究机构共同起草。

（二）根据所起草方法的技术特点，原则上应选择不少于 5 家食品检验机构进行实验室间验证。验证实验室的选择应具有代表性和公信力。实验室间验证对于定性方法至少需要验证方法的检出限和特异性；对于定量方法至少需要验证方法的线性范围、定量限、准确度、精密度。食品补充检验方法编制技术要求见附件 2。

（三）起草食品补充检验方法草案文本时，应参考检验方法编写规则，包括适用范围、方法原理、试剂仪器、分析步骤、计算结果等，同时还应编制起草说明，包括相关背景、研制过程、各项技术参数的依据、实验室内和实验室间验证情况和数据等。食品补充检验方法编写规则见附件 3。

- 附件：1. 食品补充检验方法立项建议书
2. 食品补充检验方法编制技术要求
3. 食品补充检验方法编写规则

附件 1

食品补充检验方法立项建议书

检验项目/指标	
方法名称	
拟解决的问题	简要介绍该项目拟解决的实际问题和关键技术。(不超过 300 字)
申请单位 基本情况	单位名称： 地址： 联系人： 联系电话： 电子邮箱：
合作单位	如多家请按先后顺序列出
调研基础	拟解决的问题应具有一定的前期调研基础，并提供相关材料。
相关工作基础	重点说明已开展的实验室检验工作，以及国际、国内同类检验技术进展情况，并提供前期研究、实验数据或分析报告。不超过 1500 字。
适用范围和主要 技术内容	提供方法草案及相应的编制说明（作为附件）， 详细说明方法完成后的适用范围、研究方法、技术路线、拟解决的关键技术和工作方案等。

附件 2

食品补充检验方法编制技术要求

1. 基质选择

检测范围为某类或多类食品时，基质材料选择应为某类或多类食品中主要典型品种。

2. 方法学考察要求

应充分考虑物质在提取净化过程中的吸附、转化等内容，对于混合标准溶液，需提供有关的稳定性、兼容性的内容。必要时可进行强化试验。

(1) 提取效果

方法试验中，应进行提取效果的验证，可用以下方法进行试验：

- 用阳性的标准物质或能力验证的样品进行试验；
- 阳性样品或添加样品用同一溶剂反复提取，观察被分析物浓度变化；
- 用不同提取技术或不同提取溶剂进行比较。

(2) 方法的特异性

方法的特异性是指在确定的分析条件下，分析方法检测和区分共存物与目标化合物的能力。要说明该方法检测信号仅与被检组分有关，与其他化合物无关。说明采用的分析技术需要克服任何可预见的干扰，特别是来自基质组分的干扰，并重点考虑检测信号的专属性和鉴别能力。

确定特异性的方法：

①一般应对具有代表性的空白基质和空白基质添加被测组分的样品，按照确定的样品前处理方法处理后进行分析，考察基质中存在的物质是否对被测组分存在干扰。

②存在干扰峰时：

- a. 定量限小于或等于限量值的 1/3 时，干扰峰的容许范围小于或相当于限量值浓度峰的 1/10；
- b. 定量限大于限量值的 1/3 时，干扰峰的容许范围小于或相当于定量限浓度峰的 1/3。

确证方法宜采用：

- 不同极性 or 类型色谱柱确证；
- 气相色谱-质谱法；
- 液相色谱-质谱法；
- 其他。

对于内源性物质检测和基础环境引入类物质，需考虑空白和校准的方式。

(3) 标准工作曲线

标准工作曲线的线性范围应尽可能覆盖两个以上数量级，至少进行 5 个浓度水平（不包括空白，应包含定量限、最大残留限量或 10 倍定量限）。对于筛选方法，线性回归方程的相关系数应不低于 0.98；对于确证和定量方法，相关系数应不低于 0.99。测试溶液中被测组分浓度应在校准曲线的线性范围内。应列出标准校准曲线方程、相关系数，必要时应给出典型色谱图。

应比较不加基质曲线和加基质曲线的差异，确定曲线制作要求。

(4) 准确度

方法的准确度是指所得结果与真值的符合程度，检测方法的准确度一般用回收率进行评价。准确度适用于小样本的准确程度描述，其他文件中显示的正确度适用于大样本测试中准确程度的描述，一般需要进行统计分析后获得。回收率试验应做三个水平添加，一般添加水平为：

——对于禁用物质，回收率在方法定量限、两倍方法定量限和十倍方法定量限进行三水平试验；

——对于已制定限量值的，一般在 1/2、1、2 倍限量值三个水平各选一个合适点进行试验，如果限量值是定量限，可选择 2 倍限量值和 10 倍限量值两个点进行试验；

——对于未制定限量值的，回收率在方法定量限、常见限量指标和合适点进行三水平试验。每个水平重复次数不少于 6 次，计算平均值。对回收率试验要求的参考范围见表 A1。

表 A1 不同添加水平对回收率试验的要求

添加水平，mg/kg	范围，%	相对标准偏差，%
≤0.001	50~120	≤35
>0.001≤0.01	60~120	≤30
>0.01≤0.1	70~120	≤20
>0.1≤1	70~110	≤15
>1	70~110	≤10

制作添加样品时，使用新鲜的食物，均一化并称量后添加物质标准溶液。

注 1：添加的物质标准溶液总体积应不大于 2mL。

注 2：添加物质标准溶液后，应充分混合，并放置 30min 后再进行提取操作。

注 3：检测时间需要数日时，宜将均一化的样品冷冻保存，避免多次冻结以及融解。宜在检测实施日当日制作添加样品。

(5) 精密度

精密度：在规定条件下，相互独立的测试结果之间的一致程度。

方法的精密度包括重复性和再现性：

①重复性：在同一实验室，由同一操作者使用相同设备、按相同的测试方法，并在短时间内从同一被测对象取得相互独立测试结果的一致性程度。

每种试材均应进行重复性试验，至少进行三个水平的试验；添加水平要求参见“（4）准确度”中回收率试验要求，每个水平重复次数不少于 6 次。实验室内重复性试验的相对标准偏差符合表 A2 的要求。

注：重复性试验应按照样品处理方法获得添加均匀的试料，再取至少 6 批次试样进行独立测试。

表 A2 实验室内重复性试验的相对标准偏差要求

被测组分含量，mg/kg	相对标准偏差，%
≤0.001	≤36
>0.001≤0.01	≤32
>0.01≤0.1	≤22
>0.1≤1	≤18
>1	≤14

②再现性：在不同实验室，由不同操作者按相同的测试方法，从同一被测对象取得相互独立测试结果的一致性程度。

试验应在不同实验室间进行，实验室个数不少于 5 个（不包括标准起草单位）。再现性应进行三个以上添加水平试验，其中一个添加水平应在定量限，添加水平要求参见“（4）准确度”中回收率试验要求，每个水平重复次数不少于 6 次。实验室间再现性试验的相对标准偏差应符合表 A3 的要求。

表 A3 实验室间再现性试验的相对标准偏差要求

被测组分含量，mg/kg	相对标准偏差，%
≤0.001	≤54
>0.001≤0.01	≤46
>0.01≤0.1	≤34
>0.1≤1	≤25
>1	≤19

（6）定量限

定量限是指可以进行准确定性（定性方法检出限）和定量测定的最低水平，在该水平下得到的回收率和精密度应满足表 A1 和表 A2 的要求。

（7）验证试验

定性方法的验证项目包括方法适用的所有基质材料的检出限、特异性；定量方法的验证项目包括方法适用的所有基质材料的线性范围、特异性、准确度、精密度和定量限。

附件 3

食品补充检验方法编写规则

1.概述

为保证食品补充检验方法文本的科学性、先进性和适用性，参考 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》、GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》、国际食品法典委员会（CAC）的相关规定，编制《食品补充检验方法编写规则》，作为食品补充检验方法文本编制的依据。

2.适用范围

本编写要求适用于食品补充检验方法的编写。

3.基本要求

（1）检测方法文本的编写应符合 GB/T 1.1。

（2）检测方法的文字表达应结构严谨、层次分明、用词准确、表述清楚，不易产生歧义。术语和符号应统一，计量单位应以法定计量单位表示。

4.方法的结构

（1）规范性一般要素：方法名称、范围、规范性引用文件。

（2）规范性技术要素：原理、试剂与材料、仪器和设备、抽样、试样制备、分析步骤、结果计算、精密度、检出限、图谱、质量保证和控制。

（3）补充要素：附录。

方法名称、范围、试剂与材料、仪器和设备、试样制备、分析步骤、结果计算、精密度、检出限和图谱为必备要素，其他为可选要素。

5.规范性一般要素

（1）方法名称

方法名称一般表述为“《食品中xxxx物质的测定》（方法编号）”。

示例：

《食品中那非类物质的测定》（BJS 201601）

（2）范围

①明确该方法检测的适用范围和被检测的物质名称及检测方法。用“本方法规定了【食品】中【物质名称】的【检测方法】测定方法”表述。多组分检测可用附录形式列出所有物质的中、英文名称，并标示相关物质索引号。

②明确检测方法的适用界限。用“本方法适用于【食品】中【物质名称】的定性鉴定/定量测定”表述。

（3）规范性引用文件

如果标准中有规范性引用文件，在该章中列出所引用文件的清单，并用下述引导语引出：下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

6.规范性技术要素

（1）原理

指明检测方法的基本原理、方法特征和基本步骤。

(2) 试剂与材料

①本章用下列导语开头：“除另有规定外，本方法中所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 的【X】级水”。

②列出检测过程中使用的所有试剂和材料及其主要理化特性（浓度、密度等）。除了多次使用的试剂和材料，仅在制备某试剂中用到的不应列在本章中。

③试剂和材料按下列顺序排列：

a.以市售状态使用的产品（不包括溶液），注明其形态、特性（如化学名称、分子式、纯度、CAS 号），带有结晶水的固体产品标明结晶水；

b.溶液或悬浮液（不包括标准滴定溶液和标准溶液），并说明其含量；

注：如果溶液由一种特定溶液稀释配制，按下列方法表示：

——“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示，将体积为 V_1 的特定溶液稀释为体积为 V_2 的溶液；

——“ $V_1 + V_2$ ”表示，将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶剂中。

c.标准溶液和内标溶液，说明配制方法；

注 1：质量浓度表示为 g/L，或其分倍数表示，如毫克每升（mg/L）。

注 2：注明有效期和贮存条件。

d.指示剂；

e.辅助材料（如干燥剂、固相萃取柱等）。

(3) 仪器和设备

应列出在分析过程中所用主要仪器和设备的名称及其主要技术指标。仪器设备的排列顺序一般为分析仪器、常用仪器或设备。

注：编写时不应规定仪器或设备的厂商或商标等内容。

(4) 试样制备和保存

应具体写明实验室样品缩分、试样制备过程（如取样量、研磨、干燥、匀浆等）、试样特性（如粒度、质量或体积等）和试样贮存容器材料与特性（如类型、容量、气密性）以及贮存条件。

(5) 分析步骤

不同检测项目样品的处理方法不同，在编写时应注意写清每一个步骤，应详细叙述试验步骤，以容易阅读的形式陈述有关试验。

①提取

应明确以质量或体积表示试样的称量。

应写明提取剂的名称、用量、提取方式，以及收集容器和浓缩条件。

②净化

应写明所用净化材料和净化步骤，以及收集容器、浓缩条件、定容方式和定容体积等。

③衍生化

如方法需要衍生化，应写明衍生化步骤。

④仪器参考条件

应注明检测技术参数及操作条件。

示例 1：

气相色谱法：应写明色谱柱规格和型号、检测器温度、进样口温度、色谱柱温度、进样方式、进样体积、气体类型和纯度以及流速等信息。

示例 2：

气相色谱-质谱联用法：应写明色谱柱规格和型号、进样口温度、检测器温度、色谱柱温度、进样方式、进样体积、气体类型和纯度、流速、离子源温度、接口温度和质谱检测模式等信息。

示例 3：

液相色谱法：应写明色谱柱规格和型号、色谱柱温度、检测波长（紫外、荧光）、流动相、流速、进样体积和梯度洗脱条件等信息。

示例 4：

液相色谱-质谱联用法：应写明色谱柱规格和型号、流动相、流速、进样体积、梯度洗脱条件、离子源类型、毛细管电压、毛细管温度、雾化气流量、碰撞气类型、检测方式等信息，多反应监测条件应列表给出。

⑤标准工作曲线

应写明标准工作曲线的实验过程，按照实际情况可建议采取基质匹配的方法，需说明基质空白溶液的配制过程。

⑥测定

单点校正法应规定标准溶液和待测溶液进样顺序。

标准工作曲线法应规定待测组分的响应值应在仪器检测的定量测定范围之内。对需要进行平行测定的，应予以明确规定。

⑦空白试验

不加试样或仅加空白试样的空白试验应采用与试样测定完全相同的试剂、设备和步骤等进行。

(6) 结果计算

表示测定结果时，应注明是以何种目标物进行计算。结果以质量分数 ω 计，数值用毫克每千克（mg/kg）或毫克每升（mg/L）表示，并写出计算公式，格式按 GB/T 1.1 中相关规定执行。计算公式应以量关系式表示，公式后要标明编号，标准中有一个公式也要编号，编号从(1)开始。量的符号一律用斜体，应给出计算结果的有效数位，计算结果一般不少于两位有效数字。

示例：

试样中被测目标物以质量分数 ω 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A_i \times V_3}{V_2 \times A_{Si} \times m} \times \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ —标准溶液中物质的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A_i —样品溶液中被测 i 组分的峰面积；

A_{Si} —物质标准溶液中被测 i 组分的峰面积；

V_1 —提取溶剂总体积，单位为毫升（mL）；

V2—吸取出用于检测用的提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V3—样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m—试料的质量，单位为克（g）；

计算结果保留两位有效数字，当结果大于 1mg/kg 时保留三位有效数字。

（7）精密度和准确度

方法精密度用重复性相对标准差和再现性相对标准差评价，准确度用添加回收率表示。

①检出限

标明检测方法的定量限，如为多成分检测，应列表表示，参见附录 A。

②其他

除以上技术内容外，还可根据检测方法的特点和需要，合理编写其他技术内容和关键技术，如对特殊情况的说明和有关图表等。

食品补充检验方法中的字号和字体详见附录 B。

7.附录

当方法中的某部分应执行的内容放在方法正文中影响方法结构时，可将这部分放在正文的后面，如谱图等作为附录；有助于标准理解或使用的附加信息，也可作为附录。

附录 A

目标化合物检出限及参考数据

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 min	定量限 mg/kg 或 $\mu\text{g/kg}$	质量浓度 mg/L 或 $\mu\text{g/L}$
1						
2						
3						
4						

附录 B

食品补充检验方法中的字号和字体

页别	位置	文字内容	字体字号
正文首页	第一行	标准名称	三号黑体
各页		章、条的编号和标题	五号黑体
		标准条文、列项及其编号	五号宋体
		标明注的“注”“注x”	小五号黑体
		标明示例的“示例”“示例的x”	小五号黑体
		条文的示例	小五号宋体
		注、图注、表注	小五号宋体
		脚注、脚注编号、图的脚注、表的脚注	小五号宋体
		图的编号、图题；表的编号、表题	五号黑体
		续图、续表的“(续)”	五号宋体
		图、表右上方关于单位的陈述	小五号宋体
		图中的数字和文字	六号宋体
		表中的数字和文字	小五号宋体
附录	第一行	附录编号	三号黑体
	第二行	附录标题	三号黑体
	第三行	附录内容	五号宋体