ICS 13.310
A 92

GA

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T ××××—××××

法庭科学 毒物检验方法确认规范

Forensic sciences—Specifications for validation of examination methods for toxicants

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国公安部 发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析分技术委员会（SAC/TC 179/SC1）提出并归口。

本标准起草单位：公安部物证鉴定中心、中国合格评定国家认可委员会。

本标准起草人：董颖、常靖、何毅、刘烁、花锋、唐丹舟、王彦斌、陈霞、白庆华。

法庭科学 毒物检验方法确认规范

1 范围

本标准规定了法庭科学毒物检验标准方法和非标准方法的确认规范。

本标准适用于法庭科学实验室对引进标准方法以及非标准方法（例如：实验室设计（制定）的方法、超出其鉴定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法）的确认。

2 规范性引用文件

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。

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1059 测量不确定度评定与表示

GA/T 122 毒物分析名词术语

CNAS-CL01：2018 检测和校准实验室能力认可准则

CNAS-CL08：2018 司法鉴定/法庭科学机构能力认可准则

CNAS-CL10：2012 检测和校准实验室能力认可准则在化学检测领域的应用说明

CNAS-CL08-A007 ：2018 司法鉴定/法庭科学机构能力认可准则 在法医毒物分析和毒品鉴定领域的应用说明

3 术语和定义

JJF 1001 和 GA/T 122 界定的术语和定义适用于本文件。

4 标准方法的确认

4.1 方法确认的内容

确认的内容主要涉及以下六方面：

a) 人员，对执行新标准所需的人力资源的评价，即人员是否具备所需的技能及能力；必要时应进行人员培训，经考核后上岗；

b) 设备，对现有设备适用性的评价，以及是否具有所需的标准/参考物质（对照品）,必要时应予以补充；

c) 环境，对设施和环境条件的评价，必要时进行验证；

d) 制备，对鉴定检材的制备，包括存放、前处理等各环节是否满足标准要求的评价；

e) 报告，对作业指导书、原始记录、报告格式及其内容是否适应标准要求的评价；

f) 方法，对新旧标准进行比较，尤其是差异分析与比对的评价。

实验室对标准方法的证实，应有相关的文件规定及其支持的文件记录，标准方法变更后应重新证实。

方法的证实可包括以前参加过的实验室间比对或能力验证的结果，以及确定测量不确定度、检出限等而使用的已知值样品或物品所做过的试验性检测/校准计划的结果。

4.2 作业指导书的编制

必要时，应编制作业指导书对标准方法加以补充，以确保应用的一致性。

实验室应根据人员的技术素质水平、仪器的操作繁杂程度等，识别对制定方法作业指导书的需求。当所用方法存在理解、操作等困难时，即如果缺少作业指导书可能危及实验结果时，实验室应制定相应的作业指导书或鉴定细则、补充细则等，以保证对标准实施的一致性和有效性。

4.3 方法的偏离

方法的偏离指实际工作与标准方法有偏离。方法的偏离应文件化，是一种让步的书面许可，应经技术判断不会影响检测结果正确、可靠的情况下才允许偏离。该种偏离不应涉及工作原理和结果数据的判定指标，否则按第 5 章执行。偏离的技术判断可由实验室或以实验室的名义，或由实验室外的技术机构作出，应有对偏离技术判断的记录。

5 非标准方法确认

5.1 总则

确认是通过检查并提供客观证据，以证实某一特定预期用途的特定要求得到满足。

实验室应对非标准方法进行确认，以证实该方法适用于预期用途，并保存使用的确认程序、所获得的结果、以及该方法是否满足预期鉴定目的的评价等记录。

5.2 工作程序

5.2.1 设计方法确认计划

实施方法确认前，应当由鉴定机构技术主管制定并组织实施设计方法确认计划，该计划应充分考虑以下要求：

a) 对每个设计开发阶段制定阶段计划，以确保有足够的人力和物质资源；
b) 适合于每个开发和设计阶段的评审、验证和确认活动；
c) 确定设计开发者的职责；
d) 鉴定方法有效性的验证。

5.2.2 设计方法确认输入要素

设计方法确认的输入应确定以下要素：

a) 委托单位的明示和潜在的要求；
b) 鉴定的目的；
c) 对新方法功能与指标的要求；
d) 适用于法律和法规的要求；
e) 使用以前类似的方法可提供借鉴的信息；
f) 设计开发的新方法所必需的其他要求。

应组织有关鉴定人员对设计输入进行评审，以确保输入要素的充分性和适宜性。设计输入要素应当完整、清楚，并避免相互矛盾。设计输入的评审应形成文件。

5.2.3 设计方法确认输出要素

设计方法确认的输出应确定以下要素：

a) 满足设计方法确认输入的有关要求；
b) 实现鉴定工作适当或足够的信息；

c) 给出验收或确认新方法的准则；
d) 给出新方法的安全使用措施以及正常使用新方法时所具有的性能与指标；
e) 使用新方法有效与否的判定规则；
f) 新方法所需的记录数据及分析和表达方式；
g) 新方法测量不确定度评定程序（必要时）。

5.2.4 设计方法确认的评审

5.2.4.1 设计方法确认的评审应安排在适当的时段，并由鉴定机构技术主管组织实施。设计开发的评审应满足以下条件：

a) 评审设计和开发的结果满足输入要求的能力；
b) 识别存在的问题并提出必要的改进措施。

5.2.4.2 参加评审的人员应包括设计开发阶段有关职能代表、鉴定机构和委托方的代表。鉴定机构技术主管应将评审的实施形成文件，保存评审结果以及任何必要改进的记录。

5.2.4.3 为确保设计开发输出满足输入的要求，应依据设计开发的计划对设计开发的方法安排必要的验证。验证应由鉴定机构技术主管组织有关鉴定机构人员进行，并保存有关验证结果及任何必要改进的记录。

5.3 毒物分析方法确认的一般步骤

5.3.1 样品的前处理

了解样品的来源，评估被测物的大致浓度及其可能含有的测试干扰物质，选择合适的方法提取，纯化、浓缩或稀释等技术处理后得到含有被测物的溶液，进行分析测试。

5.3.2 仪器的配置确认

根据被测试物的性质选择合适的仪器配置，如分离与检测设备，色谱柱，进样装置，检测温度，进样量等。

5.3.3 检测条件确认及优化

进行初始操作条件摸索试验，根据试验结果逐步优化检测条件。

5.3.4 定性分析

以保留时间、质谱特征离子碎片峰及相对丰度等作为定性判断依据。

5.3.5 定量分析

一般采用标准曲线法、内标法、外标法等进行定量。

5.3.6 毒物分析方法确认的技术要素

5.3.6.1 选择性

生物样品中有共存物质的情况下，需对被测物质进行正确测定。一般这些共存组分包括代谢物、杂质、降解产物、基质成分等。即为一种分析物或一组分析物选定一种方法，这种方法就是特定的，也即表示分析方法的识别能力。如果分析方法的专属性有个别缺陷，可以用其它方法加以补充。

确证分析方法是否达到试验目的，确实能够对被测物质进行鉴别或定量，应用各种样品来研究方法的适用性，所用的样品种类从单纯的测量标准到具有复杂基体的混合物。在每种情况下，都应确定被研究的分析物的分离情况，并充分说明可疑干扰的影响。技术适应性的任何限制都应在方法中有明确的规定。

5.3.6.2 线性

分析方法需能够得到与被测物质的量或浓度具有直线关系的测定值。准备一系列不同浓度(量)的被测样品，按照分析方法的操作步骤进行测定，用测定值得到的回归方程及相关系数对线性关系进行评价。通常采用 5～8 个不同量(浓度)的样品作线性关系的研究，每个浓度重复测定次数大于等于 2 次，一般控制相关系数 r≥0.995。

5.3.6.3 准确度

以测定重现精密度时所得总平均值与真值的差与真值的比值表示（真值一般使用理论值，如果理论值不存在或即使存在但很难求出的情况下，可采用经过确证或认可的数值来代替）。可采用以下方法确认准确度：

a) 使用标准物质（检验对象添加标准物质）进行分析测试，通过分析标准物质，由所得结果了解分析的准确度，按实验设计的规定和要求，完成 1~3 个浓度水平的标准物质的测定，每种样品平行测定 6 次，记录测试结果并按计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等参数；
b) 用加标回收率测定，在样品中加入一定量标准物质测定其回收率（加标量为样品含量的 0.5～2 倍，但加标后的总浓度应不超过方法的测定上限浓度值）。记录测试结果并计算回收率、标准偏差、相对标准偏差等参数；
c) 不同方法比较分析，对同一样品分别使用具有可比性的不同方法进行测定或不同实验室测定。两种方法对自配的同一标准溶液进行 6 次重复测定，记录试验结果并统计分析，若统计验证表明其差异不显著时，则认为这些方法都具有较好的准确度。

5.3.6.4 精密度

从均匀样品中抽取的复数个待测样品进行重复分析测定时，所得到的一系列测定数据彼此之间的一致程度。测定值的误差以偏差、标准偏差、或相对标准偏差的形式表示。在其评价方法中，首先要保证精密度研究所用样品的数量和均匀性。为了正确得出分析方法的精密度，应有足够的实验次数、分析条件的水平数及实验室数，并且要对可预想到的致使分析发生变化的重要因素进行研究。

对于生物样品，方法精密度应控制在 15%以内，在 LLOQ 附近 RSD 应小于 20%。

5.3.6.5 最低定量限（LOQ）

在保证具有一定可靠性的前提下，分析方法能够测定出的生物样品中分析物的最低浓度。反映了分析方法测定低浓度样品时具有的可靠性，即采用 5 个重复样品，其精密度的 RSD 应在 20%以内，误差在参考值的±20%内。

5.3.6.6 检出限（LOD）

某一方法在给定的置信水平上可以检出被测物质的最小浓度（相对检出限）或最小质量（绝对检出限）。LOD 既反映方法与仪器的灵敏度和噪音的大小，也表明生物样品经提取处理后空白基质值的高低。LOD 的确定方法有很多，应根据不同的检测方法选择合适的确定方法。通常采用的方法是：在最低浓度附近添加一系列已知浓度的双份样品进行检测，在空白样品分析的基础上，并选取分析物峰附近的一段基线为参照，计算选定色谱峰的信噪比（S/N），以 S/N 大于等于 3 时的样品最低浓度为 LOD。

5.3.6.7 稳定性

分析物在给定的基质、保存条件、时间间隔内的稳定性。例如需确认生物样品反复冻融的稳定性、样品处理后的溶液中分析物的稳定性、长期保存的稳定性等。

5.3.6.8 基质效应

样品中被分析物以外的组分为基质。基质常常对分析物的分析过程有显著的干扰，并影响分析结果的准确性。例如，溶液的离子强度会对分析物活度系数有影响，这些影响和干扰被称为基质效应，基质效应表现为离子增强或抑制作用，通常采用的计算方法为不同来源的生物样品基质提取后添加与纯的标准物质溶液相比，当基质效应的计算结果在（85～115）%之间时，可认为不存在基质效应。

5.3.6.9 测量不确定度

方法确认时，应找出影响不确定度的所有分量，并作出合量的评估，并应确保报告结果的表达方式不会引起错觉。合理的评估应建立在对方法实施知识以及测量范围的基础上，并利用过去的经验。对各影响量产生的不确定度分量不应有遗漏，也不能有重复。在评定测量不确定度时，对给定条件的所有重要不确定分量，均应采用适当的分析方法加以考虑。

检测工作中测量不确定度的来源：取样、存储条件、仪器的影响、试剂纯度、测量条件、测量标准或标准物质、引用的数据或其它参量、测量方法和测量程序的近似和假设、操作人员的影响、由相同条件下测量值的变动性所反应得各种随机影响等。

5.3.7 数据记录

鉴定人员在实验过程中应详细记录实验的整个过程，包括样品的制备方法、标准品的级别及试剂的调配、试验环境、分析测试参数、注意事项、分析结果等。

5.3.8 方法确认报告的编写

试验结束后，应编写方法确认报告，内容至少应包括如下信息：

a) 适用的范围；
b) 被检测样品的类型描述；
c) 需要确定的参数和量值；
d) 所用的装置、设备及标准物质；
e) 要求的环境条件和所需的稳定周期；
f) 方法验证参数记录，评定合格的判据和(或)要求；
g) 需记录的数据以及分析和表达的方法；
h) 不确定度或评定不确定度的程序及结果（需要时）；
i) 程序的说明，包括：
    1) 被测样品的识别标志、处置、运输、储存；
    2) 工作开始前的校核检查；
    3) 检查设备是否正常工作，必要时每次使用前进行校准或调整；
    4) 数据和结果的记录方法；
    5) 需遵循的安全措施。

5.3.9 方法确认报告的审核

审核人应核查方法确认报告，然后递交鉴定机构技术主管审核，经批准后方可在实验室推行该检测方法。

5.3.10 方法确认资料的保管

在方法确认过程中产生的原始记录、方法确认报告等均应归档保管。