

中华人民共和国国家标准

GB/T 26635—2025/ISO 9936:2016

代替 GB/T 26635—2011

动植物油脂 生育酚及生育三烯酚 含量测定 高效液相色谱法

Animal and vegetable fats and oils—Determination of tocopherol and
tocotrienol contents—High-performance liquid chromatography

(ISO 9936:2016, Animal and vegetable fats and oils—Determination of
tocopherol and tocotrienol contents by high-performance liquid
chromatography, IDT)

2025-12-31 发布

2026-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 26635—2011《动植物油脂 生育酚及生育三烯酚含量测定 高效液相色谱法》，与 GB/T 26635—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围(见第1章,2011年版的第1章)；
- 更改了流动相(见5.4,2011年版的5.4)；
- 将试剂中正己烷更改为正庚烷(见9.2.1,2011年版的9.2.1)。

本文件等同采用 ISO 9936:2016《动植物油脂 高效液相色谱法 测定生育酚及生育三烯酚含量》。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

- 为与现有标准协调,将标准名称改为《动植物油脂 生育酚及生育三烯酚含量测定 高效液相色谱法》；
- 将6.1中的段改为按顺序列项,以方便阅读使用。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本文件起草单位：中粮工科(西安)国际工程有限公司、河南华测检测技术有限公司、中储粮质检中心有限公司、陕西联同通用标准技术服务有限公司、贵州省林业调查规划院、陕西海斯夫生物工程有限公司、国贸食品科学研究院有限公司、贵阳学院、国家粮食和物资储备局科学研究院、武汉轻工大学、江南大学、河南工业大学、重庆酉州油茶科技有限公司、陕西省粮油科学研究院、中粮工科检测认证有限公司。

本文件主要起草人：任春明、李俊超、秦学磊、单晓雪、杨红梅、顾艳文、常云鹤、李姝、温煜、韦汉渝、孟永宏、刘佳、苗雨田、陈修红、薛雅琳、段章群、何东平、张四红、王兴国、刘玉兰、周万猛、刘梁、侯俊财、冯红霞、姜友军、罗世龙、蒋敏、樊艳妮、龚珊、王苹、杨青博。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2011年首次发布为 GB/T 26635—2011；
- 本次为第一次修订。

动植物油脂 生育酚及生育三烯酚 含量测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了用高效液相色谱(HPLC)测定动植物油脂中游离 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚及生育三烯酚含量的方法。

本文件适用于动植物油脂中生育酚及生育三烯酚含量的测定,对于含有生育酚酯及生育三烯酚酯的产品,先对其进行皂化处理。

本文件不适用于牛奶及奶制品(含来源于牛奶及奶制品的脂肪)。

注:在附录B中描述了低温皂化的适宜方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 661 动植物油脂 试样的制备(Animal and vegetable fats and oils—Preparation of test sample)

注:GB/T 15687—2008 动植物油脂 试样的制备(ISO 661:2003,IDT)

3 术语和定义

3.1

生育酚含量 tocol content

使用本文件规定的方法测定的单体生育酚的质量分数。

注:含量以毫克每千克表示为整数。

4 原理

将测试样品溶解在正庚烷中,通过高效液相色谱将各单体进行分离,用标准溶液测定的校正系数计算生育酚和生育三烯酚的含量。

5 试剂

所用试剂均为色谱级或相同等级。

5.1 α -、 β -、 γ -及 δ -生育酚和生育三烯酚标准物质。

无生育酚标准物质时,用小麦胚芽油和大豆油的混合物来确认 α -、 β -、 γ -及 δ -生育酚。

无生育三烯酚标准物质时,可用棕榈油来确认 α -和 γ -生育三烯酚,获得的色谱图能用来辅助识别测试样品色谱图的峰,在这种情况下,宜使用相应生育酚的校准系数。

注： α -、 β -、 γ -及 δ -生育酚和生育三烯酚标准物质能从 Merck¹⁾ 公司获取。 α -生育酚能从多家供应商处获得。生育三烯酚标准品能从 Sigma Aldrich²⁾ 公司获得。据报道，一些市售生育酚标准品的纯度在 85%~100% 之间。因此有必要用紫外分光光度计测定所配标准溶液的浓度(见 9.1.1)。

5.2 四氢呋喃：用 HPLC 尼龙过滤器过滤(0.45 μ m)。

5.3 正庚烷：用 HPLC 尼龙过滤器过滤(0.45 μ m)。

5.4 高效液相色谱流动相。

任何已被证明能达到表 2(生育酚和生育三烯酚的相对保留时间)和附录 A(植物油混合物色谱)中所示色谱分离峰分辨率的溶剂混合物宜被使用(见附录 C 的表 C.3)。

通过使用以 5%(体积分数)叔丁基甲基醚+ 95%(体积分数)正庚烷的混合物和二醇基柱，能实现 γ -生育酚和 β -生育三烯酚的良好分离。

准备合适的流动相，3.85%(体积分数)的四氢呋喃正庚烷溶液的制备方法如下：用 1 000 mL 量筒(6.5)量取 1 000 mL 正庚烷(5.3)置于 2 L 瓶中，用 20 mL 移液管(6.6)添加两次 20 mL 四氢呋喃(5.2)，用超声波发生器(6.8)将流动相混匀均质 15 min。

5.5 甲醇。

6 仪器

除常用试验仪器外，还包含以下仪器。

6.1 高效液相色谱系统组成如下：

- 高压泵；
- 进样器；
- 柱温箱，柱温可调在 25 °C(可选)；
- 荧光检测器，具有 295 nm 激发波长和 330 nm 的发射波长；
- 数据处理系统。

宜使用荧光检测器。若无荧光检测器，也可使用紫外检测器。如果使用紫外检测器，波长应设置为 292 nm。

6.2 高效液相色谱分析柱。

250 mm×4 mm，填充平均粒径约为 5 μ m 的二醇微粒或 250 mm×4.6 mm，填充平均粒径约为 5 μ m 的二氧化硅微粒。

注 1：市售的合适的二醇基硅胶柱的填料是 5 μ m 粒径的 LiChrospher 100 Diol，市售的合适的硅胶柱的填料是 5 μ m 粒径的 LiChrosob SI 60 和 Kromasil 100³⁾。当样品中含有 β -生育三烯酚时，优先使用二醇基硅胶柱，因为使用硅胶柱时 γ -生育酚和 β -生育三烯酚会被同时洗脱。

注 2：柱的长度和直径能根据实验条件做相应选择。

注 3：两种类型的柱子已经做了精度数据的评估(见附录 C)。

1) Merk 公司生产的生育酚标准品(set 613424)可从 Calbiochem 公司购买(www.calbiochem.com)。每瓶包装含 50 mg 的 DL- α -生育酚、 d - β -生育酚、 d - γ -生育酚和 d - δ -生育酚(每种成分)，HPLC 纯度为 95%。Merk 公司生产的生育三烯酚标准品(set 613432)也可从 Calbiochem 公司购买，每瓶包装含 50 mg 的 α -、 β -、 γ -及 δ -生育三烯酚，HPLC 纯度为 95% (γ -生育三烯酚为 75%)。给出这一信息是为了方便本文件使用者，并不表示对该产品的认可。如果其他产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。

2) 生育三烯酚可从 Sigma Aldrich (www.sigmaaldrich.com)和 Chromadex (www.chromadex.com)购买，纯度在 65%~98% 之间。给出这一信息是为了方便本文件使用者，并不表示对该产品的认可。如果其他产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。

3) 以上色谱柱是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本文件使用者，并不表示对这些产品的认可。如果其他产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。

- 6.3 紫外分光光度计:能在精确波长处准确测定,带 10 mm 比色皿。
- 6.4 旋转蒸发器。
- 6.5 量筒:1 000 mL。
- 6.6 移液管:5 mL、10 mL 和 20 mL。
- 6.7 容量瓶:50 mL 和 25 mL。
- 6.8 超声波发生器。

7 扦样

所取样品宜具有代表性。在运输储藏过程中不应受损或变质。
扦样不是本文件规定的内容,宜采用 ISO 5555 中的采样方法。

8 样品制备

样品为液体时,按 ISO 661 所述方法通过均质化制备测试样品,但宜避免过滤。
样品为固体时,取具有代表性物质(不少于样品的 10%)于烧杯中,在不超过 40 ℃ 的水浴中融化,并轻微振荡混匀。
样品制备宜在可行条件下于柔光下进行,且在所有情况下都要避开阳光直射。

9 操作步骤

重要提示:在分析过程中生育酚的氧化可能导致试验结果偏低,氧化速度随着碱、热和光的影响而增加,检测时宜避免这些因素的影响。

9.1 标准溶液的制备

9.1.1 标准储备液

称量 10 mg±1 mg 标准物质(5.1)于 50 mL 容量瓶(6.7)中,用正庚烷(5.3)稀释至刻度,制备每种生育酚的标准储备液。
用移液管(6.6)吸取 5 mL 储备液至棕色玻璃圆底烧瓶中,在温度不超过 40 ℃ 真空条件下,用旋转蒸发器(6.4)除去正庚烷。立即通入氮气消除真空并取下圆底烧瓶。用移液管向烧瓶中注入 10 mL 甲醇(5.5)振荡溶解残余物,用带 10 mm 比色皿的紫外分光光度计(6.3),在 270 nm~310 nm 之间选择适当的波长(见表 1)测吸光度,测得的吸光度宜在 0.2~0.8 之间,用吸光度除以表 1 中相应的校正系数计算浓度[用毫克每毫升(mg/mL)表示]。

表 1 校正系数

波长/ nm	生育酚	校正系数
292	α -生育酚	0.007 6
296	β -生育酚	0.008 9
298	γ -生育酚	0.009 1

表 1 校正系数 (续)

波长/ nm	生育酚	校正系数
298	δ-生育酚	0.008 7
注：以上参数是根据生育酚的 E 值 (1%/1 cm) 换算得到。例如，α-生育酚在 292 nm (在甲醇中) 的 E 值 (1%/1 cm) 为 76，因此，1 μg/mL 的 α-生育酚在 292 nm 的吸光度为 0.007 6。		

9.1.2 标准溶液

根据荧光检测器的灵敏度，宜配制合适的标准溶液。

以下述标准溶液的配制为例：分别取一定体积的标准储备液(9.1.1)混合，再用正庚烷稀释，使溶液含有 1 μg/mL~5 μg/mL 的各种标准物质。

标准溶液应现用现配。

所有溶液在 0℃~4℃之间避光储存。

标准储备液能储存于棕色试剂瓶中，在冰箱中最多放置一周。试剂瓶外可用铝箔包裹。

注：如果使用紫外检测器，标准溶液的浓度更高些。

9.2 实验参数的优化

9.2.1 若高效液相色谱分析柱(6.2)是新的或情况不明，或是其他原因需要处理，则按顺序用甲醇、二氯甲烷和正庚烷以 1 mL/min 的流速分别冲洗 10 min，再用高效液相色谱流动相(5.4)以 1 mL/min 的流速，冲洗分析柱至少 30 min。

警告：甲醇和二氯甲烷对人体和环境有一定的危险性，应谨慎操作。

9.2.2 取 10 μL 或 20 μL (根据检测器灵敏度)标准溶液(9.1.2)进样，必要时，调节流动相中四氢呋喃的含量和流速使色谱图达到如下的条件：

- a) α-生育酚的保留时间为 8 min~12 min；
- b) β-生育酚和 γ-生育酚的分离度不小于 1.0。对于大多数的基线分离，分离度按式(1)计算：

$$RF = \frac{d_r(I) - d_r(II)}{0.5 \times [b(I) + b(II)]} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

RF —— 分离度；

$d_r(I)$ —— γ-生育酚的保留距离；

$d_r(II)$ —— β-生育酚的保留距离；

$b(I)$ —— γ-生育酚峰的基线宽度；

$b(II)$ —— β-生育酚峰的基线宽度。

9.2.3 设置检测器和积分仪器的最佳操作条件，取 10 μL 或 20 μL 标准溶液(9.1.2)重复进样，检查色谱图的再现性。

9.3 测试溶液的制备

依据标准溶液(9.1.2)的浓度称取样品(第 8 章)0.25 g±0.1 g (精确至 1 mg)于 25 mL 容量瓶中，先加入一定量正庚烷(5.3)将样品溶解后，再用正庚烷稀释至刻度。如果溶液不清澈，用 0.45 μm 滤膜对溶液进行过滤。

测试溶液应避光,并在当天进行分析。

注:如有必要,配制浓度较高的溶液或者在进行色谱分离之前对溶液进行稀释。

9.4 测定

9.4.1 取 10 μL 或 20 μL (根据检测器灵敏度)标准溶液(9.1.2)进样,并且记录峰面积。

9.4.2 取 10 μL 或 20 μL (根据检测器灵敏度)测试溶液(9.3)进样,根据标准溶液色谱图确认各生育酚的峰,并记录峰面积。重复检测一次,以两次测量的平均值作为实验的测定结果。

再次取 10 μL ~20 μL (根据检测器灵敏度)标准溶液(9.1.2)测试,并记录峰面积。

各生育酚的相对保留时间见表 2。

表 2 样品中生育酚及生育三烯酚的相对保留时间

硅胶柱 (α -生育酚为参照物)		二醇基硅胶柱 (α -生育酚为参照物)	
α -生育酚=1.00	α -生育三烯酚=1.19	α -生育酚=1.00	α -生育三烯酚=1.24
β -生育酚=1.34	β -生育三烯酚=1.63	β -生育酚=1.59	β -生育三烯酚=2.03
γ -生育酚=1.63	γ -生育三烯酚=2.00	γ -生育酚=1.74	γ -生育三烯酚=2.22
δ -生育酚=2.24	δ -生育三烯酚=2.79	δ -生育酚=2.46	δ -生育三烯酚=3.19

10 结果表示

样品中 α -生育酚的含量 w 按式(2)计算:

$$w = \frac{\rho \times \overline{A}_t \times V}{\overline{A}_s \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w ——生育酚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——标准溶液中 α -生育酚的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)(9.1.2);

$\overline{A}_t$ ——样品的 α -生育酚峰面积的均值;

V ——测试溶液的体积($V=25 \text{ mL}$);

$\overline{A}_s$ ——标准物质 α -生育酚峰面积的均值;

m ——样品的质量,单位为克(g)(9.3)。

用同样的方法,计算样品中其他生育酚的含量。

如果只有 α -生育酚的标准溶液,则在报告结果时将所有生育酚类物质均参照该标准品进行测定,但在报告结果中要明确说明。如果使用了紫外检测器,仍需以 α -生育酚标准品为基准,但需使用 9.1.1 中给出的校正系数校正峰面积。结果以毫克每千克(mg/kg)整数表示。

注:生育三烯酚的荧光强度与相对应的生育酚相同,紫外的吸收强度也相似。

11 精密度

11.1 多个实验室的测试

本方法精度的实验室间试验的详细信息见附录 C。从这些实验室测试所得的结果不一定适应于除

给定之外的浓度或基质。

11.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 3 中给定的重复性限(r)的情况不超过 5%。

11.3 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 3 中所给的再现性限(R)的情况不超过 5%。

表 3 重复性限(r)和再现性限(R)

单位为毫克每千克

生育酚的含量	浓度范围	r	R
T_1 = 各个生育酚含量的平均值	0~2 220	$0.082\ 5T_1$	$0.209\ 4T_1$
T_2 = 各个三烯酚含量的平均值	10~210	$0.090\ 0T_2$	$0.255\ 2T_2$
T_3 = 总含量的平均值 (生育酚+三烯酚)	200~3 250	$0.071\ 8T_3$	$0.255\ 7T_3$

12 试验报告

试验报告应详细说明：

- a) 完成样品鉴定所需的全部信息；
- b) 试样的取样方法；
- c) 采用的检验方法；
- d) 所有在本文件中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能已经影响了试验结果的事件；
- e) 获取的结果及结果的表达方式；
- f) 如验证了重复性,列出结果。

附录 A
(资料性)
样品的色谱图

添加 α -生育酚醋酸盐的植物油混合物的色谱图见图 A.1。

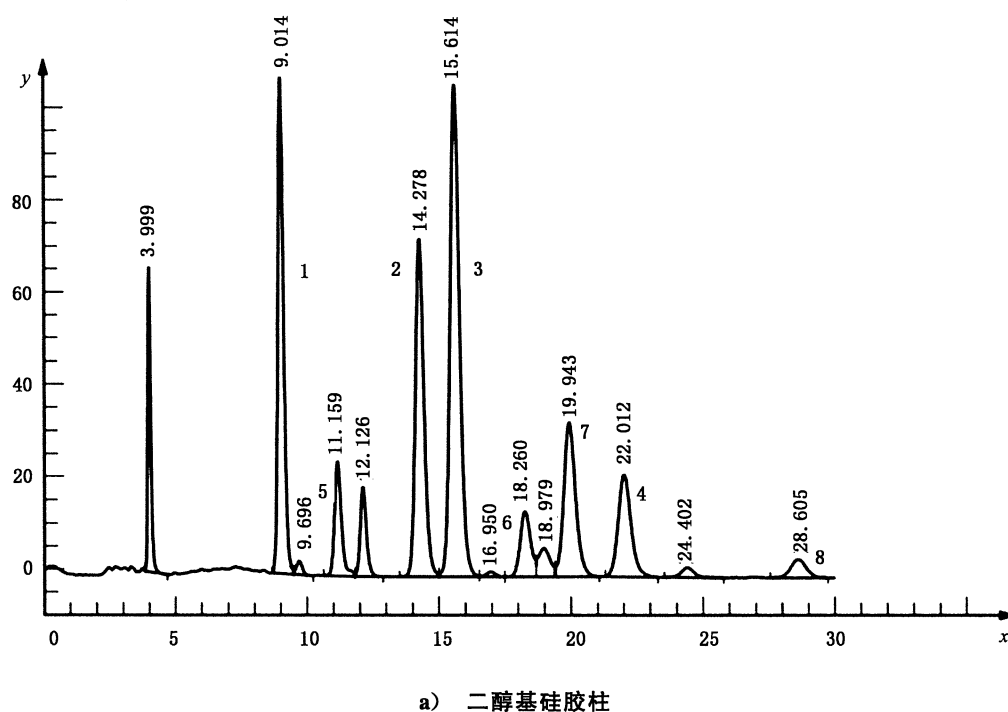
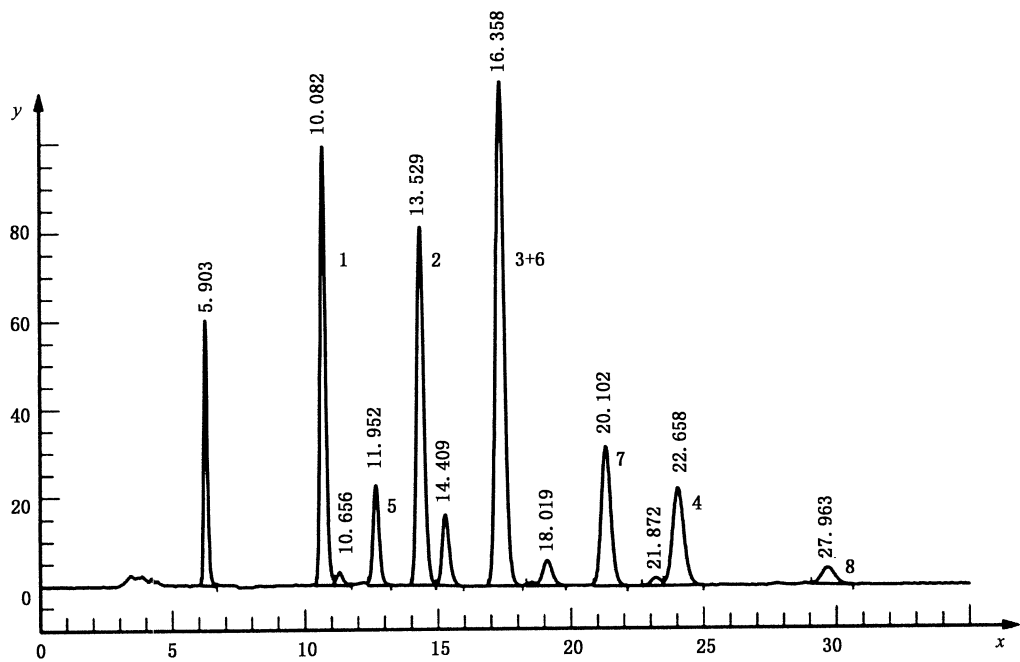


图 A.1 添加 α -生育酚醋酸盐的植物油混合物(大豆油、葡萄籽油、小麦胚芽油、棕榈油)



b) 硅胶柱

标引序号说明:

- 1—— α -生育酚;
- 2—— β -生育酚;
- 3—— γ -生育酚;
- 4—— δ -生育酚;
- 5—— α -生育三烯酚;
- 6—— β -生育三烯酚;
- 7—— γ -生育三烯酚;
- 8—— δ -生育三烯酚。

检测条件:

流动相:体积分数为 3.85% 四氢呋喃正庚烷溶液;

流速:1 mL/min;

检测器:荧光检测器。

注:色谱图的横轴(x 轴)表示时间[单位为分(min)],纵轴(y 轴)表示响应强度(丰度)。

图 A.1 添加 α -生育酚醋酸盐的植物油混合物(大豆油、葡萄籽油、小麦胚芽油、棕榈油)(续)

附录 B

(资料性)

皂化

B.1 概述

分析已知生育酚酯、生育酚和生育三烯酚酯含量的样品时,建议对样品进行低温皂化分析。

B.2 试剂

所有试剂均为分析纯。

B.2.1 乙醇,94%~96%(质量分数)。

B.2.2 无水乙醇,≥99.7%(质量分数)。

B.2.3 焦磷酸。

B.2.4 氢氧化钾溶液,质量分数 60%水溶液。

B.2.5 乙醚:无过氧化物,含 0.1%焦磷酸。

B.2.6 盐酸, $c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

B.2.7 无水硫酸钠。

B.2.8 水:符合 ISO 3696 三级标准的要求。

B.3 操作步骤

警告:需要特别注意皂化温度和时间,否则可能会导致酯类化合物的低回收率。

称量约 2 g 混合均匀的样品于 100 mL 的平底烧瓶中,加入约 8 mL 的乙醇(B.2.1)轻微振荡溶化测试样品,再加入 100 mg 焦磷酸(B.2.3)旋流溶解。

向烧瓶中通入氮气,添加 4 mL 氢氧化钾溶液(B.2.4),再次通入氮气,用玻璃瓶塞密封。将烧瓶置于 26 °C 的水浴中,剧烈振荡反应 10 min,直至皂化完全。所有操作在避光下进行,使用棕色玻璃器皿或用铝箔包裹烧瓶。

向烧瓶中加入 50 mL 水(B.2.8),定量转移到 250 mL 的分液漏斗中,用 50 mL 的乙醚(B.2.5)冲洗烧瓶,将洗液转移到漏斗。剧烈振荡分液漏斗 1 min,期间注意排气。静止分层,将水层放入另一分液漏斗中。再用 30 mL 乙醚提取水层四次,合并醚层。

用 50 mL 水洗涤醚层(轻微振荡避免乳化),弃去水层后再用 30 mL 的盐酸(B.2.6)洗涤,再弃去水层,加入约 3 g 无水硫酸钠(B.2.7)轻微混匀以吸收水分。用滤纸将乙醚提取物过滤,再将滤液置于棕色旋转蒸发器烧瓶中。在真空温度不超过 40 °C 的蒸馏除醚。如果瓶子里还有液体残留物,加入无水乙醇(B.2.2),蒸发至干燥。

用正庚烷(5.3)清洗烧瓶的侧面,定量转移到 50 mL 的容量瓶,用正庚烷稀释至合适浓度(如 9.3 所述),再按 9.4 进行操作。

附录 C

(资料性)

多个实验室测试结果

本方法的精密度试验是 2003 年组织多个实验室进行的。执行方法与 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 一致。在这项测试中,来自 4 个国家的 12 个实验室参与其中,样品包含 8 种类型的油脂(见表 C.1),统计结果汇总在表 C.2 中。

本试验参与者使用的各种类型的 HPLC 流动相见表 C.3。6 名参与者使用硅胶柱,6 名参与者使用二醇柱。因此,表 C.2 给出的统计结果对这两种柱都有效。

表 C.1 样品

样品编号	油脂类型
样品 A	小麦胚芽油
样品 B	50%小麦胚芽油+50%玉米油
样品 C	25%小麦胚芽油+75%玉米油
样品 D	25%小麦胚芽油+75%玉米油
样品 E	10%小麦胚芽油+90%玉米油
样品 F	25%小麦胚芽油+75%玉米油
样品 G	棕榈油
样品 H	初榨橄榄油

表 C.2 统计结果

项目		A	B	C	D	E	F	G	H
α -生育酚	参与实验室数量	12	12	12	12	12	12	12	12
	剔除非正常值后保留的实验室数量	12	12	12	12	12	12	11	11
	所有实验室测得结果的数量	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0	22.0	22.0
	平均值/(mg/kg)	2214.5	1284.8	813.7	662.8	311.5	625.0	106.5	193.1
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	68.3	34.9	24.3	18.4	10.4	25.4	5.0	7.8
	重复性相对标准偏差/%	3.1	2.7	3.0	2.8	3.3	4.1	4.7	4.0
	重复性限(r)/(mg/kg)	191.3	97.7	68.1	51.5	29.1	71.1	13.9	21.7
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	173.1	87.9	56.4	48.5	20.9	38.1	7.1	11.4
	再现性变异系数/%	7.8	6.8	6.9	7.3	6.7	6.1	6.6	5.9
	再现性限(R)/(mg/kg)	484.7	246.1	157.8	135.9	58.4	106.6	19.7	31.8

表 C.2 统计结果 (续)

项目		A	B	C	D	E	F	G	H
β -生育酚	参与实验室数量	12	12	12	12	12	12	7	9
	剔除非正常值后保留的实验室数量	12	12	12	12	12	12	7	9
	所有实验室测得结果的数量	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0	14.0	18.0
	平均值/(mg/kg)	841.4	417.8	212.5	214.5	79.1	202.6	0.7	2.2
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	22.6	6.8	5.1	6.1	2.8	7.6	0.0	0.3
	重复性相对标准偏差/%	2.7	1.6	2.4	2.8	3.5	3.7	0.0	15.0
	重复性限(r)/(mg/kg)	63.4	19.0	14.3	17.1	7.8	21.2	0.0	0.9
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	108.3	55.7	24.7	26.3	10.2	25.9	1.1	0.7
	再现性变异系数/%	12.9	13.3	11.6	12.3	12.9	12.8	155.8	29.8
	再现性限(R)/(mg/kg)	303.1	156.0	69.1	73.8	28.7	72.4	3.1	1.9
γ -生育酚	参与实验室数量	10	12	12	12		8		12
	剔除非正常值后保留的实验室数量	6	11	7	9		8		12
	所有实验室测得结果的数量	12.0	22.0	14.0	18.0		16.0		24.0
	平均值/(mg/kg)	19.5	403.8	546.6	325.4		3.6		13.8
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	1.4	7.5	11.7	10.5		0.4		1.1
	重复性相对标准偏差/%	7.3	1.9	2.1	3.2		9.8		8.1
	重复性限(r)/(mg/kg)	4.0	21.0	32.7	29.4		1.0		3.1
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	2.4	62.9	12.3	19.2		2.2		4.2
	再现性变异系数/%	12.5	15.6	2.3	5.9		59.7		30.2
	再现性限(R)/(mg/kg)	6.8	176.0	34.5	53.8		6.1		11.6
δ -生育酚	参与实验室数量		12	12	12				
	剔除非正常值后保留的实验室数量		10	12	12				
	所有实验室测得结果的数量		20.0	24.0	24.0				
	平均值/(mg/kg)		13.0	20.0	71.0				
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)		0.6	1.7	2.5				
	重复性相对标准偏差/%		4.9	8.5	3.5				
	重复性限(r)/(mg/kg)		1.8	4.7	6.9				
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)		2.7	3.9	8.3				
	再现性变异系数/%		20.8	19.3	11.6				
	再现性限(R)/(mg/kg)		7.6	10.8	23.1				

表 C.2 统计结果 (续)

项目		A	B	C	D	E	F	G	H
α -生育三烯酚	参与实验室数量	9	9	8	7	9	9	9	
	剔除非正常值后保留的实验室数量	7	7	7	7	8	8	8	
	所有实验室测得结果的数量	14.0	14.0	14.0	14.0	16.0	16.0	16.0	
	平均值/(mg/kg)	42.0	25.1	18.1	10.1	149.7	138.1	162.5	
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	1.1	1.2	0.8	0.9	5.3	7.4	5.0	
	重复性相对标准偏差/%	2.5	4.9	4.7	8.8	3.6	5.4	3.1	
	重复性限(r)/(mg/kg)	3.0	3.4	2.4	2.5	14.9	20.8	14.0	
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	24.7	12.0	6.3	6.7	12.6	26.3	11.0	
	再现性变异系数/%	58.7	47.8	34.6	66.2	8.4	19.1	6.7	
	再现性限(R)/(mg/kg)	69.0	33.6	17.6	18.7	35.3	73.7	30.7	
β -生育三烯酚	参与实验室数量	7	7	7	7	9	9	8	
	剔除非正常值后保留的实验室数量	6	7	6	6	8	9	7	
	所有实验室测得结果的数量	12.0	14.0	12.0	12.0	16.0	18.0	14.0	
	平均值/(mg/kg)	113.5	63.7	34.3	28.6	23.9	37.7	15.8	
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	3.0	2.5	0.9	1.0	2.0	2.9	2.1	
	重复性相对标准偏差/%	2.6	4.0	2.5	3.3	8.2	7.6	13.4	
	重复性限(r)/(mg/kg)	8.3	7.1	2.4	2.7	5.5	8.1	5.9	
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	54.8	34.3	26.0	20.4	8.3	14.1	3.7	
	再现性变异系数/%	48.3	53.8	75.9	71.4	34.6	37.3	23.7	
	再现性限(R)/(mg/kg)	153.6	96.1	72.8	57.1	23.2	39.4	10.5	
γ -生育三烯酚	参与实验室数量			8		9	9	9	
	剔除非正常值后保留的实验室数量			7		6	6	6	
	所有实验室测得结果的数量			14.0		12.0	12.0	12.0	
	平均值/(mg/kg)			3.6		185.3	152.1	205.2	
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)			0.7		3.4	4.9	6.3	
	重复性相对标准偏差/%			19.4		1.9	3.2	3.1	
	重复性限(r)/(mg/kg)			2.0		9.6	13.6	17.6	
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)			1.9		8.1	6.9	8.5	
	再现性变异系数/%			53.0		4.4	4.5	4.2	
	再现性限(R)/(mg/kg)			5.4		22.8	19.3	23.9	

表 C.2 统计结果（续）

项目		A	B	C	D	E	F	G	H
δ-生育三烯酚	参与实验室数量					10	9	9	
	剔除非正常值后保留的实验室数量					9	8	9	
	所有实验室测得结果的数量					18.0	16.0	18.0	
	平均值/(mg/kg)					40.8	35.3	47.7	
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)					2.1	1.6	1.4	
	重复性相对标准偏差/%					5.0	4.6	2.9	
	重复性限(r)/(mg/kg)					5.8	4.6	3.9	
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)					4.4	4.1	6.6	
	再现性变异系数/%					10.8	11.7	13.8	
	再现性限(R)/(mg/kg)					12.4	11.6	18.4	
总含量	参与实验室数量	12	12	12	12	12	12	12	12
	剔除非正常值后保留的实验室数量	9	9	9	8	8	8	6	11
	所有实验室测得结果的数量	18.0	18.0	18.0	16.0	16.0	16.0	12.0	22.0
	平均值/(mg/kg)	3 248.8	2 209.4	1 708.7	1 290.4	813.7	1 192.1	552.5	210.6
	重复性标准偏差(S_r)/(mg/kg)	91.1	47.4	33.6	39.8	22.4	32.5	14.8	8.8
	重复性相对标准偏差/%	2.8	2.1	2.0	3.1	2.7	2.7	2.8	4.2
	重复性限(r)/(mg/kg)	255.1	132.6	94.0	111.3	62.7	90.9	41.5	24.6
	再现性标准偏差(S_R)/(mg/kg)	292.3	217.5	161.2	62.3	98.2	85.2	17.1	14.9
	再现性变异系数/%	9.0	9.8	9.4	4.8	12.0	7.1	3.3	7.1
	再现性限(R)/(mg/kg)	818.4	609.1	451.3	174.4	274.8	238.5	47.8	41.6
注：浓度平均值,重复性和重复性限以 mg/kg 表达。									

表 C.3 在 2003 年多个实验室测试中使用的高效液相色谱流动相

洗脱液混合物	参与试用洗脱液的数量
体积分数 3.85%的四氢呋喃正庚烷溶液	2
四氢呋喃+正庚烷(1+99)	1
四氢呋喃+正庚烷(2+98)	1
<i>t</i> -甲基叔丁基醚+正庚烷(4+96)	1
5%的 <i>t</i> -甲基叔丁基醚正庚烷溶液	1
6%的 <i>t</i> -甲基叔丁基醚异己烷溶液	1
<i>t</i> -甲基叔丁基醚+正庚烷(5+95)	1
<i>t</i> -甲基叔丁基醚+异辛烷(4+96)	1

表 C.3 在 2003 年多个实验室测试中使用的高效液相色谱流动相（续）

洗脱液混合物	参与试用洗脱液的数量
2.8%的二恶烷正庚烷溶液	1
二噁英+异辛烷(3+97)	1
异丙醇+正庚烷(0.5+99.5)	1

参 考 文 献

- [1] ISO 3696 Water for analytical laboratory use—Specification and test methods
 - [2] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils—Sampling
 - [3] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—
Part 1: General principles and definitions
 - [4] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—
Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measure-
ment method
-