

JJF(浙)

浙江省地方计量技术规范

JJF(浙) 1190—2022

食品快速综合分析仪校准规范

Calibration Specification for Rapid Integrated Food Analyzers

2022-05-07 发布

2022-08-07 实施

浙江省市场监督管理局 发布

食品快速综合分析仪校准规范

Calibration Specification for

Rapid Integrated Food Analyzers

JJF(浙)1190-2022

归口单位：浙江省市场监督管理局

主要起草单位：绍兴市质量技术监督检测院

参加起草单位：绍兴市能源检测院

本规范委托绍兴市质量技术监督检测院负责解释

本规范主要起草人：

赵丹丹（绍兴市质量技术监督检测院）

吴初军（绍兴市质量技术监督检测院）

俞陈光（绍兴市能源检测院）

周林峰（绍兴市质量技术监督检测院）

李永招（绍兴市质量技术监督检测院）

参加起草人：

刘慧玲（绍兴市质量技术监督检测院）

张 雷（绍兴市质量技术监督检测院）

程焕焕（绍兴市能源检测院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量特性	(1)
3.1 透射比示值误差和重复性.....	(1)
3.2 稳定性.....	(1)
3.3 通道间差异.....	(1)
3.4 灵敏度.....	(1)
4 校准条件	(1)
4.1 环境条件.....	(1)
4.2 计量标准和标准物质.....	(2)
5 校准项目和校准方法.....	(2)
5.1 透射比示值误差和重复性.....	(2)
5.2 稳定性.....	(3)
5.3 通道间差异.....	(3)
5.4 灵敏度.....	(3)
6 校准结果表达.....	(3)
7 复校时间间隔.....	(4)
附录 A 透射比示值误差不确定度的评定示例	(5)
附录 B 灵敏度校准不确定度的评定示例	(7)
附录 C 标准溶液的配制	(10)
附录 D 食品快速综合分析仪校准原始记录 (推荐)	(12)
附录 E 校准证书内页格式(推荐)	(14)

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》进行编写。

本规范参考了 JJG 178-2007《紫外、可见、近红外分光光度计》、JJF 1729-2018《农药残留检测仪校准规范》、GB/T 5009.199-2003《蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测》和 JB/T 12967-2016《有机磷和氨基甲酸酯农药残留快速检测仪》相关术语定义和技术内容。

本规范为首次发布。

食品快速综合分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于采用酶抑制率法（分光光度法）和胶体金免疫层析法（成像原理和反射原理）测定农药残留、兽药残留、非法添加等的食品快速综合分析仪（以下简称“分析仪”）的校准。

2 概述

酶抑制率法（分光光度法）原理是根据食品中的有害物质分子对可见光的选择性吸收和朗伯-比尔（Lambert-Beer）定律，用未知浓度样品与已知浓度标准物质比较的方法进行定性鉴别或者定量分析。仪器通常由光源、单色器、吸收池、检测器和信号指示系统组成。

胶体金免疫层析法原理是根据检测试纸条测试线（T线）位置与控制线（C线）位置的电信号值，定义该位置光谱峰值面积，通过计算两者比值进行定性鉴别或者定量分析。仪器通常由光源、光路（含滤光片）、检测器和数据处理系统组成。

3 计量特性

3.1 透射比示值误差和重复性

最大允许误差： $\pm 2.0\%$ ；

重复性： $\leq 0.5\%$ 。

3.2 稳定性

10 min 内吸光度变化不超过 ± 0.01 。

3.3 通道间差异

吸光度示值差异 ≤ 0.05 。

3.4 灵敏度

灵敏度用测量特性表示。分析仪应配备符合要求的试剂盒。

对酶抑制率法（分光光度法）原理的分析仪，采用 0.02 mg/L 克百威样品进行检测，酶抑制率应 $\geq 50\%$ 。

对胶体金免疫层析法原理的分析仪，采用 0.1 $\mu\text{g/L}$ 氯霉素和 2 $\mu\text{g/L}$ 孔雀石绿进行检测，T/C 值应 < 1.0 或结果显示为阳性。

注：以上指标不是用于合格性判别，仅作参考。

4 校准条件

4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：（15~35）℃。

4.1.2 相对湿度：≤85%。

4.1.3 电源：电压为（220±22）V；频率为（50±0.5）Hz。

4.1.4 分析仪不应受阳光直射，周围无强磁场、电场干扰，无强气流及腐蚀性气体。

4.2 计量标准和标准物质

4.2.1 光谱中性滤光片，在测量波长下透射比标称值约为 10%、20%、30%；相对扩展不确定度不大于 1.0%（ $k=2$ ）。

4.2.2 重铬酸钾，优级纯。

4.2.3 秒表，最小分度值 0.1 s。

4.2.4 克百威、氯霉素和孔雀石绿国家有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 5%（ $k=2$ ）。

5 校准项目和校准方法

5.1 透射比示值误差和重复性

在分析仪工作特征波长下，用透射比标称值约为 10%、20%、30%的中性滤光片，依次放入样品室每个通道中，重复测量透射比 3 次，按式（1）依次计算每个通道每块滤光片透射比示值误差。

$$\Delta T = \bar{T}_i - T_s \quad (1)$$

式中：

ΔT —透射比示值误差，%；

\bar{T}_i —每块透射比滤光片 3 次测量的平均值，%；

T_s —每块透射比滤光片标称值，%。

按式（2）计算每块滤光片透射比重复性：

$$\delta_T = T_{\max} - T_{\min} \quad (2)$$

式中：

δ_T —重复性，%；

T_{\max} —每块滤光片 3 次测量透射比的最大值，%；

T_{\min} —每块滤光片 3 次测量透射比的最小值，%。

注：对仅有吸光度显示的分析仪，可把吸光度测量值根据朗伯-比尔定律 $A=-\lg T$ 换算成透射比，再进行计算。

5.2 稳定性

以空气为测量对象，调节零位，记录初始值，每 2 min 读取分析仪显示值。10 min 内吸光度相对初始值变化最大值与初始值之差即为分析仪的稳定性。

5.3 通道间差异

将 100 mg/L 的重铬酸钾溶液（配制方法见附录 C）放入样品室每个通道中，测量溶液吸光度。按式（3）计算全部通道中最大值与最小值之差。

$$\Delta A = A_{\max} - A_{\min} \quad (3)$$

式中：

ΔA —通道间吸光度差异；

A_{\max} —全部通道测得的最大吸光度；

A_{\min} —全部通道测得的最小吸光度。

5.4 灵敏度

采用酶抑制率法（分光光度法）原理的分析仪，配制 0.02 mg/L 克百威标准溶液进行检测，读取标准溶液与空白溶液 3 min 吸光度变化值，重复 3 次计算平均值，按照（4）计算抑制率；

$$IR = \frac{\overline{\Delta A_c} - \overline{\Delta A_t}}{\overline{\Delta A_c}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

IR —抑制率；

$\overline{\Delta A_c}$ —空白溶液反应 3 min 吸光度变化值的 3 次测量平均值；

$\overline{\Delta A_t}$ —标准溶液反应 3 min 吸光度变化值的 3 次测量平均值。

采用胶体金免疫层析法原理的分析仪，配制 0.1 $\mu\text{g/L}$ 氯霉素和 2 $\mu\text{g/L}$ 孔雀石绿标准溶液对每个检测孔进行 3 次平行检测，读取 T/C 值。

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反应，校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室地址不同）；

- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明（若有）；
- n) 校准证书和校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

7 复测时间间隔

送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过 1 年。

附录 A

透射比示值误差不确定度的评定示例

A.1 概述

按规范要求,用透射比标称值约为 30%的中性滤光片,放入样品室通道中,重复测量透射比 3 次,计算透射比示值误差。

A.2 测量模型

A.2.1 透射比示值误差

$$\Delta T = \bar{T}_i - T_s \quad (\text{A.1})$$

式中:

ΔT —透射比示值误差, %;

\bar{T}_i —透射比滤光片 3 次测量的平均值, %;

T_s —透射比滤光片标称值, %。

A.2.2 不确定度传播律

测量量 \bar{T}_i 与 T_s 彼此不相关,有:

$$u_c^2(\Delta T) = c_1^2 u^2(\bar{T}_i) + c_2^2 u^2(T_s)$$

其中,灵敏系数 $c_1 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(\bar{T}_i)} = 1$, $c_2 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(T_s)} = -1$

因此,透射比示值误差的不确定度可计算如下:

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{u^2(\bar{T}_i) + u^2(T_s)} \quad (\text{A.2})$$

A.3 不确定度的评定

A.3.1 中性滤光片的不确定度

从滤光片的证书得到相对扩展不确定度为: $U_{\text{rel}}=1.0\%$, $k=2$ 。故

$$u(T_s) = 30\% \times \frac{1.0\%}{2} = 0.15\%$$

A.3.2 测量重复性引入的不确定度

按照规范要求,用透射比约为 30%滤光片对仪器进行测量,重复测量 3 次,当极差为

0.2%时, 有:

$$u(\bar{T}_i) = \frac{0.2\%}{1.69 \times \sqrt{3}} = 0.07\%$$

测量过程中环境条件的变化、人员操作以及仪器分辨力引入的不确定度可以认为体现在测量的重复性中。

A.4 测量不确定度分量

测量不确定分量如表 A.1 所示。

表 A.1 不确定度分量的标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度/%
$u(T_s)$	标准器的不确定度	0.15
$u(\bar{T}_i)$	测量重复性	0.07

A.5 合成标准不确定度计算

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{u^2(\bar{T}_i) + u^2(T_s)} = \sqrt{0.07\%^2 + 0.15\%^2} = 0.17\%$$

A.6 扩展不确定度计算

取 $k=2$, 扩展不确定度: $U = k \times u_c(\Delta T) = 2 \times 0.17\% \approx 0.4\%$

A.7 校准不确定度报告与表示

透射比 30% 处示值校准结果的扩展不确定度: $U=0.4\%$, $k=2$ 。

附录 B

抑制率校准结果的不确定度评定示例

B.1 概述

采用酶抑制率法（分光光度法）原理的分析仪，配制 0.02 mg/L 克百威标准溶液进行检测，读取标准溶液与空白溶液 3 min 吸光度变化值，计算抑制率。

B.2 测量模型

B.2.1 抑制率

$$IR = \frac{\Delta A_c - \Delta A_t}{\Delta A_c} \times 100\% \quad (\text{B.1})$$

式中：

IR —抑制率；

ΔA_c —空白溶液反应 3 min 吸光度变化值；

ΔA_t —标准溶液反应 3 min 吸光度变化值。

B.2.2 不确定度传播律

测量 ΔA_c 与 ΔA_t 彼此不相关，有：

$$u_{\text{crel}}^2(IR) = c_1^2 u_{\text{rel}}^2(\Delta A_c) + c_2^2 u_{\text{rel}}^2(\Delta A_t)$$

其中，灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial(IR)}{\partial(\Delta A_c)} = -1, c_2 = \frac{\partial(IR)}{\partial(\Delta A_t)} = 1$$

抑制率的不确定度可计算如下：

$$u_{\text{crel}}(IR) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\Delta A_c) + u_{\text{rel}}^2(\Delta A_t)}$$

B.3 不确定度的评定

B.3.1 标准溶液反应 3 min 吸光度变化值 ΔA_t 的不确定度

采用有证标准物质，其定值相对扩展不确定度为 3%，包含因子 $k=2$ 。则标准物质的定值不确定度引起的标准不确定度分量为：

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_{t1}) = \frac{3\%}{2} = 1.50\%$$

校准用标准溶液是将上述有证标准物质，逐级稀释而成，使用到 5 mL 移液器和 100 mL 单标线容量瓶，根据检定证书，5 mL 移液器最大允许误差±1.0%，认为区间内均匀分布，则其引入的标准不确定度分量分别为：

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_{11}) = \frac{1.0\%}{\sqrt{3}} = 0.58\%$$

100 mL A 级合格单标线容量瓶容量允差为±0.10 mL，认为区间内均匀分布，则其引入的标准不确定度分量分别为：

$$u(\Delta A_{12}) = \frac{0.10}{100 \times \sqrt{3}} = 0.06\%$$

则中间液（1 μg/mL）定值不确定度引入的分量为：

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_{10}) = \sqrt{(1.50\%)^2 + (0.58\%)^2 + (0.06\%)^2} = 1.61\%$$

校准用标准溶液（0.02 μg/mL）定值不确定度引入的分量为：

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_{11}) = \sqrt{(1.61\%)^2 + (0.58\%)^2 + (0.06\%)^2} = 1.72\%$$

由环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的相对不确定度，可采用 A 类评定。按要求分别配制 10 份标准溶液，读取溶液反应 3 min 吸光度变化值，计算其相对标准偏差为 3.2%。按校准规范实际重复测量 3 次，故

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_{12}) = \frac{3.2\%}{\sqrt{3}} = 1.85\%$$

由于 $u_{\text{rel}}(\Delta A_{11})$ 与 $u_{\text{rel}}(\Delta A_{12})$ 不相关，故

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_1) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\Delta A_{11}) + u_{\text{rel}}^2(\Delta A_{12})} = \sqrt{(1.72\%)^2 + (1.85\%)^2} = 2.6\%$$

B.3.2 空白溶液反应 3 min 吸光度变化值 ΔA_c 的不确定度

由环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的相对标准不确定度，可采用 A 类评定。按要求分别配制 10 份空白溶液，读取溶液反应 3 min 吸光度变化值，计算其相对标准偏差为 1.6%。按校准规范实际重复测量 3 次，故

$$u_{\text{rel}}(\Delta A_c) = \frac{1.6\%}{\sqrt{3}} = 1.0\%$$

B.4 测量不确定度分量

测量不确定分量如表 B.1 所示。

表 B.1 不确定度分量的标准不确定度汇总表

标准不确定度分量		不确定度来源	标准不确定度	
$u_{\text{rel}}(\Delta A_t)$	$u_{\text{rel}}(\Delta A_{t1})$	标准物质的不确定度	1.72%	2.6%
	$u_{\text{rel}}(\Delta A_{t2})$	环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素	1.85%	
$u_{\text{rel}}(\Delta A_c)$		环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素	1.0%	

B.5 合成标准不确定度计算

$$u_{\text{crel}}(IR) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\Delta A_c) + u_{\text{rel}}^2(\Delta A_t)} = \sqrt{(2.6\%)^2 + (1.0\%)^2} = 2.8\%$$

B.6 扩展不确定度计算

取 $k=2$ ，相对扩展不确定度： $U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{crel}}(IR) = 5.6\%$

B.7 校准结果的不确定度报告与表示

抑制率校准结果的相对扩展不确定度： $U_{\text{rel}} = 5.6\%$ ， $k = 2$

附录 C

标准溶液的配制

C.1 100 mg/L 重铬酸钾溶液

C.1.1 试剂

C.1.1.1 纯水：重蒸水或去离子水。

C.1.1.2 浓硫酸：密度为 1.84 g/cm^3 。

C.1.1.3 重铬酸钾：优级纯（ 110°C 烘干 2h）。

C.1.2 硫酸溶液的配制

取 100 mL 纯水于烧杯中，并缓慢加入 1.5 mL 浓硫酸（C.1.2），边加边搅拌，然后转移到 1000 mL 容量瓶中，用纯水（C.1.1）定容、混匀。

C.1.3 酸性重铬酸钾标准储备溶液的配制

准确称取 0.5 g 重铬酸钾（C.1.3），用少量硫酸溶液（C.2）溶解，移入 500 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（C.2）定容、混匀。此溶液重铬酸钾浓度为 1000 mg/L。

C.1.4 酸性重铬酸钾标准工作溶液的配制

移取 10.00 mL 酸性重铬酸钾储备溶液（C.3）至 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（C.2）定容、混匀。此溶液重铬酸钾浓度为 100 mg/L。

C.2 0.02 mg/L 克百威标准溶液

C.2.1 试剂

C.2.1.1 克百威有证标准溶液（100 mg/L）：冷藏、避光、干燥条件下保存。

C.2.1.2 纯水：重蒸水或去离子水。

C.2.2 克百威标准中间液的配制

精密移取克百威有证标准溶液（100 mg/L）（C.2.1.1）1 mL，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 1 mg/L 的标准中间液。

C.2.3 0.02 mg/L 克百威标准溶液的配制

精密移取标准中间液（1 mg/L）（D.2.2）2 mL，置于 100 mL 容量瓶中，

稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 0.02 mg/L 的克百威标准溶液，待用。

C.3 0.1 μg/L 氯霉素标准溶液

C.3.1 试剂

C.3.1.1 氯霉素有证标准溶液（100 mg/L）：冷藏、避光、干燥条件下保存。

C.3.1.2 纯水：重蒸水或去离子水。

C.3.2 氯霉素标准中间液的配制

精密移取氯霉素有证标准溶液（100 mg/L）（C.3.1.1）0.1 mL，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 0.1 mg/L 的氯霉素标准中间液 A。

C.3.3 0.1 μg/L 氯霉素标准溶液的配制

精密移取氯霉素标准中间液（0.1 mg/L）（D.3.2）0.1 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 0.1 μg/L 的氯霉素标准溶液，待用。

附录 D

食品快速综合分析仪校准原始记录（推荐）

送检单位				计量器具名称			
型号规格				出厂编号			
制造厂商				记录编号			
校准地点				温度		湿度	
校准依据				校准员		核验员	
本次校准所使用的主要计量器具							
名称	编号	测量范围	型号规格	不确定度或准确度等级或最大允许误差	证书编号	有效期	溯源机构
校准项目							
透射比示值误差和重复性							
标准值	通道	透射比实测值			平均值	误差	重复性
		1	2	3			

食品快速综合分析仪校准原始记录 (续)

稳定性	通道	初始值	2min	4min	6min	8min	10min	稳定性	
通道间 差异	通道	吸光度	通道	吸光度	通道	吸光度	通道	吸光度	
	$\Delta A = A_{\max} - A_{\min}$								
灵敏度	标物名称	浓度 mg/L	标准溶液吸光度			空白溶液吸光度			抑制率
			1	2	3	1	2	3	
	标物名称	浓度 mg/L	检测孔		T		C		T/C
透射比示值校准的扩展不确定度:									
灵敏度校准的扩展不确定度:									

附录 E

校准证书内页格式(推荐)

校准结果

- 1、透射比示值误差;
- 2、透射比示值重复性;
- 3、稳定性;
- 4、通道间差异;
- 5、灵敏度;

透射比示值校准的扩展不确定度:

灵敏度校准的扩展不确定度:
