

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4593—2025

农药登记毒理学试验机构
能力比对规范

Specification of proficiency comparison for the
pesticide registration toxicology laboratories

2025-01-09 发布

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。

本文件主要起草单位：农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：刘然、张丽英、陶岭梅、黄岚、刘亮、陈雅洁、辛东海、张宏军、单炜力。



农药登记毒理学试验机构能力比对规范

1 范围

本文件规定了农药登记毒理学试验机构能力比对的程序和要求。

本文件适用于农药登记毒理学试验机构能力比对。

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(所有部分) 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

GB/T 27043—2012 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

能力比对 proficiency comparison

按照预先规定的条件,组织 2 个或多个实验室对相同或相似的物品进行试验或检测,评价参加者的能力。

3.2

能力比对计划 proficiency comparison scheme

在试验、检测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。

3.3

能力比对提供者 proficiency comparison 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

能力比对参加者 proficiency comparison participant

接受能力比对物品并提交结果以供能力比对提供者评价的实验室、组织或个人。

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。

[来源:GB/T27043—2012,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。

[来源:GB/T27043—2012,定义 3.12]

4 目的

评定各承担农药登记毒理学试验机构的检测技术能力,提高检测人员业务素质和实验室管理水平,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,为农药登记工作提供准确可靠的试验数据。

5 程序

5.1 计划和实施

5.1.1 能力比对工作的组织和实施,参照 GB/T 27043 进行运作。

5.1.2 能力比对计划一般包括策划和设计(包括统计方法的设计)、样品的准备和发放、能力比对参加者对样品的检测和报告、对能力比对参加者能力的评价、最终报告的编制和分发等基本过程。

5.1.3 能力比对提供者制定和审定比对方案,指导并监督能力比对工作,汇总并处理各实验室试验结果,编写能力比对总结报告,处理参加实验室的申诉意见。

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

5.2 能力比对提供者的责任

能力比对提供者具有以下责任:

- a) 通知并确认能力比对参加者;
- b) 指定试验应参照的标准方法或明确技术要求;
- c) 提供适当的样品及必要的样品信息;
- d) 为每个能力比对参加者赋予保密性的编号,并对能力比对参加者信息进行保密;
- e) 对能力比对全过程进行跟踪;
- f) 收集能力比对参加者的试验结果并出具总结报告;
- g) 保证对能力比对参加者能力评价的客观性。

5.3 能力比对参加者的责任

能力比对参加者具有以下责任:

- a) 提供真实的信息,及时反馈参加信息;
- b) 反馈样品的接收和状态信息;
- c) 按要求开展试验,并在规定的时间内如实报告试验结果;
- d) 确保试验数据的完整性、可靠性和真实性;
- e) 参加比对的实验室应独立开展试验,杜绝虚假行为;
- f) 提供试验报告和原始记录复印件。

5.4 能力比对项目

5.4.1 选择能力比对的项目应符合工作需求和实际情况,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中开展频次较高。

5.4.2 毒理学试验能力比对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、结果与结论等。通常选择急性毒性试验、致突变性试验等,一般不选择长期重复染毒毒性试验作为能力比对项目。

5.4.4 单项试验技能比对用于比对实验室间某一项或几项具体的试验技能,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、尿生化等仪器分析等。

5.4.5 能力比对项目应指定或推荐所用的试验方法、检测方法,并规定特殊的试验条件等。

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样品的准备和发放。样品应以盲样的形式发放给参加者。

5.5.2 通过必要的控制或检查保证样品的质量满足能力比对的要求。

5.5.3 样品应以适当的包装和标识及时发放给能力比对参加者,确保运输安全。

能力比对参加者接收样品后,应在规定时间内将样品试验接收信息反馈给能力比对提供者。

5.5.4 试验项目比对的试验样品一般为农药原药或制剂,并提供样品基本信息:外观与性状、pH、熔点、相对密度、沸点、溶解性、保存条件、特殊防护要求等。能力比对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可能影响测试结果的情况,应及时与能力比对提供者联系。

5.5.5 微核试验及染色体畸变试验阅片和毒性病理诊断技能比对的试验样品为盲样标本的电子数据。能力比对参加者在收到样品后,应对盲样标本的电子数据是否完好及其可读性进行确认,如发现电子数据损坏等无法打开阅读的情况,应及时与能力比对提供者联系。

5.5.6 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,避免在能力比对样品准备、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 能力比对参加者应在规定时限内向能力比对提供者提交试验报告。急性毒性试验和致突变性试验能力比对项目,应在收到样品后3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术,血生化、血常规、尿生化等仪器分析等能力比对项目,应在收到样品后10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。微核试验和染色体畸变试验阅片的观察项目、评价计数细胞数目、结果表示形式、统计方法等应符合GB/T 15670的要求。毒性病理报告需包含每张切片中的所有脏器/组织的病理描述与诊断。

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和GB/T 28043中的规定并结合每次能力比对计划的特点,运用适当的方法记录和分析能力比对参加者提交的结果,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 对于定量的试验结果,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;对于非定量的试验结果,应进行专业判断。不同的能力比对项目检测结果评价标准见附录A。

5.7.4 能力比对计划中的每一个项目都应给出试验结果的评价结论。

5.7.5 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能力比对参加者的能力。

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) 实验室间的变异,以及与先前相似项目的试验结果进行比对;
- c) 实验室的试验结果和试验过程与指定方法等存在的差异;
- d) 可能的误差来源;
- e) 提高能力的建议、意见或总体评述;
- f) 结论。

5.9 结果报告

5.9.1 能力比对活动中应向能力比对参加者及时提供结果报告。

5.9.2 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) 能力比对参加者的编号;
- e) 所用样品的描述,必要时包括样品准备和均匀性、稳定性检验的情况;
- f) 采用的试验方法和试验结果;
- g) 对统计结果进行分析说明,包括指定值、可接受的结果范围;
- h) 对能力比对参加者的能力评价。

附录 A

(规范性)

能力比对项目检测结果评价标准

A.1 急性毒性试验能力的评价

16 以急性经口毒性试验为例,能力比对评分见表 A.1,评分 ≥ 90 为满意, $80 \leq$ 评分 < 90 ,为合格,评分 < 80 为不合格。

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	20
LD ₅₀ 偏差	20
溶剂选择适宜	20
试验操作规范性	20
报告内容与质量管理	20
总计	100

A.2 毒性病理诊断能力的评价

采用由专家确定的公议值作为指定值的方法评定和分析比对结果,将各能力比对参加者的结果分别与指定值比较,遵循每个病例相应的指定值,由能力比对提供者和专家按照“满意”“合格”和“不合格”3个等级进行评定。毒性病理诊断能力评分见表 A.2,评分 ≥ 90 为满意, $80 \leq$ 评分 < 90 为合格,评分 < 80 为不合格。

表 A.2 毒性病理诊断能力评分表

评分项目	分值
诊断术语	10
组织学变化的诊断与识别	50
病变程度分级	30
诊断报告的完整性和规范性	10
总计	100

A.3 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(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, $|Z| \geq 3$ 为不满意结果(离群值)。—

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)。
