

研究论文

# 生活用纸中荧光增白剂协同实验评价分析

郭礼强 孙 军 田国华 许文娟 田国宁 张金玲  
(潍坊海关, 山东潍坊, 261041)

**摘要:** 以生活用纸中荧光增白剂检测为实例, 通过分析9家协同实验室在相同检测条件下、利用同一新制定标准检测的数据, 探讨并建立了生活用纸中荧光增白剂协同实验评价分析方法。通过设计合理的验证方案, 对新研制标准的精确度和正确度进行了验证。结果表明, 该分析方法清晰、模式简便, 可为标准研制人员提供思路, 并可用于纸制品有关标准适用性和重复性的评价分析。

**关键词:** 生活用纸; 荧光增白剂; 协同实验; 评价分析

中图分类号: TS761.6

文献标识码: A

DOI: 10.11981/j.issn.1000-6842.2021.01.20

标准是规则、导则或特性的文件, 并需经过一个公认机构的批准<sup>[1]</sup>。在制定标准时, 标准研究人员仅在本实验室对标准的回收率和精密度进行了验证, 缺少外部实验室数据比对和验证评价方法, 可能会导致标准发布后存在适用性不足的问题。对于一项新制定的标准, 适用性非常关键, 如果新发布的标准重现性和再现性差, 检测数据不可重复, 不仅阻碍检测技术的发展, 而且容易误导检测者和数据使用者, 从而影响消费者的利益和健康。因此, 标准制定和管理机构及标准研究人员一定要重视标准的适用性, 通过多种手段和渠道来检验标准的适用性。

本研究在生活用纸荧光增白剂标准制定过程中, 借助对9家协同实验室在使用相同的标准品和样品、利用同一新制定的标准检测的数据, 结合统计学方法对如何评价新标准的适用性做了初步研究和探索。荧光增白剂是生活用纸企业广泛添加的、具有经济效益的助剂, 但其对人体有害<sup>[2-4]</sup>。目前, 荧光增白剂的检测手段主要有光谱法<sup>[5-6]</sup>和色谱法<sup>[7-9]</sup>。本研究对本实验室制定的生活用纸中荧光增白剂检测标准(SN/T 5153—2019)的适用性进行了评价, 旨在以紫外光谱法测定生活用纸中荧光增白剂VBL为参照, 建立一种快速、准确的评价新研发方法或标准的技术方法, 从而为标准制定者、标准发布和监管部门及标准使用部门提供一定的技术支持。

## 1 评价方法

### 1.1 研究目的

根据《化学检测方法验证程序(试行)》要求, 选择9家检验检疫轻工产品检验标准化技术委员会认可的实验室对标准SN/T 5153—2019的标准曲线、线性相关系数、精密度进行了协同实验验证, 9家实验室分别被命名为实验室1~实验室9。

### 1.2 实验材料

将卫生卷纸剪成5 mm × 5 mm大小, 向各卫生卷纸样品中分别添加一定量荧光增白剂VBL后, 使各样品中荧光增白剂VBL的浓度分别为200 mg/kg、500 mg/kg和1500 mg/kg, 置于密封袋中保存(各浓度样品质量均大于20 g), 根据文献[10]和[11]对样品的均匀性进行了检验。

### 1.3 实验方法

按照本实验室研制的行业标准SN/T 5153—2019检测各样品中的荧光增白剂含量, 每个样品平行测定3次, 然后进行标准方法的适用性和重复性评价分析。

### 1.4 评价方法

根据GB/T 6379.1—2004<sup>[12]</sup>、GB/T 6379.2—2004<sup>[13]</sup>和GB/T 6379.4—2006<sup>[14]</sup>对检测结果进行分析评价, 每个实验室的每个样品提交3个测试结果。

收稿日期: 2020-03-02

基金项目: 出入境检验检疫行业标准制修订计划项目(2015B187K, 2015B186K)。

作者简介: 郭礼强, 男, 1980年生; 硕士, 高级工程师; 主要研究方向: 农药、兽药和有毒有害物质检测。

E-mail: glq1980@sina.com

## 1.5 数据汇总

将9家实验室的检测数据按照9因素3水平的方式绘制表格,结果见表1。由表1可知,各实验室检测得的数据比较稳定、均一。

## 2 方法适用性评价

### 2.1 单元平均值的计算

平均值是对检测结果偏差最简单直接的评价方法。根据各实验室检测得到的数据结果,按式(1)计算每个单元的平均值,结果见表2。

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad (1)$$

式中,  $\bar{y}_{ij}$  为单元平均值;  $n_{ij}$  为第  $i$  个实验室在水平  $j$  单元的测试结果数;  $y_{ijk}$  为该单元的第  $k$  个测试结果 ( $k=1, 2, \dots, k$ )。

由表2可知,各实验室的每个样品检测数据的平

表1 9家实验室原始数据统计表

Table 1 Statistical table of raw data from 9 labs

实验室 $i$	水平 $j$		
	1	2	3
1	186.3	450.2	1422.6
	187.2	453.9	1425.4
	186.4	452.6	1427.2
2	186.9	451.2	1422.5
	187.2	452.7	1431.6
	186.8	454.6	1427.2
3	189.6	451.5	1423.5
	188.9	454.2	1430.9
	186.9	452.6	1424.5
4	187.1	451.3	1422.6
	186.8	454.5	1431.6
	186.9	452.6	1427.2
5	183.5	456.4	1422.5
	186.3	453.7	1428.9
	186.1	452.6	1427.2
6	187.6	456.1	1425.4
	189.3	454.6	1432.8
	188.2	455.6	1427.2
7	183.8	453.1	1423.1
	185.2	453.9	1430.2
	183.7	454.1	1425.1
8	182.5	450.4	1421.9
	184.2	452.5	1421.6
	182.7	450.2	1425.4
9	182.1	457.2	1425.4
	182.7	453.5	1431.5
	182.1	455.4	1427.4

表2 单元平均值 ( $n=3$ )

Table 2 Average value per unit ( $n=3$ )

实验室 $i$	水平 $j$		
	1	2	3
1	186.63	452.23	1425.07
2	186.97	452.83	1427.10
3	188.47	452.77	1426.30
4	186.93	452.80	1427.13
5	185.30	454.23	1426.20
6	188.37	455.43	1428.47
7	184.23	453.70	1426.13
8	183.13	451.03	1422.97
9	182.30	455.37	1428.10
单元平均值的均值	185.81	453.38	1426.39

注  $n$  为每个样品实际进行的分析次数。

均值和单元平均值的均值相差不大,表明数据结果分析比较理想。但平均值使所有数据平均化,掩盖了偏大偏小的数据,忽视了单个数据差异,使得分析者忽略了变动和误差;而实际情况中,各实验室的检测数据有一定的分散,有些数据是不均衡的。因此,在评估制定标准方法的适用性时,在采用平均数的同时还需要配合使用变异指标等来反映平均数的代表性和总体分布的离散趋势。

### 2.2 标准差的计算

标准差是数据和平均数偏离大小的平均值,是方差的算术平方根,反映一个数据集的离散程度。不同实验室测得的数据平均数相同时,其标准差有可能偏差较多,标准差比平均值能体现更多的信息,如精密度。按式(2)计算每个单元的标准差,结果见表3。

$$S_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad (2)$$

式中,  $S_{ij}$  为单元标准差。

从表3可以看出,在同样的条件下,与其他实验室相比,实验室3和实验室5在第1水平的标准差偏大,实验室6和实验室7在第2水平的标准差偏小,实验室1和实验室8在第3水平的标准差偏小。

### 2.3 一致性和离群值检查

#### 2.3.1 一致性检查

在数据分析时,可以用一致性检查来判断分析方法在预测结果中是否具有的一致性,即进一步验证所采用的标准方法测得的实际结果是否能达到预期的效果,通过曼德尔统计量分析去除偏离(超过)临界值的结果。根据GB/T 6379.2—2004要求、按式(3)和式(4)计算曼德尔统计量  $h$  和  $k$ ,结果见表4和表5。

表3 单元标准差 $S(n=3)$   
Table 3 Standard deviation per unit ( $n=3$ )

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>		
	1	2	3
1	0.4933	1.8771	2.3180
2	0.2082	1.7039	4.5508
3	1.4012	1.3577	4.0150
4	0.1528	1.6093	4.5004
5	1.5620	1.9553	3.3151
6	0.8622	0.7638	3.8592
7	0.8386	0.5292	3.6611
8	0.9292	1.2741	2.1127
9	0.3464	1.8502	3.1097

表4 曼德尔 $h$ 值检验  
Table 4 Test of Mandel statistics  $h$

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>		
	1	2	3
1	0.37023	-0.78912	-0.79739
2	0.52100	-0.37540	0.43229
3	1.19948	-0.42137	-0.05152
4	0.50592	-0.39839	0.45245
5	-0.23286	0.58992	-0.11199
6	1.15425	1.41734	1.25880
7	-0.71533	0.22218	-0.15231
8	-1.21288	-1.61654	-2.06739*
9	-1.58981	1.37138	1.03706

注 \*为歧离值,下同。

表5 曼德尔 $k$ 值检验  
Table 5 Test of Mandel statistics  $k$

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>		
	1	2	3
1	0.55370	1.24089	0.64602
2	0.23366	1.12644	1.26827
3	1.57278	0.89755	1.11894
4	0.17146	1.06392	1.25421
5	1.75334*	1.29264	0.92389
6	0.96775	0.50491	1.07552
7	0.94135	0.34981	1.02030
8	1.04294	0.84229	0.58878
9	0.38883	1.22316	0.86664

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j}{\sqrt{\frac{1}{P_j - 1} \sum_{i=1}^{P_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2}} \quad (3)$$

$$k_{ij} = \frac{S_{ij} \sqrt{P_j}}{\sqrt{\sum S_{ij}^2}} \quad (4)$$

式中,  $h_{ij}$ 为曼德尔统计量 $h$ ;  $P_j$ 为*j*水平下的实验室测试结果数;  $\bar{y}_j$ 为*j*水平下的总平均值;  $k_{ij}$ 为曼德尔统计量 $k$ 。

查阅文献 [13]、结合表4和表5可知,表4中,实验室8在水平3的 $h$ 值为-2.06739,其绝对值大于显著性水平为5%时的临界 $h$ 值1.78,小于并接近显著性水平为1%时的临界 $h$ 值2.13,因此,此值为歧离值,建议舍弃。表5中,实验室5在水平1的 $k$ 值为1.75334,略大于显著性水平为5%时的临界 $k$ 值1.68,虽为歧离值,但可保留。

### 2.3.2 柯克伦检验

柯克伦检验可以用于检验标准检测数据的变异,按式(5)计算得到柯克伦检验的统计量 $C$ 值,列入单元标准差的柯克伦检验表,结果如表6所示。

$$C_j = \frac{S_{j\max}^2}{\sum_{i=1}^{P_j} S_{ij}^2} \quad (5)$$

式中,  $C_j$ 为*j*水平柯克伦检验的统计量值。

当计算所得统计量 $C$ 值 $>C_{0.01}$ (显著性水平为1%时的临界 $C$ 值),此时, $C$ 值为离群值,应该舍去;当 $C_{0.05}$ (显著性水平为5%时的临界 $C$ 值) $<$ 计算所得统计量 $C$ 值 $\leq C_{0.01}$ 值,此时, $C$ 值视为歧离值,应该考虑取舍;当计算所得统计量 $C$ 值 $\leq C_{0.05}$ ,此时, $C$ 值视为正常值,应该保留。

由表6可知,各实验室在各个水平的 $C$ 值分别为0.34158、0.18550和0.17872,均 $\leq C_{0.05}$ ( $C_{0.05}=0.478$ ),没有歧离值和离群值,所有数据均为正常值。

表6 单元标准差的柯克伦检验  
Table 6 Cochran's test of unit variance

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>		
	1	2	3
1	0.24333	3.52333	5.37333
2	0.04333	2.90333	20.71000
3	1.96333	1.84333	16.12000
4	0.02333	2.59000	20.25333
5	2.44000	3.82333	10.99000
6	0.74333	0.58333	14.89333
7	0.70333	0.28000	13.40333
8	0.86333	1.62333	4.46333
9	0.12000	3.42333	9.67000
单元标准差之和	7.14333	20.59333	115.87667
标准差最大值	2.44000	3.82000	20.71000
$C$ 值	0.34158	0.18550	0.17872

### 2.3.3 格拉布斯检验

格拉布斯函数的目的是判断和剔除实验中有较大误差的数据,从而使检测结果更精确;此外,也可验证不同实验室应用同一标准方法的稳定性,按照式(6)~式(8)计算得到格拉布斯检验的统计量  $G$  值,列入单元平均值的格拉布斯检验表。

$$G_{j\max} = \frac{|\bar{y}_{ij\max} - \bar{y}_j|}{S_{\bar{y}_{ij}}} \quad (6)$$

$$G_{j\min} = \frac{|\bar{y}_{ij\min} - \bar{y}_j|}{S_{\bar{y}_{ij}}} \quad (7)$$

$$G_j = \max(G_{j\max} \text{ or } G_{j\min}) \quad (8)$$

式中,  $G_j$  为  $j$  水平格拉布斯检验的统计量值;  $S_{\bar{y}_{ij}}$  为  $j$  水平下单元平均值的标准差。应用格拉布斯检验计算得到的统计量  $G$  值见表 7。由表 7 可知,各实验室的  $G_j$  均小于 2.215, 没有离群值。

表 7 单元平均值的格拉布斯检验

Table 7 Grubbs test of average value per unit

实验室 $i$	水平 $j$		
	1	2	3
1	186.63	452.23	1425.07
2	186.97	452.83	1427.10
3	188.47	452.77	1426.30
4	186.93	452.80	1427.13
5	185.30	454.23	1426.20
6	188.37	455.43	1428.47
7	184.23	453.70	1426.13
8	183.13	451.03	1422.97
9	182.30	455.37	1428.10
总平均值	185.81	453.38	1426.39
平均值最大值	188.47	455.43	1428.47
平均值最小值	182.30	451.03	1422.97
单元平均值标准差	2.2108	1.4503	1.6535
$G_j$	1.5898	1.6165	2.0674

## 2.4 精密度检验

### 2.4.1 重复性标准差和再现性标准差

经过柯克伦检验和格拉布斯检验分析,最终确定所有实验室提供的数据均可保留,根据式(9)~式(12)对 9 家实验室测试结果的重复性标准差 ( $S_r$ )、再现性标准差 ( $S_R$ )、重复性限 ( $r$ ) 和再现性限 ( $R$ ) 进行计算,精密度统计结果见表 8。重复性标准差为在重复性条件下所得测试结果的标准差,在本研究中按同一标准和统一样品检测为重复性,而不同实验室、不同时间、不同人员和不同设备之间等测量条件的改变为方法的再现性,所有实验室数据均设置为 95% 置信

度的重复性允许差和再现性允许差。

$$S_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{P_j} (n_{ij} - 1) S_{ij}^2}{\sum_{i=1}^{P_j} (n_{ij} - 1)} \quad (9)$$

$$S_{Rj}^2 = S_{Lj}^2 + S_{rj}^2 = \left[ \frac{\sum_{i=1}^{P_j} n_{ij} (\bar{y}_{ij})^2 \sum_{i=1}^{P_j} n_{ij} - (\sum_{i=1}^{P_j} n_{ij} \bar{y}_{ij})^2}{\sum_{i=1}^{P_j} n_{ij} (P_j - 1)} - \left( \frac{\sum_{i=1}^{P_j} n_{ij} (P_j - 1)}{(\sum_{i=1}^{P_j} n_{ij})^2 - \sum_{i=1}^{P_j} n_{ij}^2} \right) \right] + S_{rj}^2 \quad (10)$$

$$r_j = 2.8 S_{rj} \quad (11)$$

$$R_j = 2.8 S_{Rj} \quad (12)$$

式中,  $S_{rj}^2$  和  $S_{Rj}^2$  分别为  $j$  水平下的重复性方差和再现性方差;  $r_j$  和  $R_j$  分别为  $j$  水平下的重复性限和再现性限;  $S_{Lj}^2$  为  $j$  水平下的平均值方差。

表 8 精密度统计表

Table 8 Precision statistics

水平 $j$	$P_j$	$\bar{y}_j$	$S_{rj}$	$S_{Rj}$	$r_j$	$R_j$
1	9	185.8148	0.8909	2.3273	2.4945	6.5165
2	9	453.3778	1.5127	1.9049	4.2355	5.3337
3	9	1426.3852	3.5882	3.3642	10.0470	9.4197

### 2.4.2 重复性标准差和再现性标准差与总平均值 $\bar{y}_j$ 的关系

使用 Origin 软件<sup>[15]</sup> 对表 8 中的精密度数据进行分析得到,在正常的荧光增白剂浓度范围内,  $S_{rj}$  与  $\bar{y}_j$  呈明显的线性关系;  $S_{Rj}$  与  $\bar{y}_j$  间不成线性关系。因此可知,在正常的荧光增白剂浓度范围内,  $S_{Rj}$  不依赖于  $\bar{y}_j$ , 因而,  $S_{Rj}$  的平均值可被看作  $S_{Rj}$  的最终值。拟合方程精密度的最终值为重复性标准差:  $S_{rj} = 0.00216\bar{y}_j + 0.50783$ , 说明在使用此新研制标准测定生活用纸中荧光增白剂时,检测样品中荧光增白剂含量越高,重复性限越大;再现性标准差为  $S_R = 2.5320$ , 和荧光增白剂含量不成线性关系。通过对 9 家实验室的检测结果分析,得到了标准检测方法的重复性限、再现性限与新研制标准方法目标物——荧光增白剂含量的关系,据此可计算不同水平(含量)下样品的重复性限和再现性限。

## 2.5 正确度评估

正确度<sup>[16]</sup> 是大量测定的均值与接受参考值的接近程度,反应测量结果中系统误差大小的程度。正确度量通常以偏倚表示,偏倚小,则说明正确度高,

偏倚大,则说明正确度低。根据式(13)~式(16)计算测量方法偏倚的95%置信区间(见表9)并将它们与0比较,即可对该测量方法的正确度进行评估。

$$\hat{\delta} = \bar{y} - \mu \quad (13)$$

自由度( $p$ )与 $n$ 的函数 $A$ 由下式给出:

$$A = 1.96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}} \quad (14)$$

$$\text{式中, } \gamma = S_R/S_r \quad (15)$$

该测量方法偏倚的一个近似的95%置信区间为:

$$\hat{\delta} - AS_R \leq \delta \leq \hat{\delta} + AS_R \quad (16)$$

式中, $\hat{\delta}$ 为偏倚量; $\mu$ 为接受参照值; $A$ 为不确定度估计值。

表9 重复性标准差与再现性标准差及测量方法偏倚的估值

Table 9 Standard deviation of repeatability and reproducibility, and estimation of measurement bias

参数	水平 $j$		
	1	2	3
$n$	3	3	3
$p$	9	9	9
$S_r$	0.8909	1.5127	3.5882
$S_R$	2.3273	1.9049	3.3642
$\gamma$	2.6123	1.2593	0.9376
$A$	0.6206	0.4974	0.3212
$AS_R$	1.4443	0.9475	1.0806
$\bar{y}$	185.81	453.38	1426.39
$u$	187.0	452.7	1427.0
$\hat{\delta}$	-1.19	0.68	-0.61
$\hat{\delta} - AS_R$	-2.633	-0.2675	-1.6906
$\hat{\delta} + AS_R$	0.2543	1.6275	0.4706

从表9可以看出,3个水平下,9家实验室协同计算的置信区间分别为(-2.633, 0.2543)、(-0.2675, 1.6275)、(-1.6906, 0.4706);置信区间都包含数值0,说明本课题组新研制标准方法的实验室偏倚在置信水平5%下不显著,从而证明本课题组制定的生活用纸中荧光增白剂VBL检测标准SN/T 5153—2019的有效性。

### 3 结论

以生活用纸中荧光增白剂检测为实例,通过对不同实验室、采用同一标准和同一样品检测的数据进行评价分析,探讨了标准实验数据的重复性限、再现性限和正确度,检验了新制定标准方法的适用性和稳定性。结果表明,9家实验室的数据分析达到预期验证

效果,一致性检验良好;通过精密度检验得出重复性标准差方程( $S_r=0.00216\bar{y}_j+0.50783$ )和再现性标准差 $S_R=2.5320$ ;通过正确度评估验证实验室偏倚在置信水平5%下不显著,说明新制定标准方法可满足标准验收和发布的要求。本研究通过对新制定标准外部实验室检测实验数据分析,可以客观准确地评价检验分析方法的适用性和稳定性,使标准在验收前查漏补缺,做到进一步完善检测方法。同时,为不同标准研制单位评估标准提供参考借鉴,使标准发布后可以精确指导实验室检测,并使标准得到推广应用。

### 参 考 文 献

- [1] 任冠华,魏宏,刘碧松,等.标准适用性评价指标体系研究[J].世界标准化与质量管理,2005,3:15-18.  
REN G H, WEI H, LIU B S, et al. Study on index system of standard applicability evaluation [J]. World Standardization & Quality Management, 2005, 3: 15-18.
- [2] 夏宝凤,汪森榕,唐春元.荧光增白剂所致成衣工职业性皮肤病患65例报告[J].中国工业医学杂志,1994,7(3):182-184.  
XIA B F, WANG S R, TANG C Y. 65 reports of occupational skin diseases of garment workers caused by fluorescent whitening agent [J]. Chinese Journal of Industrial Medicine, 1994, 7(3): 182-184.
- [3] 潘生林,丁友超,翟苏婉,等.基于纸质卫生用品中荧光增白剂的毒理分析与监督管理[J].中华纸业,2013,34(15):77-79.  
PAN S L, DING Y C, ZHAI S W, et al. Toxicological analysis and supervising management of fluorescent whitening agents in paper toiletries [J]. China Pulp & Paper Industry, 2013, 34(15): 77-79.
- [4] ZHAO X Y, YANG D Q, PANG Y H, et al. Quaternary ammonium salt ion pair reagent sensitizing for determination of fluorescence whitening agent 85 in paper food packaging [J]. Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc, 2020, 231(28): 118125-118130.
- [5] 唐容,姚欢,谢艾莉,等.共振光散射光谱法测定餐巾纸中荧光增白剂含量[J].化学研究与应用,2016,28(1):149-152.  
TANG R, YAO H, XIE A L, et al. Resonance light scattering spectrometry determination of fluorescent whitening agents in paper napkins [J]. Chemical Research and Application, 2016, 28(1): 149-152.
- [6] 翁文婷,曾梅琴.浊点萃取-同步荧光法测定痕量荧光增白剂VBL[J].分析试验室,2014,33(7):815-818.  
WENG W T, ZENG M Q. Cloud point extraction-synchronous fluorescence determination of trace fluorescent brightener VBL [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2014, 33(7): 815-818.
- [7] Chen H C, Wang S P, Ding W H. Determination of fluorescent whitening agents in environmental waters by solid-phase extraction and ion pair liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2006, 1102(1-2): 135-142.
- [8] 黄薇,朱龙龙,孙文芳,等.高效液相色谱法测定食用菌中10种荧光增白剂[J].理化检验-化学分册,2015,51(11):1576-1579.  
HUANG W, ZHU L L, SUN W F, et al. HPLC determination of 10

- fluorescent whitenings in mushrooms [J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*, 2015, 51 (11): 1576-1579.
- [9] 张宪臣, 李 蓉, 周艳萍, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定食用菌中7种荧光增白剂[J]. *分析化学*, 2017, 45 (5): 777-783.
- ZHANG X C, LI R, ZHOU Y P, et al. Simultaneous determination of seven kinds of fluorescent white agents in mushroom by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Analytical Chemistry*, 2017, 45(5): 777-783.
- [10] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S]. 北京: 中国质检出版社, 2008.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. GB/T 27404—2008 Criterion on Quality Control of Laboratories—Chemical Testing of Food [S]. Beijing: China Quality and Standards Publishing & Media Co., Ltd., 2008.
- [11] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. JJF 1342—2012 标准物质研制(生产)机构通用要求[S]. 北京: 中国质检出版社, 2012.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. JJF 1342—2012 General Requirements for Reference Material Producers [S]. Beijing: China Quality and Standards Publishing & Media Co., Ltd., 2012.
- [12] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第1部分: 总则与定义[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. GB/T 6379.1—2004 Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results Part 1: General Principles and Definitions [S]. Beijing: Standards Press of China, 2004.
- [13] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. B/T 6379.2—2004 Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results Part 2: Basic Method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of A Standard Measurement Method [S]. Beijing: Standards Press of China, 2004.
- [14] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6379.4—2006 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第4部分: 确定标准测量方法正确度的基本方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. GB/T 6379.4—2006 Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results Part 4: Basic Method for the Determination of the Trueness of A Standard Measurement Method [S]. Beijing: Standards Press of China, 2006.
- [15] 孙明珠, 贾亚民, 王红理, 等. Origin 软件在实验数据处理中的应用研究[J]. *实验室研究与探索*, 2015, 34(10): 96-98.
- SUN M Z, JIA Y M, WANG H L, et al. Application research of software origin in experimental data processing [J]. *Research and Exploration in Laboratory*, 2015, 34(10): 96-98.
- [16] 袁晓鹰, 周尊英. 准确度、正确度和精密度试验间的区别与关系 [J]. *煤质技术*, 2008, 3(2): 30-32.
- YUAN X Y, ZHOU Z Y. The distinction and relationship of the test of accuracy, trueness and precision [J]. *Coal Quality Technology*, 2008, 3(2): 30-32.

## Evaluation and Analysis of Collaborative Experiment for Fluorescent Whitening Agents in Tissue Paper

GUO Liqiang\* SUN Jun TIAN Guohua XU Wenjuan TIAN Guoning ZHANG Jinling

(Weifang Customs, Weifang, Shandong Province, 261041)

(\*E-mail: glq1980@sina.com)

**Abstract:** Choosing the detection of fluorescent whitening agents in tissue paper as an example, and analyzing the test data from 9 collaborating laboratories using the same test conditions and the same new standard, an analysis method was established for evaluating the collaborative experiment of fluorescent whitening agents in tissue paper. The accuracy and correctness of the new standard were verified by means of designing reasonable verification scheme. The results showed that the designed analysis method was clear and simple, and could be the reference for standard developer and used for the evaluation analysis of applicability and repeatability of related standards for paper products.

**Keywords:** tissue paper; fluorescent whitening agents; collaborative experiment; evaluation and analysis

(责任编辑:杨 艳)