



黑 龙 江 省 地 方 计 量 技 术 规 范

JJF（黑）07-2013

黄曲霉毒素测定仪

Flavacol Cryoscope Instruments

2013-07-08 发布

2013-07-08 实施

黑 龙 江 省 质 量 技 术 监 督 局 发 布

黄曲霉毒素测定仪校准规范

Calibration Specification of Flavacol
Cryoscope Instruments

JJF（黑）07—2013

归口单位：黑龙江省质量技术监督局

主要起草单位：黑龙江省计量检定测试院

黑龙江省粮油卫生检验监测站

绥化市妇幼保健院

本规范委托黑龙江省计量检定测试院负责解释

本规范主要起草人：

丁海铭（黑龙江省计量检定测试院）

张金龙（黑龙江省粮油卫生检验监测站）

丁海月（绥化市妇幼保健院）

于亚洲（黑龙江省计量检定测试院）

参加起草人：

王 洋（黑龙江省计量检定测试院）

迟彧靓（黑龙江省计量检定测试院）

目 录

引 言	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量特性.....	(1)
4.1 仪器的噪声.....	(1)
4.2 波长示值误差.....	(1)
4.3 透射比示值误差.....	(1)
4.4 吸光度示值误差.....	(1)
5 校准条件.....	(2)
5.1 校准环境条件.....	(2)
5.2 校准用设备.....	(2)
6 校准项目和校准方法.....	(2)
6.1 仪器的噪声.....	(2)
6.2 仪器的波长示值误差.....	(2)
6.3 仪器的透射比示值误差.....	(2)
6.4 仪器的吸光度示值误差.....	(3)
7 校准结果表达.....	(3)
8 复校时间间隔.....	(4)
附录 A 黄曲霉毒素测定仪校准记录格式 (供参考)	(5)
附录 B 校准证书 (内页) 格式 (供参考)	(6)
附录 C 黄曲霉毒素测定仪测量不确定度评定	(7)

引 言

本规范是依据 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》、JJF 1059. 1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF 1094-2002《测量仪器特性评定》，并参照《中华人民共和国药典（2010 年版）》的规定而制定的。

本规范是首次制定。

黄曲霉毒素测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于测定黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂等的含量的黄曲霉毒素测定仪的校准。

2 引用文件

《中华人民共和国药典（2010版）》一部附录IV V《黄曲霉毒素测定法》

GB/T 12519-2010 分析仪器通用技术条件

使用本规范时，应注意使用上述引用文件的现行有效版本。

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

黄曲霉毒素测定仪具有快速、检测成本低等特点，是一种快速、准确定性和定量分析的仪器，在粮食、食品、饲料、油脂、乳制品、药物、饮料、酒类等行业及质量监督等领域得到了广泛应用。黄曲霉毒素测定仪采用固相酶联免疫吸附ELISA原理，通过黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂等的含量，抗体与酶标抗原，待测抗原的免疫反应以及酶的催化显色反应相结合来测定黄曲霉毒素AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂、AFM₂、AFM₂等。在特定波长滤光片的作用下，产生对光的吸收反应，达到灵敏、正确、快速、安全地检测AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂、AFM₁、AFM₂等黄曲霉毒素的效果。黄曲霉毒素测定仪通常分为定波长型和波长可调型两种。黄曲霉毒素测定仪通常由光源系统、单色器系统、样品室、检测器等部分组成。

4 计量特性

4.1 仪器的噪声

仪器的噪声在±1.5%以内。

4.2 波长示值误差

波长示值误差不大于5.0nm。

4.3 透射比示值误差

透射比示值误差在±2.5%以内。

4.4 吸光度示值误差

吸光度示值误差在 ± 0.05 以内。

5 校准条件

5.1 校准环境条件

5.1.1 环境温度(10~30)℃。

5.1.2 环境湿度 $\leq 85\%RH$ 。

5.1.3 电源电压:(220 \pm 22)V, 频率(50 \pm 1)Hz。

5.2 校准用设备

5.2.1 高准确度波长测量装置的测量范围为:(200~1000)nm, 波长误差MPEV=1.0nm; 对于仪器给定的波长示值误差小于3nm的, 推荐使用食品安全速测设备光谱标定仪, 光谱范围为(200~1100)nm; 测量参数: 半峰宽 $> 0.5nm$, 波长误差MPEV=0.3nm。

5.2.2 可见光区透射比标准滤光片, 标称值分别为10%, 20%, 30%; $U_{rel}=0.5\%$, $k=2$ 。

5.2.3 可见光区吸光度滤光片, 标称值分别为0.5, 1.0; $U=0.010$, $k=2$ 。

6 校准项目和校准方法

6.1 仪器的噪声

选取450nm作为测量波长, 光度测量方式为透射比(或吸光度), 将仪器的透射比调至100%(或吸光度调至0), 观察3min, 仪器示值的最大值与最小值之差, 即为仪器透射比100%(或吸光度为0)的噪声。在样品光路中插入挡光板后调整仪器透射比为0%, 观察3min, 则仪器示值的最大值与最小值之差, 即为仪器透射比为0%的噪声。

6.2 仪器的波长示值误差

6.2.1 选取黄曲霉毒素测定仪的分析测定波长, 用高准确度波长测量装置截取入射光, 并测量出该入射光的中心波长。连续测量3次, 取3次测量的平均值作为测量值。

6.2.2 波长示值误差按式(1)计算。

$$\Delta\lambda = \lambda - \bar{\lambda} \quad (1)$$

式中: λ ——仪器的常用波长标称值, nm

$\bar{\lambda}$ ——波长测量平均值, nm。

6.3 仪器的透射比示值误差

用透射比标称值10%、20%、30%三个光谱中性滤光片, 以空气为参比, 每个连续测量3次(每次测量前对0%及100%进行校正), 透射比示值误差按式(2)计算:

$$\Delta_{\tau} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i - \tau_s \quad (2)$$

式中： τ_i ——每一滤光片第 i 次透射比测量值；

τ_s ——每一滤光片透射比标准值。

6.4 仪器的吸光度示值误差

用吸光度标称值分别 0.5 和 1.0 两个光谱中性滤光片对仪器进行测量，以空气为参比，连续测量 3 次，吸光度示值误差按式 (3) 计算：

$$\Delta_A = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 A_i - A_s \quad (3)$$

式中： A_i ——每一滤光片第 i 次吸光度测量值；

A_s ——每一滤光片吸光度标准值。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- 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) 送校单位的名称和地址；
- 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受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称和代号；
- j) 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) 校准结果及测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明；
- n) 校准证书或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, 不得部分复制校准证书或校准报告的声明。

8 复校时间间隔

按照校准数据出具校准证书, 由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 因此, 送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔, 一般校准时间间隔为 1 年。

附录 A

黄曲霉毒素测定仪校准记录格式 (供参考)

记录 (证书) 编号

第 1 页共 1 页

委托单位				地址				
被校准 计量器具		名称				型号 规格		
		制造 厂			出厂 编号		状况	
使用的主要 计量标准器具		名称/型号规格			准确度等级/编号		检定证书号	
校准		依据				结果不 确定度		
		结论及限制 使用情况				环境 条件	℃ %RH	
委托日期				校准日期				
1 噪声								
2 仪器的波长示值误差								
λ		λ			$\bar{\lambda}$			
		1	2	3				
3 仪器的透射比示值误差 (%)								
波长 (nm)	滤光片	4				$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i$	Δ_{τ}	备注
			1	2	3			
	1							
	2							
	3							
4 仪器的吸光度示值误差								
波长 (nm)	滤光片	4				$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 A_i$	Δ_A	备注
			1	2	3			
	1							
	2							

核验员:

校准员:

附录 B

校准证书（内页）格式（供参考）

噪声			
仪器的波长示值误差			
仪器的透射比示值误差 波长 (nm)	透射比标准值 (%)	测量值 (%)	误差 (%)
仪器的吸光度示值误差 波长 (nm)	吸光度标准值 (A)	测量值 (A)	误差 (A)
校准结果的不确定度			

注：1. 本证书的校准结果仅对所校计量器具有效。
 2. 本次校准所使用计量标准的量值可溯源至国家基准。
 3. 部分复印此证书无效。下次校准请带此证书或复印件。

附录 C

黄曲霉毒素测定仪测量不确定度评定

C1、黄曲霉毒素测定仪波长示值误差的不确定度

C1.1 测量方法

C1.1.1 测量依据：《黄曲霉毒素测定仪地方校准规范》。

C1.1.2 环境条件：温度室温（10～30）℃，相对湿度≤85%。

C1.1.3 测量标准：高准确度波长测量装置，测量范围（200～1000）nm，波长误差 MPEV=1.0nm；对于仪器给定的波长示值误差小于 3nm 的，推荐使用食品安全速测设备光谱标测定仪，光谱范围（200～1100）nm；测量参数：半峰宽 0.5nm，波长误差 MPEV=0.3nm。

C1.1.4 被测对象：黄曲霉毒素测定仪。

C1.1.5 测量方法：在仪器正常使用条件下，用高准确度波长测量装置截取入射光，并测量出该入射光的中心波长。连续测量 3 次，取 3 次测量的平均值作为测量值。

C1.2 数学模型

$$\Delta\lambda = \lambda - \bar{\lambda}$$

式中： λ —仪器的常用波长标称值，nm；

$\bar{\lambda}$ —波长测量平均值，nm。

C1.3 方差和灵敏度系数

由数学模型可得：

$$u_c^2(\Delta\lambda) = \left[\frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \lambda} \cdot u(\lambda) \right]^2 + \left[\frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \bar{\lambda}} \cdot u(\bar{\lambda}) \right]^2 = [c_1 u(\lambda)]^2 + [c_2 u(\bar{\lambda})]^2$$

灵敏度系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \lambda} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \bar{\lambda}} = -1$$

C1.4 标准不确定度一览表

标准不确定度分量 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度 $u(x_i)$	$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$	$ c_i u(x_i)$
$u_1(\bar{\lambda})$	食品安全速测设备光谱标测定仪测量不重复	0.10nm	1	0.10nm

$u_2(\bar{\lambda})$	食品安全速测设备光谱 标定仪定值不确定	0.15nm	-1	0.15nm
----------------------	------------------------	--------	----	--------

C1.5 标准不确定度分量的计算

C1.5.1 输入量 $\bar{\lambda}$ 的 A 类标准不确定度 $u_1(\bar{\lambda})$ 评定

输入量 $\bar{\lambda}$ 的不确定度来源主要是食品安全速测设备光谱标定仪的测量不重复性, 可以通过连续测量得到测量列, 用 A 类方法评定。使用食品安全速测设备光谱标定仪对一台黄曲霉毒素测定仪连续测量 10 次, 得到一组波长测量列, 其测量结果为 450.74、450.40、450.41、450.74、450.74、450.41、450.41、450.74、450.73、450.40 (nm)。

得平均值为:

$$\bar{\lambda} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \lambda_i = 450.572\text{nm} = 450.572\text{nm}$$

单次实验标准差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (\lambda_i - \bar{\lambda})^2}{n-1}} = 0.175\text{nm}$$

实际测量情况, 在重复性条件下连续测量 3 次, 以 3 次测量算术平均值为测量结果, 则可得到:

$$u_1(\bar{\lambda}) = \frac{s}{\sqrt{3}} = \frac{0.175}{\sqrt{3}} = 0.10\text{nm}$$

C1.5.2 输入量 $\bar{\lambda}$ 的 B 类标准不确定度 $u_2(\bar{\lambda})$ 的评定

输入量 $\bar{\lambda}$ 的 B 类不确定度主要来源于食品安全速测设备光谱标定仪的定值不确定度。由仪器研制报告的技术说明书, 其扩展不确定度为 $U = 0.30\text{nm}$, $k=2$ 。

则标准不确定度 $u_2(\bar{\lambda}) = 0.30/2 = 0.15\text{nm}$ 。

C1.6 合成标准不确定度

输入量 $\bar{\lambda}$ 与 λ_s 彼此独立不相关, 所以合成标准不确定度可按式得到:

$$u_c^2(\Delta\lambda) = \left[\frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \bar{\lambda}} \cdot u(\bar{\lambda})\right]^2 + \left[\frac{\partial \Delta\lambda}{\partial \lambda_s} \cdot u(\lambda_s)\right]^2 = [c_1 u(\bar{\lambda})]^2 + [c_2 u(\lambda_s)]^2$$

$$u_c(\Delta\lambda) = \sqrt{0.10^2 + 0.15^2} = 0.18\text{nm}$$

C1.7 扩展不确定度

取 $k=2$, 扩展不确定度为

$$U = k \cdot u_c(\Delta\lambda) = 2 \times 0.18 = 0.36 \text{ nm}$$

C1.8 测量不确定度报告

黄曲霉毒素测定仪的波长误差测量结果的扩展不确定度为：

$$U=0.36 \text{ nm} \quad k=2$$

C2 黄曲霉毒素测定仪透射比示值误差的不确定度

C2.1 测量方法

C2.1.1 测量依据：《黄曲霉毒素测定仪地方校准规范》。

C2.1.2 环境条件：温度室温（10~30）℃，相对湿度≤85%。

C2.1.3 测量标准：可见光区透射比标准滤光片。

C2.1.4 被测对象：黄曲霉毒素测定仪。

C2.1.5 测量方法：仪器进入正常工作状态后，将黄曲霉毒素测定仪置于透射比测量档，并安装对应波长的干涉滤光片，在指定波下测量其仪器透射比。将标称值 10%、20%、30% 三片可见光区透射比标准滤光片分别进行测量，重复测量三次，取其平均值。

C2.2 数学模型

C2.2.1 建立数学模型：

$$\Delta\tau = \bar{\tau} - \tau_s \quad (2-1)$$

式中： $\Delta\tau$ ——可见分光光度计透射比误差；

$\bar{\tau}$ ——可见分光光度计透射比示值的算术平均值；

τ_s ——可见光区透射比标准滤光片实际值。

C2.2.2 灵敏系数

灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\tau}{\partial \bar{\tau}} = 1 \quad (2-2)$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta\tau}{\partial \tau_s} = -1 \quad (2-3)$$

C2.3 输入量的标准不确定度评定

C2.3.1 可见光区透射比标准滤光片引起的测量不确定度。以标称值 30%透射比标准滤光片为例，透射比标准滤光片校准证书给出透射比定值的相对不确定度为 0.5%，在不确

定度可能最大的情况下。

$$u(\tau_s) = \frac{a}{k} \times 30\% = \frac{0.5\%}{2} \times 30\% = 0.08\% \quad (2-4)$$

C2.3.2 黄曲霉毒素测定仪重复性引起的测量不确定度

以一台黄曲霉毒素测定仪以标称值 30%透射比标准滤光片为例, 波长在 450nm 处进行测量为例, 进行 10 次测量, 透射比测量结果为: 30.1%、30.2%、30.2%、30.2%、30.0%、29.9%、30.2%、30.1%、30.2%、30.2%。

$$s(\tau) = \sqrt{\frac{\sum (\tau_i - \bar{\tau})^2}{n-1}} = 0.10\% \quad (2-5)$$

$$u(\bar{\tau}) = 0.10\%$$

C2.4 标准不确定度分量的评定

标准不确定度分量列表如下

标准不确定度分量

标准不确定度分量 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度	c_i	$ c_i u(x_i)$
$u(\bar{\tau})$	黄曲霉毒素测定仪测量重复性引起的不确定度	0.08%	1	0.10%
$u(\tau_s)$	透射比标准滤光片定值不确定度	0.25%	-1	0.08%

C2.5 合成标准不确定度的评定

各标准不确定度分量彼此不相关, 则合成标准不确定度为:

$$u_c(\Delta\tau) = \sqrt{\sum u_i^2} = 0.13\% \quad (2-6)$$

C2.6 扩展不确定度的评定

取置信概率 $p=95\%$, 取 $k=2$ 扩展不确定度为: $U=0.3\%$

C2.7 测量不确定度报告 $U=0.3\%$, $k=2$

C3 黄曲霉毒素测定仪吸光度示值误差的不确定度

C3.1 测量方法

C3.1.1 测量依据: 《黄曲霉毒素测定仪地方校准规范》。

C3.1.2 环境条件: 温度室温 (10~30) °C, 相对湿度 ≤85%。

C3.1.3 测量标准: 可见光区吸光度滤光片

C3.1.4 被测对象: 黄曲霉毒素测定仪。

C3.1.5 测量方法: 仪器进入正常工作状态后, 将黄曲霉毒素测定仪置于吸光度测量档, 并安装对应波长的干涉滤光片, 在指定波长下测量其仪器吸光度。将吸光度标称值 0.5、1.0 两片光谱中性滤光片分别进行测量, 重复测量三次, 取其平均值。

C3.2 数学模型

C3.2.1 建立数学模型:

$$\Delta A = A_i - A_s \quad (3-1)$$

式中 A_i —— 仪器吸光度示值;

A_s —— 吸光度标准值。

C3.2.2 灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta A}{\partial A_i} = 1 \quad (3-2)$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta A}{\partial A_s} = -1 \quad (3-3)$$

C3.3 输入量的标准不确定度评定

C3.3.1 可见光区吸光度滤光片标准物质 (光谱中性滤光片) 引起的测量不确定度。校准证书给出吸光度的不确定度为 $U(A_s) = 0.01$ 且包含因子为 $k=2$ 。

$$u_1 = \frac{U(A_s)}{2} = \frac{0.010}{2} = 0.005 \quad (3-4)$$

C3.3.2 重复性引起的测量不确定度

选一台黄曲霉毒素测定仪, 在波长 450nm 处, 进行 10 次测量, 测量结果为: 0.471、0.472、0.472、0.471、0.472、0.472、0.471、0.472、0.471、0.470。

$$s(A) = \sqrt{\frac{\sum (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} = 0.0007 \quad (3-5)$$

$$u_2 = 0.0007$$

C3.4 标准不确定度分量的评定

标准不确定度分量列表如下

标准不确定度分量

标准不确定度分量 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度	c_i	$ c_i u(x_i)$
-------------------	--------	--------	-------	----------------

$u(\bar{A})$	黄曲霉毒素测定仪测量重复性引起的不确定度	0.0007	1	0.0007
$u(A_s)$	检定用标准物质定值不确定度	0.005	-1	0.005

C3.5 合成标准不确定度评定

$$u_c(\Delta A) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.005A \quad (3-6)$$

C3.6 扩展不确定度的评定

取 $k=2$ 扩展不确定度为: $U=0.012$

C3.7 测量不确定度报告 $U=0.012$, $k=2$

