

# 玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的 测定能力验证结果分析

林 芳, 王一欣, 袁 磊, 李 涛\*, 王 松

(陕西省食品药品监督检验研究院, 西安 710065)

**摘 要:** **目的** 分析实验室对脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)的检测能力验证结果。**方法** 设计制备玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇考核样品, 对样品的均匀性和稳定性进行检验。采用稳健统计法 A 对 32 家实验室提交的 32 个有效结果进行统计, 通过 Z 比分数评价实验室检测能力, 并对统计方式的合理性进行分析比较。**结果** 制备样品的均匀性稳定性符合能力验证样品要求, 32 家实验室中 31 家结果满意, 总体满意率为 96.9%。选择的统计方法合理, 统计结果正常。**结论** 绝大多数参加实验室玉米粉中 DON 检测能力良好, 个别实验室需加强内部质量控制。

**关键词:** 能力验证; 脱氧雪腐镰刀菌烯醇; 玉米粉; 稳健统计

## Analysis of proficiency test results for determination of deoxynivalenol in corn flour

LIN Fang, WANG Yi-Xin, YUAN Lei, LI Tao\*, WANG Song

(Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China)

**ABSTRACT: Objective** To analyze the proficiency test results for determination of deoxynivalenol (DON) of the laboratories. **Methods** Samples of deoxynivalenol in corn flour were designed and prepared, and the uniformity and stability of the sample were tested. Thirty-two valid results submitted by 32 laboratories were counted by robust statistical method, the testing ability of the laboratory was evaluated by Z score, and the rationality of the statistical method was analyzed and compared. **Results** The uniformity and stability of the prepared samples met the requirements of the proficiency testing samples, and the results of 31 out of 32 laboratories were satisfactory, with an overall satisfaction rate of 96.9%. The selected statistical methods were reasonable and the statistical results were normal. **Conclusion** The majority of participant laboratories are evaluated to have good detection ability of DON, while some laboratories need to strengthen quality control.

**KEY WORDS:** proficiency testing; deoxynivalenol; corn flour; robust statistics

基金项目: 陕西省重点研发计划项目(2020SF-372)

Fund: Supported by the Shaanxi Province Innovation Capability Support Program (2020SF-372)

\*通讯作者: 李涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。E-mail: westyx@126.com

\*Corresponding author: LI Tao, Chief Pharmacist, Shaanxi Institute for Food and Drug Control, No.21, Kejiwu Road, Gaoxin District, Xi'an 710065, China. E-mail: westyx@126.com

## 1 引言

脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)又称呕吐毒素,是由禾谷镰刀菌等真菌侵染谷物时产生的一种次级代谢物,具有较强的毒性<sup>[1]</sup>。我国玉米、小麦等粮食作物和加工品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染较为广泛,存在一定的膳食暴露风险<sup>[2,3]</sup>。GB 2761-2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》<sup>[4]</sup>中规定脱氧雪腐镰刀菌烯醇在谷物及其制品中限量为 1000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[4]</sup>。近年来,国家农业、卫生、市场监管等部门每年都开展大量农作物、粮食产品中 DON 污染状况的抽检监测,准确测定谷物及其制品中 DON 量值,持续开展检测评价和提升实验室相关检测能力,对于评估我国 DON 污染水平,强化食品安全监管具有重要的意义<sup>[5-7]</sup>。

能力验证(proficiency testing)为利用实验室间比对,按照预先制定的准则评价参加者的能力<sup>[8]</sup>。本计划由中国食品药品检定研究院负责组织,陕西省食品药品监督检验研究院负责执行,依据 ISO/17043:2010《合格评定能力验证的通用要求》运作实施的能力验证计划。执行单位根据计划内容设计并制备了能力验证用样品,并对样品进行均匀性、稳定性检查,使其符合能力验证样品的要求<sup>[9]</sup>。本研究采用稳健统计法对检测结果进行统计,评价各实验室对于玉米粉中 DON 的检测能力,对实验过程进行技术分析并提出建议,为参加实验室提高检测能力、改进管理体系提供参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与试剂

QtrapTM5500 LC/MS/MS 三重四极杆高效液相色谱质谱联用仪(美国 SCIEX 公司); XPE105 型电子分析天平(德国赛多利斯公司); IKA MS3 型涡旋振荡器(艾卡广州仪器设备有限公司); KQ-500DE 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); B30 型混合机(广东力丰机械制造有限公司); GJJ-0.03/100 型均质机(上海诺尼轻工机械有限公司); Synergy 型超纯水仪(美国密理博公司); 12 孔固相萃取装置(天津博纳艾杰尔科技有限公司); TIL-DC II 型氮吹仪(北京同泰联科技发展有限公司); LYNX4000 型离心机(美国 Thermo 公司)。

脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准品(99.47%, 以色列 FERMENTEK 公司); <sup>13</sup>C15-脱氧雪腐镰刀菌烯醇同位素标准溶液(25  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 新加坡 Pribolab Pte 公司)。

甲醇、乙腈(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 免疫亲和柱(3 mL, 天津博纳艾杰尔科技有限公司); 0.22  $\mu\text{m}$  有机系滤膜(天津津滕公司); 实验室用水为超纯水。

### 2.2 能力验证用样品

#### 2.2.1 样品的制备

本次能力验证样品为市售玉米渣,经粉碎过筛,选取粒径 0.71~0.25 mm (25~60 目)的玉米粉,加入等体积 DON 乙醇溶液充分混合形成匀浆,持续搅拌均匀低温回收溶剂。再经干燥、过筛和再次混匀后,形成干燥的玉米粉末。样品采用铝塑袋真空包装,每瓶装量不少于 30 g,常温暗处保存。共制备 3 批不同浓度水平的样品,分别为能力验证样品、干扰样一和干扰样二。

#### 2.2.2 样品均匀性检验

依据 CNAS-GL03:2018<sup>[9]</sup>对样品的均匀性进行检验。3 批样品,按编号等距抽取 10 个独立包装的样品进行均匀性检验,测定方法为 GB 5009.111-2016《食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》第一法<sup>[10]</sup>,称样量为 2.0 g。每个样品在重复条件下检测 3 次,采用单因子方差分析,通过 *F* 检验和  $S_s \leq 0.3\sigma$  准则分析方法对数据进行统计分析,验证样品均匀性。

#### 2.2.3 样品稳定性检验

依据 CNAS-GL03:2018<sup>[9]</sup>对样品的稳定性进行检验。考察其在规定的贮存条件下(常温暗处保存)的长期稳定性,同时应考察其在运输等温度变化较大的极限条件下的短期稳定。测定方法为 GB 5009.111-2016 第一法<sup>[10]</sup>,称样量为 2.0 g。

长期稳定性检验:能力验证样品在凉暗处保存 15 d(发样前)、40 d(发样前)、75 d(检测结果回收后)3 个时间点,每个时间点随机抽取 3 个样品,每个样品重复检测 2 次,与 0 d(均匀性检测)的结果进行比较,采用 *t* 检验法对数据进行统计分析,并用  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$  准则验证。

短期稳定性检验:随机抽取 9 个能力验证样品,分别置于 45  $^{\circ}\text{C}$  条件下 7 d, 60  $^{\circ}\text{C}$  条件下 3 d, 60  $^{\circ}\text{C}$  条件下 7 d, 每种保存条件 3 个样品,测定不同保存条件下样品中 DON 的含量,每个样品重复测定 2 次,与 0 d(均匀性检测)的结果进行比较。采用 *t* 检验法对以上数据进行统计分析,并用  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$  准则验证。

#### 2.2.4 样品发放与结果统计

每个参加实验室发放 2 份样品,1 份为能力验证样品,1 份为干扰样品,且干扰样品的浓度水平随机分配,数据回收后仅对各实验室的能力验证样品结果进行统计分析和评价。推荐检测方法为 GB 5009.111-2016 第一法同位素稀释液相色谱-串联质谱法或第二法免疫亲和层析净化高效液相色谱法<sup>[10]</sup>。实验室也可根据自身实验条件选择相应方法进行检测。

依据 GB/T 28043-2011<sup>[11]</sup>、CNAS-GL 002<sup>[12]</sup>,由能力验证参加者的结果确定指定值和能力验证标准差,采用算法 A 对结果进行统计,并通过 Horwitz 函数、规定值确定(变异系数计算)、以往轮次经验值等对统计方式

的合理性进行比较分析<sup>[13]</sup>。

### 3 结果与分析

#### 3.1 样品均匀性检验结果

采用单因素方差分析法对能力验证样品、干扰样一、干扰样二进行均匀性检验。在  $\alpha=0.05$  显著性水平时,  $F < F_{0.05}(9,20)$  临界值, 可视为 3 批样品均匀性满足要求, 结果见表 1。采用  $S_s \leq 0.3\sigma$  准则法对样品均匀性进行验证,  $\sigma$  为能力评定标准差, 取 3.3.2 中得到的能力评定标准差  $\sigma$ 。表 1 结果表明样品在本能力验证中是均匀的。

表 1 样品均匀性检验结果

Table 1 Results of uniformity test of samples

样品名称	平均值/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	差异源	平方和	自由度	$M_s$	$F$	$F_{0.05}(9,20)$	$n$	$S_s$	$0.3\sigma$
能力验证样品	546	组间	3968	9	440.9	2.03		6	6.10	
		组内	4350	20	217.5					
干扰样一	608	组间	2463	9	273.7	1.93	2.39	/	/	17.61
		组内	2833	20	141.6					
干扰样二	480	组间	1899	9	211.0	2.20		/	/	
		组内	1919	20	96.0					

表 2 能力验证样品稳定性检验结果

Table 2 Results of stability test of proficiency testing sample

考察类型	考察时间/d	保存温度/ $^{\circ}\text{C}$	平均值/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	数据个数	$t$ 值	$t_{0.05,(34)}$	判定结果	$ \bar{x} - \bar{y} $	$0.3\sigma$
长期稳定性	0	15 ~ 30	546	30	/	/	/	/	
	15		550	6	0.59		通过	4	
	40		542	6	0.53		通过	4	
	75		556	6	1.45	2.03	通过	10	17.61
短期稳定性	7	45	536	6	1.33		通过	10	
	3	60	532	6	1.83		通过	14	
	7	60	468	6	9.56		不通过	78	

#### 3.3 能力验证结果统计

##### 3.3.1 参加实验室情况

本次计划共向 34 家检测实验室发放了样品, 其中 32 家实验室按要求返回测定结果, 2 家检测机构因自身原因退出, 并提交了说明材料。32 个参加实验室分布于 12 个省(自治区、直辖市)。参加实验室的地域分布见表 3。其中, 省级及以上检验机构 5 家(占比 16%), 市、县级检验机构 17 家(占比 53%), 第三方检测机构 9 家(占总参加实验室的 28%), 1 家生产企业实验室(占总参加实验室的 3%)。

#### 3.2 样品稳定性检验结果

采用  $t$  检验法检验样品长期稳定性, 在  $\alpha=0.05$  显著性水平时,  $t < t_{0.05,(34)}$  样品稳定性检验通过。同时, 经  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0.3\sigma$  准则验证,  $\sigma$  为能力评定标准差, 取 3.3.2 中得到的能力评定标准差  $\sigma$ , 样品稳定性满足要求。在较高温度下测定样品的短期稳定性, 45  $^{\circ}\text{C}$  条件下存放 7 d, 60  $^{\circ}\text{C}$  条件下存放 3 d, 稳定性均符合要求。60  $^{\circ}\text{C}$  条件下存放 7 d, 样品量值变化较大, 未通过稳定性检验。考虑到前 2 种极端条件已能满足样品短期邮寄可能出现的极端情况, 故短期稳定性符合要求。稳定性检验结果见表 2。

表 3 参加实验室地域分布情况

Table 3 Regional distribution of participated laboratories

省份	实验室数	省份	实验室数
北京	2	甘肃	1
陕西	12	江西	1
山东	4	云南	1
浙江	3	湖南	1
广东	3	内蒙古	1
辽宁	2	江苏	1

### 3.3.2 算法 A 统计情况

目前能力验证活动多采用稳健统计法进行结果评价, 其中, 四分位法是国内普遍使用的, 四分位法的计算方法简单, 但该方法是基于标准正态的假设, 在实际工作中, 多数数据分布不能完全满足这个要求。而另一种稳健算法迭代算法 A 不需要假设数据是标准正态分布。算法 A 是通过不断替换离群值, 降低其权重系数从而降低离群值对最终结果的影响, 能更真实地反映实验室之间检测结果的变异性。

本次能力验证采取迭代算法 A 进行结果统计。对提交结果数据的 32 家实验室中 32 个有效结果进行迭代计算。本次能力验证指定值为迭代后的总体平均值( $x^*$ ), 标准差为迭代后的标准差( $s^*$ )。参照 CNAS-GL002: 2018A.2 算法 A 计算<sup>[12]</sup>, 统计量汇总结果见表 4。采用 Z 比分数评定结果,  $|Z| \leq 2$  表明“满意”;  $2 < |Z| < 3$  表明“可疑”;  $|Z| \geq 3$  表明“不满意”<sup>[12]</sup>。32 家参加实验室中 31 家结果为“满意”, 1 家结果为“可疑”, 0 家结果为“不满意”, 结果满意率为 96.9%。检测结果频数统计呈正态分布见图 1, Z 比分数统计见图 2。

### 3.4 统计合理性分析

#### 3.4.1 与 Horwitz 经验模型比较

根据 GB/T 28043-2011<sup>[11]</sup>中 6.4, Horwitz 经验模型计算公式:  $\sigma = 0.02c^{0.8495}$ 。c 是以百分数表示的待测化学成分的浓度(质量分数), 采用 3.3.2 计算的稳健平均值  $5.3 \times 10^{-7}$  (530  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ), 经修订后公式为  $\sigma = 0.02c^{0.8495}/10^{-9}$  计算得到标准差  $\sigma = 93.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表 4 统计量汇总表  
Table 4 Statistical values of proficiency test

项目	$p$	$x^*$	$s^*$	$X$	$\mu_x$	$\sigma$
统计量	32	530	58.7	530	13.0	58.7

注:  $X$  表示指定值;  $\mu_x$  表示不确定度。

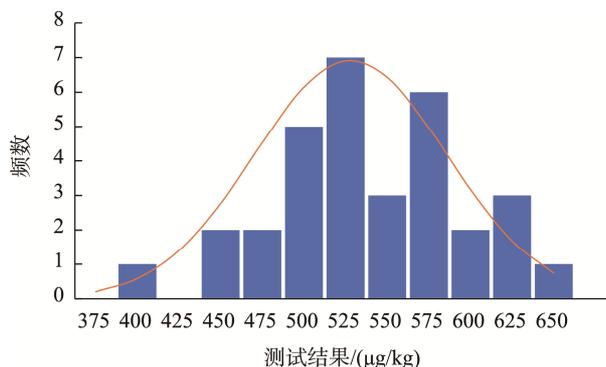


图 1 结果正态分布直方图

Fig.1 Normal distribution histogram of results

在判断能力评定标准差是否合理时, 可采用 H 比值 ( $H = \sigma/s_H$ )<sup>[14,15]</sup> 判定, 其中  $\sigma$  为能力评定标准差,  $s_H$  为 Horwitz 经验模型得到的标准差。如果  $0.5 < H < 2$ , 表示能力验证统计数据正常; 如果  $H < 0.5$ , 表示能力评定标准差可能过于严格; 如果  $H > 2$ , 表示参加实验室间检测精密度比 Horwitz 经验模型预期要差, 采用的能力评定标准差值得怀疑<sup>[16]</sup>。本次能力验证  $H = 58.7/93.3 = 0.63$ , 表明统计数据正常。

#### 3.4.2 与“规定值”比较

根据 GB/T 28043-2011<sup>[11]</sup>中 6.2, 能力评定标准差可根据某个特定的数据解释工作的需要设定为一规定值, 或由法规要求确定。GB/T 27404-2008<sup>[17]</sup>附录 F.3 中被测组分含量 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1  $\text{mg}/\text{kg}$  时, 实验室内变异系数 (coefficient of variation in laboratory, CV)/% 参考范围为不大于 15% 和不大于 11%, 当将稳健平均值取 530  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 选择 11% 的变异系数计算, 再现性标准差为 58.3, 已与统计所得能力评定标准差 58.7 十分接近, 530  $\mu\text{g}/\text{kg}$  数据水平的实际的变异系数应在 11% ~ 15% 之间, 其再现标准差必定大于 58.7, 也说明统计选取的能力评定标准差是合理的。

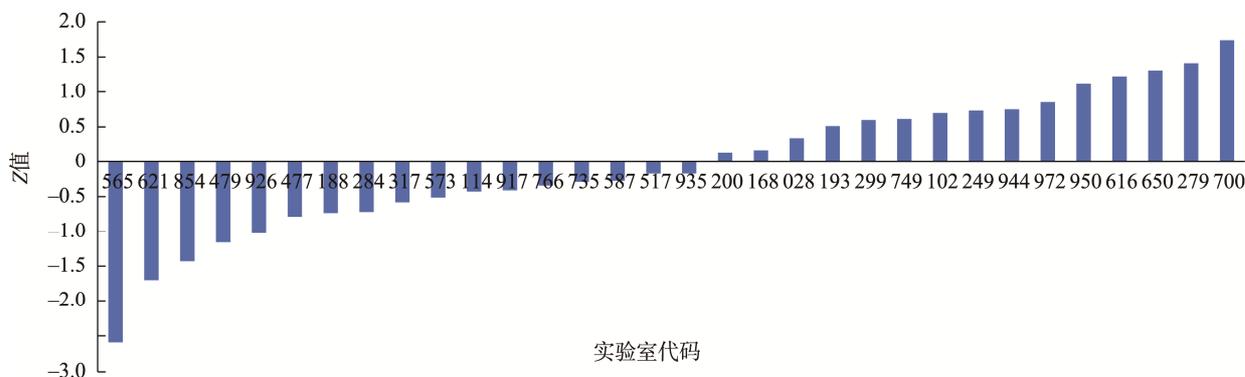


图 2 各实验室 Z 比分数柱状图

Fig.2 Histogram of Z value in each laboratory

### 3.4.3 与以往轮次能力验证经验值比较

收集到 2017 年中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织的小麦粉中呕吐毒素的检测能力验证计划 ACAS-PT474(2017)和 2014 年国家食品安全风险评估中

心组织小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇能力验证的相关资料<sup>[18]</sup>, 与本计划比较能力评定标准差, 数据见表 5。本计划与以往轮次计划在接近的样品浓度水平时, 能力评定标准差  $\sigma$  相差异不大, 说明统计过程正常。

表 5 本计划与以往轮次计划能力评定标准差比较  
Table 5 Comparison of the standard deviation for proficiency assessment of this plan with past

计划编号/名称	检测项目	结果数/个	指定值 $X/(\mu\text{g}/\text{kg})$	能力评定标准差 $\sigma/(\mu\text{g}/\text{kg})$
ACAS-PT 474(2017)	DON	60	690.52	71.52
2014 年小麦粉中呕吐毒素	DON	36	688	26
本计划	DON	32	530	58.7

### 3.5 技术分析与建议

本次能力验证计划共有 32 家实验室递交有效检测结果, 其中有 9 家采用 GB 5009.111-2016 第一法, 22 家采用 GB 5009.111-2016 第二法, 1 家采用了 ELISA 方法。采用 GB 5009.111 测定的各实验室使用的液相色谱仪与液相色谱串联质谱仪, 涉及 6 个品牌, 使用的色谱柱规格不一, 使用不同仪器与色谱柱, 没有证据表明对结果有影响。根据提交的结果及原始记录, 对可能对结果造成影响作如下分析。

#### 3.5.1 仪器条件

在查看原始记录时, 发现部分实验室液相色谱图中脱氧雪腐镰刀菌烯醇出峰时基线不平, 部分实验室有明显前沿或拖尾现象, 还有部分实验室样品峰出在梯度斜坡阶段, 主要原因为仪器条件(如流动相组成、流速、柱温、进样量等)未设置好或色谱柱柱效不够, 影响测定结果准确性。

#### 3.5.2 标准品方面

检测用标准品质量直接关系到检测结果的准确性, 本次能力验证中经统计所使用的对照品有 9 个品牌。其中, 1 家实验室所使用的标准品为固体标准品, 在计算过程中未折算纯度(本计划中结果可疑)。

#### 3.5.3 质控方面

对检测过程进行质量控制是保证检测结果的准确性、有效性的重要手段。本次能力验证中, 大部分实验室采用了加标回收、质控样品等有效质控手段, 个别实验室未采用任何质控方式, 本计划中结果可疑实验室未进行质控。

#### 3.5.4 前处理方法的影响

在对脱氧雪腐镰刀菌烯醇进行检测时, 由于基质较复杂, 含有天然的色素、脂类、蛋白等杂质, 对样品的检测干扰较大, 在样品提取后, 应对提取液进行净化处理, 以除去干扰物质, 降低基质的影响。本计划中大部分实验室采用免疫亲和柱和通用性固相萃取小柱对样品进行净化, 个别实验室未进行净化处理。分析结果

发现未对样品提取液进行净化的实验室的测定结果较总体水平偏高, 因此, 在检测复杂基质样品时, 不应省略样品净化过程。

此外, 影响检测结果准确性的因素还有检测人员的试剂耗材、环境条件、人员操作水平等, 实验室在对样品检测过程中应对这些因素进行有效控制。

## 4 结论

本次能力验证制备了均匀稳定的考核样品, 评价了参加实验室脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测能力, 获得 32 家实验室的 32 个有效结果, 采用稳健统计算法 A 对结果进行统计分析, 统计方式合理, 31 家实验室结果满意, 1 家可疑, 没有不满意实验室, 说明总体检测能力较好, 可疑实验室应通过管理体系, 增强实验室质量管理。

合理的统计方法直接关系到参加实验室的能力评价。本研究以玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定能力验证组织过程为例, 介绍了能力验证样品制备、均匀性稳定性评价以及结果统计分析, 并通过与 Horwitz 经验模型、“规定值”及以往轮次能力验证经验值的比较, 确认了本次统计指定值和能力评定标准差的合理性, 为能力验证计划实施和评价提供参考。建议能力验证组织者除关注能力验证样品的前期制备及样品均性稳定性评价外, 重视统计方法选择, 在结果统计环节应当根据结果数据特征, 选择合适的结果评价方法, 确保统计过程科学、有效。

## 参考文献

- [1] 张晓莉, 孙伟, 张红印, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的毒性及生物脱毒研究进展[J]. 食品科学, 2016, 37(17): 245-251.  
Zhang XL, Sun W, Zhang HY, et al. Progress in toxicity and biological detoxification of deoxynivaleno [J]. Food Sci, 2016, 37(17): 245-251.
- [2] 武亭亭, 杨丹. 粮食加工品中玉米赤霉烯酮和呕吐毒素污染情况调查[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(12): 3674-3677.  
Wu TT, Yang D. Investigation on zearalenone and deoxynivalenol contamination in grain-related food [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(12): 3674-3677.

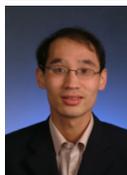
- [3] 孙向东, 张瑞英, 兰静, 等. 玉米真菌毒素污染防控研究[J]. 农产品质量与安全, 2018, (2): 31-35.  
Sun XD, Zhang RY, Lang J, *et al.* Prevention and control of mycotoxin contamination in maize [J]. Qual Saf Agro-prod, 2018, (2): 31-35.
- [4] GB 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量[S].  
GB 2761-2017 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [5] 农业农村部. 关于印发饲料质量安全监督抽查检测工作要求及2019年工作方案的通报[EB/OL]. [2020-01-09]. [http://www.moa.gov.cn/nygb/2019/201908/202001/t20200109\\_6334601.htm](http://www.moa.gov.cn/nygb/2019/201908/202001/t20200109_6334601.htm)  
Notification of the Ministry of Agriculture and Rural Affairs on the issuance of feed quality and safety supervision spot check inspection work requirements and 2019 work plan [EB/OL]. [2020-01-09]. [http://www.moa.gov.cn/nygb/2019/201908/202001/t20200109\\_6334601.htm](http://www.moa.gov.cn/nygb/2019/201908/202001/t20200109_6334601.htm)
- [6] 国家卫生健康委. 关于印发食源性疾病监测报告工作规范(试行)的通知[EB/OL]. [2019-10-21]. [http://www.nhc.gov.cn/sps/s5\\_853/201910/25c7f0506bc447b2aecf47fb594d304a.shtml](http://www.nhc.gov.cn/sps/s5_853/201910/25c7f0506bc447b2aecf47fb594d304a.shtml)  
National Health Commission. Notification of the on the issuance of work specifications for foodborne disease surveillance reports (trial) [EB/OL]. [2019-10-21]. <http://www.nhc.gov.cn/sps/s5853/201910/25c7f0506bc447b2aecf47fb594d304a.shtml>
- [7] 市场监管总局. 关于 12 批次食品不合格情况的通告[EB/OL]. [2019-02-22]  
[http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222\\_291098.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222_291098.html)  
State Administration for Market Regulation. Notification of the on the unqualified situation of 12 batches of food [EB/OL]. [2019-02-22] [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222\\_291098.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222_291098.html).
- [8] GB/T 27043-2012/ISO/IEC17043: 2010 合格评定能力验证的通用要求[S].  
GB/T 27043-2012/ISO/IEC17043: 2010 Conformity assessment general requirements for capability verification [S].
- [9] CNAS-GL 003: 2018 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S].  
CNAS-GL 003: 2018 Guidance on evaluating the homogeneity and stability of samples used for proficiency testing [S].
- [10] GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定[S].  
GB 5009.111-2016 National food safety standard-Determination of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in foods [S].
- [11] GB/T 28043-2011/ISO 13528: 2005 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法[S].  
GB/T 28043-2011/ISO 13528: 2005 Statistical methods for use in proficiency testing by inter laboratory comparisons [S].
- [12] CNAS-GL 002: 2018 能力验证结果统计和能力评价指南[S].  
CNAS-GL 002: 2018 Guidance on statistic treatment of proficiency testing results and performance evaluation [S].
- [13] JJF 1343-2012 标准物质定值的通用原则及统计学原理[S].  
JJF 1343-2012 General and statistical principles for characterization of reference materials [S].
- [14] 徐恒, 邓可, 段小娟, 等. 能力验证评价结果合理性判断依据及对检测能力的改进[J]. 中国检验检疫, 2018, (1): 45-46.  
Xu H, Deng K, Duan XJ, *et al.* The rationality of the evaluation results of proficiency testing and the improvement of the detection capability [J]. Chin Inspect Body Lab, 2018, (1): 45-46.
- [15] Horwitz W, Albert R. The Horwita ratio: A useful index of method performance with respect to precision [J]. J AOAC Int, 2006, 89.
- [16] Albert R, Horwitz W. A heuristic derivation of the Horwita curve [J]. Anal Chem, 1997, 69(4): 789-790.
- [17] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].  
GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].
- [18] 张烁, 李燕俊, 任一平, 等. 2014 年我国食品安全风险监测技术机构小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇质量控制考核结果与分析[J]. 中国卫生工程学, 2015, 14(2): 97-100.  
Zhang S, Li YJ, Ren YP, *et al.* Proficiency test on the determination of deoxynivalenol in wheat flour for Chinese food safety risk surveillance agencies in 2014 [J]. Chin J Public Health Eng, 2015, 14(2): 97-100.

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



林 芳, 硕士, 副主任药师, 主要研究方向为食品质量安全检测、食品快速检测研究。  
E-mail: fanqiehuayuan@126.com



李 涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。  
E-mail: westyx@126.com