

河北省地方计量技术规范

JJF (冀) 162—2019

食品添加剂快速检测仪

Calibration Specification of Food Additives Rapid Detectors

2019-12-02 发布

2019-12-31 实施

河北省市场监督管理局 发布

食品添加剂快速检测仪
校准规范

Calibration Specification of Food Additives

Rapid Detectors



JJF(冀) 162—2019

归口单位：河北省市场监督管理局

主要起草单位：河北省计量监督检测研究院

参加起草单位：河北省计量监督检测研究院

本规范委托河北省计量监督检测研究院负责解释

本规范主要起草人：

郝静坤（河北省计量监督检测研究院）

彭忠斌（河北省计量监督检测研究院）

邸玉龙（河北省计量监督检测研究院）

参加起草人：

白月霞（河北省计量监督检测研究院）

洪 钊（河北省计量监督检测研究院）

王 龙（河北省计量监督检测研究院）

目 录

引言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 概述.....	1
4 计量特性.....	2
4.1 波长示值误差和重复性.....	2
4.2 吸光度或透射比示值误差.....	2
4.3 吸光度或透射比重复性.....	2
4.4 漂移.....	2
5 校准条件.....	2
5.1 环境条件.....	2
5.2 校准用计量器具及配套设备.....	2
6 校准项目和校准方法.....	3
6.1 波长示值误差的校准.....	3
6.2 吸光度或透射比示值误差的校准.....	4
6.3 吸光度或透射比重复性的校准.....	4
6.4 漂移的校准.....	5
7 校准结果表达.....	5
8 复校时间间隔.....	6
附录 A 校准记录	7
附录 B 证书内页格式	8
附录 C 校准结果的不确定度评定	9

引 言

本规范以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》为基础性系列规范进行制定。

本规范参考GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》、GB 5009.33-2016《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》。

本规范为首次发布。

食品添加剂快速检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于分光光度法食品添加剂快速检测仪的校准。

2 引用文件

GB 2760-2014 《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》

GB 5009.33-2016 《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》

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

食品添加剂快速检测仪(以下简称仪器)采用分光光度法,以相应显色试剂显色后进行测量。物质吸收由光源发出的特定波长的光,在相应特定波长下,不同的物质吸收程度与该物质的浓度成正比,利用物质的特定吸收光谱对其进行定性定量的分析。

物质对单色光吸收的强弱以及溶液浓度与液层厚度的关系,遵循 Lambert-Beer 定律:一束单色光经过溶液后,光能被吸收的程度与溶液的浓度和厚度成正比,其表达式为:

$$A = -\lg \frac{I}{I_0} = -\lg T = klc$$

式中: A——物质的吸光度;

I——入射的单色光强度;

I_0 ——投射的单色光强度;

T——物质的透射比;

k——物质的吸光系数;

l——被分析物质的光程;

c——物质的浓度。

仪器主要由光源、单色器、样品室、检测器、信号处理和显示与存储系统组成。

4 计量特性

4.1 波长示值误差和重复性

波长示值误差最大允许误差: $\pm 5\text{nm}$;

波长重复性: $\leq 3\text{nm}$ 。

4.2 吸光度或透射比示值误差

吸光度最大允许误差: ± 0.02 ;

透射比最大允许误差: $\pm 1.0\%$ 。

4.3 吸光度或透射比重复性

吸光度或透射比重复性不大于 1.0% 。

4.4 漂移

4.4.1 零点漂移

零点漂移: $\leq 0.5\%/3\text{min}$ 。

4.4.2 量程漂移

量程漂移: $\leq 1.0\%/3\text{min}$ 。

注: 以上指标不是用于合格性判别, 仅作参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度: $(10\sim 35)^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度不大于 85% 。

5.1.3 电源电压 $(220\pm 22)\text{V}$, 频率 $(50\pm 1)\text{Hz}$ 。

5.1.4 工作环境应无影响仪器正常工作的电磁场及干扰气体。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 氧化钬滤光片: 峰值波长扩展不确定度优于 1nm , $k=2$ 。

5.2.2 光谱滤光片标准物质:

透射比扩展不确定度优于 0.5% , $k=2$;

吸光度扩展不确定度优于 0.005 , $k=2$ 。

5.2.3 紫外可见分光光度计: 不低于 II 级。

5.2.4 秒表: MPE: ± 0.1 s/h。

6 校准项目和校准方法

6.1 波长示值误差和重复性的校准

6.1.1 对于波长连续可调的仪器,用氧化钬标准片置于仪器出光孔前或放在某一位置(标准滤光片平面或比色皿与入射光束垂直),以空气做参比调零后,从低到高逐点测出滤光片的波长峰值,求出相应的峰值波长 λ ,重复测量三次,取波长峰值平均值与标准值之差即为波长示值误差,测量最大值与最小值之差为波长重复性。

按照式(1)计算波长示值误差:

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

式中: $\Delta\lambda$ ——波长示值误差, nm;

λ_s ——氧化钬滤光片标准物质峰值波长标称值, nm;

$\bar{\lambda}$ ——3次测量波长平均值, nm。

6.1.2 按照式(2)计算波长重复性:

$$\delta_\lambda = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \quad (2)$$

式中: δ_λ ——波长重复性, nm;

λ_{\max} ——3次测量波长最大值, nm;

λ_{\min} ——3次测量波长最小值, nm。

6.1.3 对于固定波长的仪器,使用紫外可见分光光度计检定仪器所附干涉滤光片在固定波长下的透射比(干涉滤光片平面需与入射光束垂直),绘制波长—透射比特性曲线(如图1所示)。干涉滤光片峰值波长误差按照公式(3)计算:

$$\Delta\lambda = \lambda_m - \lambda'_s \quad (3)$$

式中: λ'_s ——干涉滤光片峰值波长标称值, nm;

λ_m ——峰值透射比 τ_m 对应的中心波长, nm;

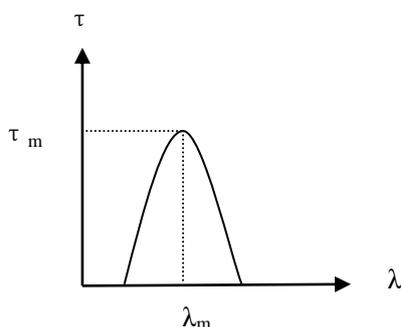


图1 波长—透射比特性曲线

6.2 吸光度或透射比示值误差校准

对能够直接显示吸光度或透射比的仪器,用光谱中性滤光片在仪器使用波长处以空气为参比,分别测量各滤光片的吸光度或透射比,连续测量3次,并应符合4.2要求。(允许每次测量前对零点和最大吸光度处进行校正)吸光度或透射比示值误差根据公式(4)计算:

$$\Delta A = \bar{A}_i - A_s \quad (4)$$

式中: \bar{A}_i ——第*i*次吸光度(或透射比)3次测量平均值,无量纲;

A_s ——在相应波长下的吸光度(或透射比)标称值,无量纲;

ΔA ——吸光度(或透射比)示值误差,无量纲。

6.3 吸光度或透射比重复性的校准

在6.2条件下,用光谱中性滤光片分别做6次测量,然后按公式(5)计算相对标准偏差RSD即为吸光度(或透射比)重复性,并应符合4.3要求。

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}}{\bar{A}} \times 100\% \quad (5)$$

式中: n ——对每个点进行重复测量的次数;

A_i ——第*i*次吸光度测量值;

\bar{A} —— n 次吸光度测量得出的平均值,即 $\bar{A} = \frac{A_1 + A_2 + \dots + A_n}{n}$

6.4 漂移的校准

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

对能够直接显示透射比的仪器，在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，以空气做参比，在接受元件不受光的情况下，测量仪器零点，3分钟内透射比示值最大变化量即为零点漂移。

对能够直接显示透射比的仪器，在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，以空气做参比，在接受元件受光的情况下，测量仪器满量程示值，3分钟内透射比示值最大变化量即为量程漂移。

7 校准结果

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：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受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，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

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，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，建议不超过 1 年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后应对仪器重新校准。

附录 A

食品添加剂快速检测仪校准记录

送校单位: _____ 客户地址: _____

仪器名称: _____ 仪器型号: _____ 仪器编号: _____

制造厂商: _____ 校准员: _____ 核验员: _____

校准环境温度: _____ °C 相对湿度: _____ % 校准日期: _____

校准用标准物质及主要设备: _____

校准依据: _____ 证书编号: _____

一、 波长示值误差: _____ (nm)

λ_s	λ_i	$\bar{\lambda} (\lambda_m)$	$\Delta\lambda$	δ_λ

二、 吸光度或透射比示值误差

波长/nm	吸光度或透射比 A_s	吸光度或透射比 A_i			\bar{A}_i	ΔA
		1	2	3		

三、吸光度或透射比重复性

测量次数	吸光度或透射比 A_i						\bar{A}_i	RSD (%)	备注
	1	2	3	4	5	6			
测量值									

四、漂移

透射比 _{初始}	透射比 _{3min}	/
		零点漂移:
		量程漂移:

校准结果测量不确定度:

附录 B

证书内页格式(供参考)

校准结果

序号	校准项目	校准结果	不确定度
1	波长示值误差		
2	波长重复性		
3	吸光度或透射比示值误差		
4	吸光度或透射比重复性		
5	零点漂移		
	量程漂移		

附录 C

吸光度示值误差校准结果不确定度评定示例

C.1 测量方法

用食品添加剂快速检测仪测量中性滤光片,在仪器使用波长处以空气为参比,分别测量各滤光片的吸光度,连续测量 3 次,取波长峰值平均值与标准值之差即为波长示值误差。

C.2 测量模型

相应校准项目的示值误差可根据公式 (C.1) 计算

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

式中: \bar{A}_i ——第*i*次吸光度(或透射比)3测量平均值,无量纲;

A_s ——在相应波长下的吸光度(或透射比)标称值,无量纲;

ΔA ——吸光度(或透射比)示值误差,无量纲。

C.3 不确定度来源

不确定度来源包括:

- 1) 标准片标准值引入的标准不确定度 $u(A_s)$;
- 2) 仪器测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{A}_i)$ 。

C.4 合成标准不确定度

根据式(C.1)可得:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta A}{\partial \bar{A}_i} = 1 \quad (\text{C.2})$$

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

仪器测量结果 \bar{A}_i 与校准用标准物质的标准值 A_s 之间不相关,因此可得合成标准不确定度按式 (C.4) 计算:

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{A}_i) + c_2^2 u^2(A_s)} \quad (\text{C.4})$$

C.5 标准不确定度分量评定

C.5.1 由标准片标准值引入的标准不确定度分量 $u(A_s)$

由标准物质证书可查到, 标准片扩展不确定度 U 为 0.005, 包含因子 $k=2$, 则标准不确定度根据式(C.5)计算:

$$u(A_s) = \frac{U}{k} = \frac{0.005}{2} = 0.0025 \quad (\text{C.5})$$

C.5.2 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{A}_i)$

选定一台食品添加剂快速检测仪, 在使用波长下用吸光度标准片连续测量 6 次, 得到一组测量值: 0.985, 0.983, 0.984, 0.986, 0.982, 0.981。则单次测量结果的标准偏差按式(C.6)计算:

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.0019 \quad (\text{C.6})$$

为了提高测量的可靠性, 本次测量 6 次。按照本校准规范的要求, 实际重复测量 3 次, 所以测量点的标准不确定度根据式(C.7)计算:

$$u(x_i) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} = \frac{0.0019}{\sqrt{3}} = 0.0011 \quad (\text{C.7})$$

在这种测量条件下, 仪器分辨力为 0.001, 由仪器分辨力 d 导致的示值误差区间半宽为 $d/2$, 认为是均匀分布, 包含因子 $k' = \sqrt{3}$, 因此仪器分辨力引入的标准不确定度分量 $u(F_d)$ 根据式(C.8)计算:

$$u(F_d) = \frac{d}{2 \times k'} = \frac{1}{2 \times \sqrt{3}} = 0.0003 \quad (\text{C.8})$$

相对仪器重复性, 仪器分辨力带来的不确定度分量可以忽略。则测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{A}_i)$ 按式(C.9)计算

$$u(\bar{A}_i) = u(x_i) = 0.0011 \quad (\text{C.9})$$

C.6 合成标准不确定度

则合成标准不确定度由式(C.4)计算

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{A}_i) + c_2^2 u^2(A_s)} = 0.0028 \quad (\text{C.4})$$

C.7 扩展不确定度 U

取 $k=2$, 扩展不确定度为:

$$U = k \times u_c = 0.006$$
