

黑龙江省地方计量技术规范

JJF (黑) XX—2025

酶抑制率法和胶体金免疫层析法 食品检测仪校准规范

Calibration Specification for enzyme inhibition rate method and
colloidal gold immunochromatography food tester

(审定稿)

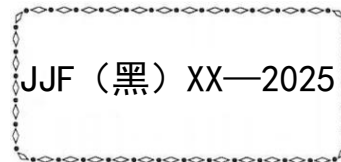
2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

黑龙江省市场监督管理局 发布

酶抑制率法和胶体金免疫层析 法食品检测仪校准规范

Calibration Specification for enzyme
inhibition rate method and colloidal gold
immunochromatography food tester



归 口 单 位：黑龙江省市场监督管理局

主要起草单位：鸡西市检验检测中心

本规范委托鸡西市检验检测中心负责解释

本规范主要起草人：

唐 辰（鸡西市检验检测中心）
姜 毅（鸡西市检验检测中心）
邹亮亮（鸡西市检验检测中心）
杨 光（鸡西市检验检测中心）
刘金玲（哈尔滨市计量检定测试院）
宋 阳（鸡西市检验检测中心）

参加起草人：

马云鹏（鸡西市检验检测中心）
孙 梦（鸡西市检验检测中心）
张宏宇（鸡西市检验检测中心）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(2)
4.1 示值误差	(1)
4.2 重复性	(2)
4.3 通道间差异	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 测量标准及其他设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 示值误差	(2)
6.2 重复性	(3)
6.3 通道间差异	(4)
7 校准结果表达	(4)
7.1 校准记录	(4)
7.2 校准结果的处理	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 酶抑制法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准原始记录格式 (推荐性)	(6)
附录 B 酶抑制法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准证书内页格式 (推荐性)	(8)
附录 C 标准溶液的配制	(9)
附录 D 透射比示值误差的不确定度评定示例	(10)

引 言

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》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范参考了 JJG 178—2007 《紫外、可见分光光度计检定规程》、JJF 1729—2018 《农药残留检测仪校准规范》、GB/T 603—2023 《化学试剂实验方法中所用制剂及制品的制备》、JB/T 12967—2016 《有机磷和氨基甲酸酯农药残留快速检测仪》、DB 22/T 1617—2012 《饲料中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫和隐色结晶紫的测定液相色谱-质谱/质谱法》中相关条款进行编写。

本规范为首次发布。

酶抑制率法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于采用酶抑制率法及胶体金免疫层析法食品检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计检定规程

JJF 1729—2018 农药残留检测仪校准规范

GB/T 603—2023 化学试剂实验方法中所用制剂及制品的制备

JB/T 12967—2016 有机磷和氨基甲酸酯农药残留快速检测仪

DB 22/T 1617—2012 饲料中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫和隐色结晶紫的测定
液相色谱-质谱/质谱法

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

酶抑制率法和胶体金免疫层析法食品检测仪（以下简称检测仪）是一种采用酶抑制率法和胶体金免疫层析法技术，实现对不同类别农药快速检测的仪器。一般由光源、光路（含滤光片）、显色器、吸收池、检测器和数据处理系统组成。

酶抑制率法是利用样品中农药对乙酰胆碱酯酶活性的抑制作用，影响显色反应的速度来测量农药残毒（酶抑制率）大小。

胶体金免疫层析法原理是根据免疫分析法中的检测试纸条测试线（T线）位置与控制线（C线）位置的光电信号值，得到该位置光谱峰值面积，通过计算两者比值对物质进行定性鉴别或者定量分析。

4 计量特性

4.1 示值误差

酶抑制率法透射比示值误差：

最大允许误差不超过 $\pm 2.0\%$ 。

胶体金免疫层析法示值误差：

示值误差不超过 $\pm 15\%$ 。

4.2 重复性

酶抑制率法重复性： $\leq 0.5\%$ 。

胶体金免疫层析法重复性： $\leq 10\%$ 。

4.3 通道间差异

吸光度示值差异 ≤ 0.05 。

注：以上指标不用于合格性判别，仅作参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度： $(15\sim 35)^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

5.1.3 电源电压： $(220\pm 22)\text{V}$ ；频率： $(50\pm 0.5)\text{Hz}$ 。

5.1.4 检测仪不应受阳光直射，室内有良好的防尘措施，周围无强磁场、电场干扰，无强气流及腐蚀性气体。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备计量特性见表 1。

表 1 测量标准及其他设备

序号	仪器设备名称	技术指标
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 % ($k=2$)
2	氯霉素国家有证标准物质	相对扩展不确定度不大于 3 % ($k=2$)
3	孔雀石绿国家有证标准物质	相对扩展不确定度不大于 3 % ($k=2$)
4	移液器	测量范围 (10~1000) μL , A 级
5	容量瓶	100mL, A 级

6 校准项目和校准方法

6.1 示值误差

6.1.1 酶抑制率法

检测仪工作特征波长下，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 次测量的算术平均值，%；

T_s ——每块透射比滤光片的标称值，%。

6.1.2 胶体金免疫层析法

检测仪工作特征波长下，配制 2 $\mu\text{g/L}$ 孔雀石绿标准溶液（配制方法见附录 C）放入胶体金免疫层析法通道中，重复测量 3 次，取 3 次测量结果的平均值，按式（2）计算相对示值误差。

$$B = \frac{M - T}{T} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

B ——相对示值误差，%；

M ——3 次测量的算术平均值， $\mu\text{g/L}$ ；

T ——标准溶液的标准值， $\mu\text{g/L}$ 。

6.2 重复性

6.2.1 酶抑制率法

检测仪工作特征波长下，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（3）计算每块滤光片透射比重复性：

$$\delta_T = T_{\max} - T_{\min} \quad (3)$$

式中：

δ_T ——重复性，%；

$T_{\max}$ ——每块透射比滤光片 3 次测量的最大值，%；

$T_{\min}$ ——每块透射比滤光片 3 次测量的最小值，%。

注：对仅有吸光度显示的检测仪，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。

6.2.2 胶体金免疫层析法

分别配制 0.1 μg/L 氯霉素和 2 μg/L 孔雀石绿标准溶液（配制方法见附录 C），重复测量 6 次，根据公式（4）计算相对标准偏差 RSD 作为重复性：

$$RSD = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

RSD——相对标准偏差；

x_i ——检测仪的测量值；

$\bar{x}$ ——测量平均值；

n ——测量次数， $n=6$ 。

6.3 通道间差异

在酶抑制率法中，将 10 %中性滤光片放入样品室每个通道中，测量中性滤光片吸光度。按式（5）计算全部通道中最大值与最小值之差。

$$\Delta A = A_{\max} - A_{\min} \quad (5)$$

式中：

ΔA ——通道间吸光度差异，A；

$A_{\max}$ ——全部通道内测得的吸光度的最大值，A；

$A_{\min}$ ——全部通道内测得的吸光度的最小值，A。

7 校准结果表达

7.1 校准记录

校准记录推荐格式参见附录 A。

7.2 校准结果的处理

校准证书由封面和校准数据组成。校准证书内页推荐格式参见附录 B。证书上的信息至少包括以下内容：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（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;
- 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, 不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

复校时间间隔建议为 12 个月。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的, 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。

附录 A

酶抑制率法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准原始记录格式（推荐性）

委托单位		记录编号	
仪器名称		温 度	
型号规格		相对湿度	
出厂编号		校准依据	
制 造 厂		校准地点	
校准人员		校准日期	
核验人员		备 注	

校准使用的计量标准器具

标准器名称	型号/规格	测量范围	不确定度/ 准确度等级/ 最大允许误差	证书编号及 有效期

校准结果

A.1 示值误差							
A.1.1 酶抑制率法示值误差及重复性							
标准值	通道	透射比实测值			平均值	示值误差	重复性
		1	2	3			

酶抑制率法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准原始记录格式 (续)

A.1.2 胶体金免疫层析法示值误差								
标准值	实测值						平均值	相对示值 误差
	1	2	3					
A.2 重复性								
A.2.1 胶体金免疫层析法重复性								
浓度 μg/L	测量值						平均值	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
0.1								
2								
A.3 通道间差异 (适用于酶抑制率法)								
通道	吸光度	通道	吸光度	通道	吸光度	通道	吸光度	
$\Delta A = A_{\max} - A_{\min}$								
透射比示值校准的扩展不确定度:								

附录 B

酶抑制率法和胶体金免疫层析法食品检测仪校准证书内页格式（推荐性）

校准项目		校准结果
示值误差	酶抑制率法	
	胶体金免疫层析法	
重复性	酶抑制率法	
	胶体金免疫层析法	
通道间差异		
透射比示值校准的扩展不确定度		

附录 C

标准溶液的配制

C.1 0.1 $\mu\text{g/L}$ 氯霉素标准溶液

C.1.1 试剂

C.1.1.1 氯霉素溶液有证标准溶液 (100 mg/L)：冷藏、避光、干燥条件下保存。

C.1.1.2 纯水：满足 GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》中实验室一级用水要求。

C.1.2 氯霉素标准中间液的配制

移取氯霉素有证标准溶液 (100 mg/L) 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。

C.1.3 0.1 $\mu\text{g/L}$ 氯霉素标准溶液的配制

移取氯霉素标准中间液 (0.1 mg/L) 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 $\mu\text{g/L}$ 的氯霉素标准溶液，待用。

C.2 0.2 $\mu\text{g/L}$ 孔雀石绿标准溶液

C.2.1 试剂

C.2.1.1 孔雀石绿有证标准溶液 (100 mg/L)：冷藏、避光、干燥条件下保存。

C.2.1.2 乙腈-0.1%甲酸溶液：量取 80 mL 乙腈与 20 mL 的 0.1%甲酸溶液，混匀。

C.2.2 孔雀石绿标准中间液的配制

移取孔雀石绿有证标准溶液 (100 mg/L) 1.0 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 的孔雀石绿标准中间液。

C.2.3 2 $\mu\text{g/L}$ 孔雀石绿标准溶液的配制

移取孔雀石绿标准中间液 (0.1 mg/L) 0.2 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 2 $\mu\text{g/L}$ 的孔雀石绿标准溶液，待用。

附录 D

透射比示值误差的不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 被校仪器：检测仪。

D.1.2 测量标准：透射比标称值约为 30% 的中性滤光片。

D.1.3 环境条件：环境温度：21.4℃，相对湿度：30%。

D.1.4 测量方法：依据本规范规定进行校准。

D.2 测量模型

D.2.1 透射比示值误差根据式 (D.1) 计算：

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

式中：

ΔT ——透射比示值误差，%；

$\bar{T}_i$ ——每块透射比滤光片 3 次测量的算术平均值，%；

T_s ——每块透射比滤光片的标称值，%。

D.2.2 不确定度传播律和灵敏系数

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

$$\text{灵敏度系数：} c_1 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(\bar{T}_i)} = 1,$$

$$c_2 = \frac{\partial(\Delta T)}{\partial(T_s)} = -1$$

各输入量互相彼此不相关，因此：

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

D.3 标准不确定度分量评定

D.3.1 中性透射比滤光片引入的标准不确定度分量 $u(T_s)$

从滤光片的校准证书得到相对扩展不确定度为： $U_{\text{rel}} = 0.5\%(k=2)$ 。则：

$$u(T_s) = 30\% \times \frac{0.5\%}{2} = 0.075\%$$

D.3.2 被校检测仪引入的标准不确定度分量 $u(\bar{T}_i)$

D.3.2.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1

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,测量数据为:30.6%,30.6%,30.8%,则极差为0.2%时,则实验室标准偏差 s 为:

$$s = \frac{0.2\%}{1.69} = 0.12\%$$

因此,由测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1 为:

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.07\%$$

测量过程中环境条件的变化、人员操作引入的不确定度可以认为体现在测量的重复性中。

D.3.2.2 分辨力引入的标准不确定度分量 u_2

检测仪显示分辨力为0.1%,区间半宽为0.05%,在区间内可以认为服从均匀分布,取包含因子 $k = \sqrt{3}$,则:

$$u_2 = \frac{0.05\%}{\sqrt{3}} = 0.029\%$$

由于重复性引入的标准不确定度 u_1 大于分辨力引入的标准不确定度 u_2 ,故在计算合成标准不确定度时不需考虑分辨力引入的标准不确定度 u_2 ,则:

$$u(\overline{T_i}) = u_1 = 0.07\%$$

D.4 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表D.1。

表D.1 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源		标准不确定度分量/%
$u(T_s)$	标准器不确定度		0.075
$u(\overline{T_i})$	u_1	测量重复性	0.07
	u_2	分辨力	0.029

D.5 合成标准不确定度

由于 $u(T_s)$ 、 $u(\overline{T_i})$ 相互独立不相关,则合成标准不确定度 u_c 按下式计算:

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{u^2(\overline{T_i}) + u^2(T_s)} = 0.10\%$$

D.6 扩展不确定度

取包含因子 $k = 2$ ，透射比示值误差的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 0.2 \%$$

JJF (黑) XX—2025