



吉林省地方计量技术规范

JJF (吉) 10-2007

黄曲霉毒素测定仪校准规范

Calibration Specification of Aflatoxin Tester

2007-08-10发布

2007-09-10实施

吉林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 Aflatoxin

Tester

JJF(吉)10-2007

本规范经吉林省质量技术监督局 2007 年 08 月 10 日批准，并自 2007 年 09 月 10 日起施行。

归口单位：吉林省质量技术监督局

起草单位：吉林省计量科学研究院

本规程由吉林省质量技术监督局负责解释

本规程主要起草人：

屈媛玉（吉林省计量科学研究院）

韩晓飞（吉林省计量科学研究院）

孙 航（吉林省计量科学研究院）

李 研（吉林省计量科学研究院）

参加起草人：

王宏伟（吉林省计量科学研究院）

安卫东（吉林省计量科学研究院）

周振宇（吉林省计量科学研究院）

初立新（吉林省计量科学研究院）

目 录

1 范围.....	(1)
2 概述.....	(1)
3 引用文献.....	(1)
4 计量性能.....	(2)
5 校准条件.....	(2)
6 校准项目.....	(2)
7 校准方法.....	(4)
8 校准结果的处理.....	(5)
附录 A 校准记录.....	(7)
附录 B 校准证书内页格式.....	(8)
附录 C 测量结果不确定度评定.....	(8)

黄曲霉毒素测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于黄曲霉毒素测定仪的校准。

2 概述

黄曲霉毒素测定仪主要用于粮食、食品、油脂及饮料中的黄曲霉毒素 B₁ 的检测。是采用固相酶联免疫吸附 ELISA 原理, 通过黄曲霉毒素 B₁ 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。仪器主要组成部分为光源系统、单色器系统、样品室、检测器。

3 引用文献

JJG178-1996 《可见分光光度计》

JJG861-1994 《酶标分析仪》

JJF1001-1998 《通用计量术语及定义》

JJF1071-2001 《国家计量校准规范编写规则》

JJF1094-2002 《测量仪器特性评定》

使用本规范时, 应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

4 计量性能

4.1 稳定度

4.1.1 仪器零点稳定度。

4.1.2 仪器光电流稳定度。

4.1.3 仪器吸光度稳定度。

4.2 峰值波长、半宽度及最大透射比(仪器所附干涉滤光片)。

4.3 仪器的透射比准确度。

4.4 仪器的吸光度准确度。

4.5 仪器的线性误差。

表1 计量性能要求

稳定度			峰值波长 与标称值 偏差 (nm)	波长 半宽度 (nm)	峰值 透射比	透射比 准确度 (%)	吸光度 准确度 (A)	线性误 差 (%)
零点 (%)	光电流 (%)	吸光度 (A)						
±0.5	±1.5	0.01	≤5.0	≤15	≥30	±2.5	±0.05	±5.0

5 校准条件

5.1 校准环境条件

5.1.1 环境温度 (10~30) °C。

5.1.2 环境湿度 ≤85%RH。

5.1.3 电源电压 (220±22) V, 频率 (50±1) Hz。

5.2 校准用设备

5.2.1 酶标分析仪检定用滤光片标准物质。

5.2.2 可见光区透射比标准滤光片 (光谱中性滤光片)。

5.2.3 紫外可见分光光度计 (波长准确度优于 ±0.5nm)。

6 校准项目

6.1 仪器稳定度。

6.2 峰值波长值、半宽度及最大透射比 (仪器所附滤光片)。

6.3 仪器的透射比准确度。

6.4 仪器的吸光度准确度。

6.5 仪器的线性误差。

7 校准方法

7.1 仪器稳定度

7.1.1 仪器安装波长为 450nm 干涉滤光片, 检测器不受光的条件下, 用零点调节器调至透射比零点, 观察 3min, 读取透射比示值的最大漂移量, 即为零点稳定度。

7.1.2 仪器安装波长为 450nm 干涉滤光片, 检测器受光的条件下, 将透射比调至 100%, 观察 3min, 读取透射比示值的最大漂移量, 即为光电流稳定度。

7.1.3 仪器安装波长为 450nm 干涉滤光片, 吸光度值在 10min 内因漂移引起的变化量,

即为吸光度稳定度。

7.2 峰值波长示值、半宽度及峰值透射比

用波长准确度优于 $\pm 0.5\text{nm}$ 的紫外可见分光光度计校准仪器所附的干涉滤光片的峰值波长、半宽度及最大透射比。峰值波长可以在紫外可见分光光度计上直接读数 λ 。

干涉滤光片半宽度按下式计算

$$\lambda_w = \lambda_2 - \lambda_1 \quad (1)$$

λ_w ——干涉滤光片半宽度；

λ_1, λ_2 ——透射比为 $1/2T_M$ 时对应的波长。

最大透射比在紫外可见分光光度计上直接读数。

7.3 透射比准确度

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（每次测量前对零点及100%进行校正），透射比准确度按下式计算：

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

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。

7.4 吸光度准确度

用吸光度标称值分别0.5A和1.0A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，吸光度准确度按下式计算：

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

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。

7.5 线性误差

在波长450nm条件下，分别用标称值为0.5A和1.0A两块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,分别记录仪器示值,并计算平均值,且将其平均值为 \bar{A}_1 和 \bar{A}_2 ;再将标称值为0.5A和1.0A两块光谱中性滤光片叠加后,连续测量3次,记录仪器示值,并计算平均值为 $\bar{A}_{1,2}$ 。线性误差 a_A 按下式计算:

$$a_A = \frac{\bar{A}_1 + \bar{A}_2 - \bar{A}_{1,2}}{\bar{A}_1 + \bar{A}_2} \times 100\% \quad (4)$$

a_A ——线性误差;

式中 \bar{A}_1 ——标称值为0.5A光谱中性滤光片吸光度平均值;

\bar{A}_2 ——标称值为1.0A光谱中性滤光片吸光度平均值;

$\bar{A}_{1,2}$ ——标称值为0.5A和1.0A两个光谱中性滤光片叠加吸光度平均值。

8 校准结果的处理

复校时间间隔可根据实际使用情况自行决定,建议复校时间间隔最长不超过一年。复校时应附上次校准证书。

校准记录格式见附录A,校准证书内页格式见附录B。

附录 A

校准记录格式

第 页 共 页

记录(证书)编号

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				
使用的主要 计量标准 器具	名 称	规格型号	不确定度 /准确度等级 /最大允许误差		证书号			
技术依据								
测量结果				环境条件	温度: °C 湿度: %RH			
不确定度								
校准地点				校准日期				
1 稳定度	零点稳定度							
	光电流稳定度							
	吸光度稳定度							
2 峰值波长及透光特性								
λ (标称值)	λ (峰值波长)	λ (半宽度)	T (最大透射比)					
3 透射比示值 (%)								
波长 (nm)	光谱中性 滤光片	τ_s	τ_i			$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \tau_i$	$\Delta \tau$	备注
			1	2	3			
	1							
	2							
	3							
4 吸光度示值								
波 长 (nm)	滤光片	A_s	A_i			$\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 A_i$	ΔA	备注
			1	2	3			
	1							
	2							

记录(证书)编号

第 2 页 共 2 页

5 线性误差

$A \backslash n$	1	2	3	$A_{\text{平均}}$	α_A
A_1					
A_2					
$A_{1,2}$					

校 准:

核 验:

附录 B

校准证书内页格式

稳定度	零点稳定度			
	光电流稳定度			
	吸光度稳定度			
透射比 (%)	波长	透射比标准值 (%)	测量值 (%)	误差 (%)
吸光度 (A)	波长	吸光度标准值 (A)	测量值 (A)	误差 (A)
线性误差				

测量结果的不确定度:

附录 C

测量结果不确定度评定

一、干涉滤光片波长的测量不确定度

1 测量方法

1.1 测量依据：《黄曲霉素测定仪地方校准规范》。

1.2 环境条件：温度室温（10~30）℃，相对湿度≤85%RH。

1.3 测量标准：紫外可见分光光度计。

1.4 被测对象：干涉滤光片。

1.5 测量方法

紫外可见分光光度计自校准通过后，以空气做空白进行基线校正。然后选择测量条件，选择波长范围；以空气为参比，再将干涉滤光片放入比色池中，进行扫描，然后找出峰值波长。

2 数学模型

2.1 建立数学模型：

$$\lambda = \lambda_i \quad (1-1)$$

式中： λ ——干涉滤光片的波长；

λ_i ——紫外可见分光光度计对干涉滤光片进行扫描后找到的峰值波长。

2.2 灵敏系数

$$c = \frac{\partial \lambda}{\partial \lambda_i} = 1 \quad (1-2)$$

3 输入量的标准不确定度评定

3.1 干涉滤光片波长测量重复性引起的标准不确定度 u_1

将干涉滤光片放入紫外可见分光光度计中，进行 10 次测量，其标准不确定度属于 A 类不确定度。测量结果如下（单位为 nm）：450.7、450.8、450.9、450.7、450.7、450.8、450.9、450.8、450.7、450.7。

单次实验标准差为:

$$s(\lambda) = \sqrt{\frac{\sum (\lambda_i - \bar{\lambda})^2}{n-1}} = 0.08 \text{ nm} \quad (1-3)$$

所以 $u_1 = 0.08 \text{ nm}$

3.2 干涉滤光片不确定度的 B 类评定

3.2.1 由紫外可见分光光度计检定证书得到 $U=0.3 \text{ nm}$ $k=2$, 测量结果的相对扩展不确定度为:

$$u_2 = \frac{0.3}{2} = 0.15 \text{ nm} \quad (1-4)$$

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)$
$u(\bar{\lambda})$	波长测量重复性引起的不确定度	0.08nm	1	0.08nm
$u(\lambda_s)$	紫外可见分光光度计证书给定的不确定度	0.15nm	-1	0.15nm

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:

$$u_c(\lambda) = \sqrt{\sum u_i^2} = 0.2 \text{ nm} \quad (1-5)$$

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: $U=0.4 \text{ nm}$

7 测量不确定度报告 $U=0.4 \text{ nm}$, $k=2$

二、透射比示值误差的不确定度

1 测量方法

1.1 测量依据: 《黄曲霉毒素测定仪地方校准规范》。

- 1.2 环境条件：温度室温（10~30）℃，相对湿度≤85%。
- 1.3 测量标准：可见光区透射比标准滤光片（光谱中性滤光片）。
- 1.4 被测对象：黄曲霉毒素测定仪。
- 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。

2 数学模型

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。

2.2 灵敏系数

灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\tau}{\partial \bar{\tau}} = 1 \quad (2-2) \quad c_2 = \frac{\partial \Delta\tau}{\partial \tau_s} = -1 \quad (2-3)$$

3 输入量的标准不确定度评定

3.1 可见光区透射比标准滤光片引起的测量不确定度。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%， $k=2$ 。

$$u(\tau_s) = \frac{a}{k} = \frac{0.5\%}{2} = 0.25\% \quad (2-4)$$

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：34.8%、34.9%、34.8%、34.9%、34.7%、34.8%、34.9%、34.7%、34.8%、34.9%。

$$s(\tau) = \sqrt{\frac{\sum (\tau_i - \bar{\tau})^2}{n-1}} = 0.08\% \quad (2-5)$$

因校准时取三次测量值的平均值为测量结果

$$\text{所以, } u_2 = \frac{0.08\%}{\sqrt{3}} = 0.056\%$$

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	0.056%	1	0.08%
$u(\tau_s)$	透射比标准滤光片定值不确定度	0.25%	-1	0.25%

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：

$$u_c(\Delta\tau) = \sqrt{\sum u_i^2} = 0.26\% \quad (2-6)$$

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： $U=0.5\%$

7 测量不确定度报告 $U=0.5\%$ ， $k=2$

三、吸光度示值误差的不确定度

1 测量方法

1.1 测量依据：《黄曲霉毒素测定仪地方校准规范》。

1.2 环境条件：温度室温（10~30）℃，相对湿度≤85%。

1.3 测量标准：酶标分析仪检定用滤光片标准物质。

1.4 被测对象：黄曲霉毒素测定仪。

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，在指定波下测量其仪器吸光度。将标称值 0.5A、1.0A 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。

2 数学模型

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。

2.2 灵敏系数

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

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

3 输入量的标准不确定度评定

3.1 酶标分析仪检定用滤光片标准物质 (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 $U(A_s) = 0.01A$, 包含因子为 $k=2$ 。

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

3.2 酶标分析仪重复性引起的测量不确定度

选一台黄曲霉毒素测定仪, 在波长在 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、0.470A。

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

因校准取三次测量值的平均值为测量结果, 所以 $u_2 = \frac{s(A)}{\sqrt{3}} = \frac{0.00072}{1.73} = 0.0004A$

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	0.0007A	1	0.0004A
$u(A_s)$	酶标分析仪检定用标准物质定值不确定度	0.005A	-1	0.005A

5 合成标准不确定度评定

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

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: $U=0.01A$

7 测量不确定度报告 $U=0.01A$, $k=2$

中华人民共和国
吉林省地方计量技术规范
黄曲霉毒素测定仪校准规范
JJF (吉) 10-2007
吉林省质量技术监督局发布