

参 考 文 献

- [1] ISO 5725:1986 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions
- [3] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 708(June 1993)
- [4] Leatherhead Food Research Association. Technical Notes, No. 110(April 1994)
- [5] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 742(February 1997)

GB/T 25225—2010/ISO 15303:2001



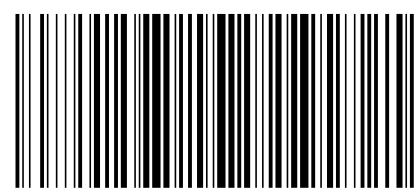
# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25225—2010/ISO 15303:2001

## 动植物油脂 挥发性有机污染物的测定 气相色谱-质谱法

Animal and vegetable fats and oils—  
Detection and identification of a volatile  
organic contaminant by GC/MS

(ISO 15303:2001, IDT)



GB/T 25225-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40683

定价: 16.00 元

2010-09-26 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

表 A.4 第二次实验室间实验结果的统计分析

项 目	样品(m/z)				
	I(55)	K(105)	K(105)	K(120)	K(120)
	内标(m/z)				
苯 Benzene (84)	乙基苯 Ethylbenzene (98)	乙基苯 Ethylbenzene (116)	乙基苯 Ethylbenzene (98)	乙基苯 Ethylbenzene (116)	
实验室数目	9	9	8	8	8
可接受的结果数目	7	8	8	6	7
平均值/(mg/kg)	1.19	0.94	0.99	0.92	0.97
重复性标准偏差, $S_r$ /(mg/kg)	0.48	0.07	0.08	0.04	0.08
重复性变异系数/%	40.0	7.7	8.5	4.15	8.7
重复性限, $r(r=2.83S_r)$	1.3	0.2	0.24	0.11	0.24
再现性标准偏差, $S_R$ /(mg/kg)	0.50	0.50	0.51	0.52	0.52
再现性变异系数/%	42	53.25	51.2	56.8	53.5
再现性限, $R(R=2.83S_R)$	1.4	1.4	1.4	1.47	1.47
结果范围/(mg/kg)	0.5~2.75	0.16~1.69	0.15~1.66	0.1~1.47	0.09~1.67
注: 从不同样品测试结果的 $r$ 和 $R$ 值来看, 本方法并不十分精确。但在目前的情况下, 方法整体的精密度还是可以接受的。表中测试结果的平均重复性限( $r$ )为 0.61, 平均再现性限( $R$ )为 1.43。					

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

动 植 物 油 脂

挥 发 性 有 机 污 染 物 的 测 定

气 相 色 谱 - 质 谱 法

GB/T 25225—2010/ISO 15303:2001

\*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行  
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号  
邮 政 编 码: 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话: 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

\*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字

2010 年 12 月 第 一 版 2010 年 12 月 第 一 次 印 刷

\*

书 号: 155066·1-40683 定 价 16.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话: (010)68533533

表 A.1 (续)

样品编号	商品食用油样品中可能含有的化合物列表 <sup>a</sup>	油中添加待测物浓度/(mg/kg)
H	异丙苯 Cumene 吡啶 Pyridine 苯 BENZENE	1.04

<sup>a</sup> 名称用大写字母标识的化合物是实际存在于油样中的污染物。但是,测试结束后这些信息才告知分析者。

表 A.2 第一次实验室间测试结果的统计分析

项 目	样 品							
	A	B	C	D	E	F	G	H
实验室数目	7	7	7	7	7	7	7	7
检测到浓度平均值/(mg/kg)	1.11	1.32	1.53	1.05	1.58	1.18	0.83	0.91
添加浓度/(mg/kg)	1.12	1.25	1.29	1.03	1.04	1.10	1.04	1.04
重复性可接受的结果数目	2	2	3	2	3	2	2	3
重复性标准偏差, $S_r$ /(mg/kg)	0.15	0.08	0.12	0.08	0.13	0.04	0.11	0.04
重复性变异系数/%	13.7	5.6	15.9	6.6	19.4	3.5	14.3	4.0
重复性限, $r(r=2.83S_r)$	0.43	0.23	0.62	0.21	0.51	0.11	0.31	0.11
再现性测定的可接受结果的数目	7	6	7	6	5	6	6	7
再现性标准偏差, $S_R$ /(mg/kg)	0.64	0.57	1.09	0.29	1.80	0.43	0.44	0.18
再现性变异系数/%	58.2	42.2	79.0	29.7	13.5	36.8	53.0	19.6
再现性限, $R(R=2.83S_R)$	1.82	1.61	3.09	0.81	5.09	1.22	1.25	0.51
结果范围/(mg/kg)	0.58~ 2.50	0.58~ 2.10	0.57~ 3.50	0.68~ 1.30	0.40~ 4.73	0.4~ 1.7	0.17~ 1.37	0.6~ 1.10

注:从不同样品测试结果的  $r$  和  $R$  值来看,本方法并不十分精确。但在目前的情况下,方法整体的精密度还是可以接受的。表中测试结果的平均重复性限( $r$ )为 0.36,平均再现性限( $R$ )为 2.38。

## A.3 1994 年第二次实验室间实验

参与的实验室数目:来自 7 个国家的 16 个实验室。

提交结果的实验室数目:来自 5 个国家的 9 个实验室。

向参与者提供了贴有 I 到 K 标签的 3 种食用油。为了模拟实际情况,测试人员被告知污染物是提供的三种化合物中的一种。试样详情见表 A.3,统计结果见表 A.4。

表 A.3 第二次检测用商品食用油样品

样品编号	商品食用油样品中可能含有的化合物列表 <sup>a</sup>	油中添加待测物浓度/(mg/kg)
I	丙烯酸-2-乙基己酯 2-Ethyl hexyl acrylate 丙烯酸乙酯 ETHYL ACRYLATE 乙酸乙烯酯 Vinyl acetate	1.03
J	<i>N,N</i> -二甲基苯胺 <i>N,N</i> -Dimethylaniline 1,2-环氧基-3-氯丙烷 Epichlorhydrin 1,3-二氯丙烯 1,3-Dichloropropen	
K	异丙苯 CUMENE 四氯乙稀 Tetrachloroethylene <i>N</i> -甲基- <i>N</i> -乙基苯胺 <i>N,N</i> -Ethylmethylaniline	1.25

<sup>a</sup> 名称用大写字母标识的化学物质是实际存在于油样当中的污染物。但是,测试结束后这些信息才告知分析者。J 是空白。

## 前 言

本标准等同采用 ISO 15303:2001《动植物油脂 挥发性有机污染物的测定 气相色谱-质谱法》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

——删除国际标准的前言;

——用等同采用的 GB/T 15687 代替 ISO 661:1989;

——将“氦气,化学纯”改为“氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ ”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:武汉产品质量监督检验所、武汉工业学院。

本标准主要起草人:江小明、陈曦、何东平、张世彦、卢跃鹏、邓春波、曾爱民、林建国、杨永。