

高效液相色谱法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠的不确定度评定

李 硕, 李 莉, 曹 进*

(中国食品药品检定研究院, 100050 北京)

摘 要: **目的** 评定高效液相色谱法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠(ethylenediaminetetraacetic acid disodium, EDTA-2Na) 含量的不确定度。**方法** 采用高效液相色谱法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠含量。通过建立数学模型, 分析测量不确定度的来源, 量化各个测量不确定度分量, 合成不确定度。**结果** 面粉中乙二胺四乙酸二钠含量测定的不确定度主要由乙二胺四乙酸二钠标准工作曲线拟合的不确定度所引起, 通过分析各分量不确定度发现标准曲线拟合所导致的不确定度较高的主要原因是由于选取的标准溶液浓度范围过宽, 样品测量值与标准溶液浓度平均值相差较远。经计算, 乙二胺四乙酸二钠含量测定的合成不确定度为 2.37%, 扩展不确定度为 4.74%, 测量结果表示为(760.98±36.07) mg/kg, $k=2$ 。**结论** 建立的不确定度评定方法适合高效液相色谱法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠含量的不确定度分析。

关键词: 不确定度; 高效液相色谱法; 乙二胺四乙酸二钠; 面粉

Uncertainty evaluation of determination of ethylenediaminetetraacetic acid disodium in flour by high performance liquid chromatography

LI Shuo, LI Li, CAO Jin*

(National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of ethylenediaminetetraacetic acid disodium (EDTA-2Na) in flour by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** HPLC was used to determine EDTA-2Na in flour. A calculation formula was established to identify the source of uncertainty. The uncertainty components and the synthetic uncertainties of each measurement were evaluated. **Results** Uncertainty of fitting standard operating curve of EDTA-2Na mainly caused the uncertainty of determination of the content of EDTA-2Na in flour. Through the analysis of the uncertainty of each component, the main reason of higher uncertainty caused by standard curve fitting was that the concentration range of the standard solution was too wide, and the measured value of the sample was far from the average concentration of the standard solution. The synthetic uncertainty in determination of EDTA-2Na was 2.37% and the expanded uncertainty was 4.74%. The EDTA-2Na content in flour was (760.98±36.07) mg/kg, $k=2$. **Conclusion** This study provides a reference for the uncertainty analysis on EDTA-2Na content in flour by HPLC.

KEY WORDS: uncertainty; high performance liquid chromatography; ethylenediaminetetraacetic acid disodium; flour

*通讯作者: 曹进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品食品安全检测。E-mail: caojin@gmail.com

*Corresponding author: CAO Jin, Researcher, National Institute for Food and Drug Control, No.2, Tiantan Xili, Dongcheng District, Beijing 100050, China. E-mail: caojin@gmail.com

1 引言

为严厉打击食品非法添加行为,进一步加强食品添加剂监管,切实维护人民群众身体健康和生命安全,国务院办公厅于2011年下发了《关于严厉打击食品非法添加行为切实加强食品添加剂监管的通知》(国办发〔2011〕20号)^[1]。《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》(GB 2760-2014)^[2]明确规定了食品添加剂的使用原则、允许使用的食品添加剂品种、使用范围及最大使用量或残留量。乙二胺四乙酸二钠(ethylenediaminetetraacetic acid disodium, EDTA-2Na)作为食品添加剂使用时,范围仅限于果酱、地瓜果脯、腌渍的蔬菜、蔬菜泥(酱)、蔬菜罐头、杂粮罐头、坚果与籽类罐头、复合调味剂、饮料类等食品,不包括面粉及其制品。然而,在监督抽检及专项检测和风险监测工作中发现部分生湿面制品中存在超范围使用EDTA-2Na等食品添加剂的情况^[3]。

目前,我国尚未出台面粉及其制品中EDTA-2Na作为食品添加剂使用的食品安全国家标准。食品中EDTA-2Na的检测方法主要有SN/T 3855-2014^[4]和GB/T 21234-2007^[5]等非强制性的行业标准、推荐标准,适用于饮料、果酱、食品罐头和铁强化酱油等食品的检测,适用范围未涵盖面粉及其制品。本实验室在前期工作中通过研究并优化实验条件,建立了准确、简单、快捷的适用于面粉中EDTA-2Na含量测定的高效液相色谱方法^[6],并应用于测定面粉中EDTA-2Na含量。

测量不确定度分析评定作为日常检测工作中的重要技术组成部分,对于质量控制具有重要意义^[7-12]。本文依据《化学分析中不确定度的评估指南》^[13]和《测量不确定度评定与表示》^[14],通过对前期已建立的液相色谱法测定面粉中EDTA-2Na含量的测定过程和结果进行不确定度评估分析,建立不确定度评定方法,分析实验中的关键点和影响不确定度的因素,以期科学、正确评价检验结果提供依据,为食品安全监管提供技术支撑。

2 材料与方 法

2.1 材料与试剂

乙二胺四乙酸二钠标准品(纯度≥99.0%,美国Sigma-Aldrich公司);磷酸、冰醋酸、氯化铜、氯化铁、硝酸铋、抗坏血酸、四丁基溴化铵(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

0.05 mol/L 乙酸钠缓冲液(pH=4.0), 0.006 mol/L 氯化铜溶液, 0.006 mol/L 氯化铁溶液, 0.006 mol/L 硝酸铋溶液现用现配。

面粉为市售面粉。

2.2 设备与仪器

Agilent 1260 液相色谱仪, 配二极管阵列检测器(美国

安捷伦公司); Mettler AL204 电子天平(瑞士梅特勒公司); FE20K 型 pH 计(瑞士梅特勒公司)。

2.3 试验方法

2.3.1 标准溶液的配制

称取 EDTA-2Na 标准品 0.1 g, 精确至 0.0001 g, 置于 10 mL 容量瓶中, 配成质量浓度为 1.000 mg/mL 的标准储备溶液。测量前分别精确移取 0.10、0.20、0.50、0.75、1.0 mL 标准储备液至 25 mL 容量瓶中, 加 20 mL 水, 加入 3 mL 氯化铜溶液和 20 mg 抗坏血酸, 用 0.05 mol/L 的乙酸钠缓冲溶液定容至 25 mL, 漩涡 1 min, 经 0.45 μm 滤膜过滤, 得乙二胺四乙酸二钠标准工作溶液。

2.3.2 样品处理

称取样品 2.5 g, 精确至 0.0001 g, 置于 25 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 水, 超声提取 5 min, 取出冷却至室温后加入 3 mL 氯化铜溶液和 20 mg 抗坏血酸, 用 0.05 mol/L 的乙酸钠缓冲溶液定容至 25 mL, 漩涡 1 min, 5000 r/min 离心 3 min, 取上清液经 0.45 μm 滤膜过滤供液相色谱测定。

2.3.2 色谱条件

色谱柱: Dikma C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 30 ℃; 流动相: 甲醇:水(含有 0.02 mol/L 四丁基溴化铵, 0.05 mol/L 乙酸钠缓冲液, pH=4.0)=20:80 (V:V); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 254 nm; 进样量: 20 μL。

2.4 数学模型

面粉中 EDTA-2Na 含量计算结果为:

$$M = \frac{c \times V}{m}$$

其中: M 为试样中 EDTA-2Na 的含量, mg/kg; c 为由标准曲线得到的试样溶液中乙二胺四乙酸二钠的浓度, μg/mL; m 为试样的质量, g; V 为样品最终定容体积, mL。

3 结果与分析

3.1 不确定度的来源

根据样品处理、检验过程和数学模型, 面粉中 EDTA-2Na 含量的测量不确定度主要来源列举如下: (1)标准溶液配制过程引入的不确定度: 包括 EDTA-2Na 标准品纯度的不确定度; 标准品称量过程中引入的不确定度; 标准品在稀释、定容过程引入的合成不确定度: 容量瓶体积允差及定容时温度变化引入的不确定度。(2)样品前处理过程引入的不确定度: 包括样品称量过程中引入的不确定度; 样品在稀释、定容过程引入的合成不确定度: 容量瓶体积允差及定容时温度变化引入的液体体积的不确定度、可调式移液器的不确定度; 回收率引入的不确定度。(3)标准曲线引入的不确定度: 包括最小二乘法拟合标准曲线用于检测样品浓度时引入的不确定度。(4)样品测试引入的不确定度: 仪器测定时产生的不确定度。

3.2 不确定度分量的评定

3.2.1 标准溶液配制过程引入的不确定度

(1) 标准物质纯度

EDTA-2Na 标准品的纯度大于等于 99.0%, 未标示其相对不确定度。根据标准品的纯度限值 $a_+=100\%$, $a_-=99\%$, 半宽度 $a=[(a_+)-(a_-)]/2=(1-0.990)/2=0.005$ 。按均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 可得 EDTA-2Na 标准品的不确定度为: $u(c)=0.005/\sqrt{3}=0.00288$ 。EDTA-2Na 标准对照品纯度相对不确定度为:

$$u_{rel}(c)=0.00288/99.0\%=0.00291$$

(2) 标准品称量的相对不确定度

称量样品时天平室与干燥器湿度相同, 称量时无吸潮。分析天平鉴定证书上的称量允许误差为 ± 0.0002 g, 服从均匀分布, 按照均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 则校准引起的不确定度:

$$u(m)=0.0002 \text{ g} \div \sqrt{3}=0.000115 \text{ g}$$

样品称样量为 0.1 g, 则称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m)=0.000115/0.1000=0.00115$$

(3) 标准品稀释过程引入的相对不确定度

标准品稀释过程引入的不确定度主要来源于玻璃器皿的容量允差和环境温度引起的体积变化以及可调式移液器的允差等方面。实验中使用了 2 次 25 mL 容量瓶, 使用了 1 次 100~1000 μL 可调式移液器。按照 JJG196-2006《常用玻璃仪器检定规程》^[15] 中的规定, 按三角分布考虑, $k=\sqrt{6}$, 标准溶液配制过程中容量瓶校准产生的不确定度按下式计算:

$$u(V)=\frac{\text{MPE}(V)}{\sqrt{6}} \times \sqrt{n}$$

$$u_{rel}(V)=u(V)/V$$

其中, MPE 为最大允许误差(maximum permissible error, MPE); n 为使用次数; $u(V)$ 为标准品稀释过程引入的相对不确定度; $u_{rel}(V)$ 为标准品稀释过程引入的相对标准不确定度。

25 mL (A 级) 容量瓶的容量允差为 ± 0.030 mL, 按照三角形分布 ($k=\sqrt{6}$) 计算标准品稀释过程引入相对标准不确定度 $u_{rel}(V)$ 为:

$$u_{rel}(V)=0.03/\sqrt{6} \div 25 \times \sqrt{2}=0.000693$$

温度变化在 (20 ± 3) $^{\circ}\text{C}$ 以内, 只考虑标准品溶液体积变化, 计算引入的不确定度即可。水的膨胀系数 α 为 2.1×10^{-4} mL/ $^{\circ}\text{C}$, 样品在定容过程中, 由温度变化引入的不确定度按下式计算:

$$u(T)=V \times \Delta T \times \alpha \times \sqrt{n}$$

其中, V 为容量瓶量程; ΔT 为温度变化范围; n 为容量瓶使用次数; $u(T)$ 为温度变化引入的不确定度。则 25 mL (A 级) 容量瓶体积因温度变化引入的不确定度 $u(T)$ 为:

$$u(T)=25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} \times \sqrt{2}=0.0223 \text{ mL}$$

按均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 溶液温度与校正时温度差引起的水体积相对不确定度 $u_{rel}(T)$ 为:

$$u_{rel}(T)=0.0223 \div \sqrt{3} \div 25=0.000515$$

将容量瓶及环境温度变化引起的不确定度进行合成, 得到样品稀释过程中相对不确定度 $u_{rel}(G)$ 为:

$$u_{rel}(G)=\sqrt{u_{rel}(V)^2+u_{rel}(T)^2}$$

$$=\sqrt{0.000693^2+0.000515^2}=0.000863$$

实验用移液器为 100~1000 μL 规格, 且经计量合格。查仪器设备校准证书可知移液器的扩展不确定度分别为 0.3%, $k=2$ 。则由可调式移液器引入的相对不确定度 $u_{rel}(P)$ 为:

$$u_{rel}(P)=0.3\% \div 2=0.0015$$

因此标准品在稀释、定容过程引入的合成不确定度 $u_{rel}(D)$ 为:

$$u_{rel}(D)=\sqrt{u_{rel}(G)^2+u_{rel}(P)^2}=\sqrt{0.0015^2+0.000863^2}=0.00173$$

则标准品溶液在制备过程引入的相对不确定度 $u_{rel}(Std.)$ 为:

$$u_{rel}(Std.)=\sqrt{u_{rel}(c)^2+u_{rel}(D)^2}=\sqrt{0.00291^2+0.00173^2}=0.00339$$

3.2.2 样品前处理过程引入的不确定度

(1) 样品称量的相对不确定度

称量样品时天平室与干燥器为相同湿度, 称量时无吸潮。分析天平鉴定证书上的称量允许误差为 ± 0.0002 g, 按照均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 则校准引起的不确定度 $u(s)$ 为:

$$u(s)=0.0002 \text{ g} \div \sqrt{3}=0.000115 \text{ g}$$

样品称样量为 2.5000 g, 由称量引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(s)$ 为:

$$u_{rel}(s)=0.000115/2.5000=0.0000460$$

(2) 样品稀释过程引入的相对不确定度

样品稀释过程不确定度主要来源有玻璃器皿的允差和环境温度引起的体积变化 2 个方面。实验中使用了 1 次 25 mL 容量瓶, 按照 JJG196-2006《常用玻璃仪器检定规程》^[15] 中的规定, 25 mL (A 级) 容量瓶的容量允差为 ± 0.03 mL, 按照三角形分布 ($k=\sqrt{6}$) 计算不确定度, 25 mL (A 级) 容量瓶引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(V)$ 为:

$$u_{rel}(V)=0.03/\sqrt{6} \div 25=0.000490$$

温度变化在 (20 ± 3) $^{\circ}\text{C}$ 以内, 只考虑样品溶液体积变化, 计算引入的不确定度即可。水的膨胀系数 α 为 2.1×10^{-4} mL/ $^{\circ}\text{C}$, 样品在定容过程中, 25 mL (A 级) 容量瓶体积因温度变化引入的不确定度 $u(T)$ 为:

$$u(T)=25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}=0.0158 \text{ mL}$$

按均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 溶液温度与校正时温度差引起的水体积不确定度 $u_{rel}(T)$ 为:

$$u_{rel}(T)=0.0158 \div \sqrt{3} \div 25=0.000364$$

将 25 mL (A 级) 容量瓶和环境温度变化得到的不确定度合成, 可得在样品稀释过程引入的相对不确定度 $u_{rel}(G)$ 为:

$$u_{rel}(G) = \sqrt{u_{rel}(V)^2 + u_{rel}(T)^2} \\ = \sqrt{0.000490^2 + 0.000364^2} = 0.000367$$

因此样品在制备过程引入的相对不确定度 $u_{rel}(S)$ 为:

$$u_{rel}(S) = \sqrt{u_{rel}(s)^2 + u_{rel}(G)^2} = \\ \sqrt{0.0000460^2 + 0.000367^2} = 0.000370$$

(3)回收率不确定度

制样过程产生的不确定度采用对样品添加 3 种不同质量浓度的待测物分别 6 次测量其回收率进行评定, 加标量、相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)及回收率见表 1。

3.2.3 标准曲线引入的不确定度

分别对不同浓度水平的标准溶液各测定 3 次, 得到相应的色谱峰面积, 见表 2, 以最小二乘法拟合, 得到线性方程和相关系数。回归方程为 $Y = 0.9945X - 2.0534$, 相关系数(r)为 0.9997。

根据贝塞尔公式计算标准曲线的残差的标准偏差 S_R 为:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a + bx_i)]^2}{n-2}} = 2.82$$

本实验对样品进行了 6 次测定, 样品溶液中乙二胺四乙酸平均含量为 $x = 76.678 \mu\text{g/mL}$ 。根据贝塞尔方程计算本次实验的标准曲线不确定度 $S_{(C)}$ 为:

$$S_{(C)} = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c-x)^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - c)^2}} = 1.569$$

式中, p 为样品重复测定次数($p=6$); n 为标准系列的总

测定次数($n=18$); x 为样品用该拟合曲线测定 6 次的浓度平均值($x=76.678 \mu\text{g/mL}$); c 为标准系列溶液的平均浓度($c=176.67 \mu\text{g/mL}$); c_i 为标准曲线各点的浓度; b 为拟合曲线的斜率。标准曲线拟合引入的相对不确定度 $u_{rel}(Q)$ 为:

$$u_{rel}(Q) = \frac{S_{(C)}}{x} = 2.05\%$$

3.2.4 样品测试引入的不确定度

本实验对样品进行了 6 次测定, 分别为: 745.06、773.83、764.56、770.28、767.37、744.76 mg/kg, 平均值为: $x=760.98 \text{ mg/kg}$ 。

单次测量的标准不确定度 $S(x)$ 为:

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x)^2}{n-1}} = 12.82$$

算数平均值的标准不确定度 $u(x)$ 为:

$$u(x) = \frac{S(x)}{\sqrt{n}} = 5.234$$

样品测试引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(X)$ 为:

$$u_{rel}(X) = \frac{u(x)}{x} = 0.688\%$$

3.3 合成不确定度

面粉中乙二胺四乙酸二钠含量测定的各分量不确定度汇总表见表 4。根据不确定度的来源对各不确定度分量进行合成计算, 则本次实验的合成相对标准不确定度为:

$$U_{rel}(x) = \sqrt{u_{rel}(Std.)^2 + u_{rel}(S)^2 + u_{rel}(Q)^2 + u_{rel}(X)^2} = \\ \sqrt{0.353\%^2 + 0.570\%^2 + 2.05\%^2 + 0.688\%^2} = 2.37\%$$

表 1 空白面粉样品中 EDTA-2Na 加标回收率的测定($n=6$)
Table 1 Recoveries of EDTA-2Na in blank flour samples ($n=6$)

加标量($\mu\text{g/mL}$)	回收率(%)						RSD(%)
	1	2	3	4	5	6	
50	94.2	93.8	96.2	94.8	96.4	99.6	
100	98.4	97.6	94.2	96.1	98.7	95.8	0.554
200	100.6	98.3	99.1	98.9	100.5	101.1	

表 2 标准溶液浓度和峰面积
Table 2 Concentration and peak area of standards

浓度(mg/L)	峰面积			平均峰面积
	1	2	3	
20	16.8068	16.3517	17.3028	16.8205
40	37.6550	38.9900	38.6777	38.4409
100	95.1008	97.8222	95.7712	96.2314
200	196.3442	199.1450	195.2306	196.9066
300	301.2234	302.1998	299.4298	300.9510
400	392.1180	391.5625	393.7887	392.4897

表3 各分量不确定度
Table 3 Uncertainty of each component

不确定度的来源	分量名称	相对标准不确定度(%)	合成标准不确定度(%)
标准溶液配制的不确定度	标准物质纯度	0.291	0.353
	标准物质称量	0.115	
	容量允差	0.159	
	温度	0.0364	
	样品称量	0.00460	
样品制备的不确定度	容量允差	0.0367	0.570
	温度	0.0364	
	回收率	0.568	
标准曲线拟合的不确定度	/	/	2.05
样品检测的不确定度	/	/	0.688

合成标准不确定度 $U(x)$ 为:

$$U(x) = x \times U_{rel}(x) = 760.98 \text{ mg/kg} \times 2.37\% = 18.04 \text{ mg/kg}$$

3.4 扩展不确定度与结果

按国际不确定度计算惯例, 取包含因子 $k=2$, 置信区间为 95%, 可得相对扩展不确定度为:

$$U = k \times U(x) = 2 \times 18.04 \text{ mg/kg} = 36.07 \text{ mg/kg}$$

因此, 采用高效液相色谱法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠含量结果为: $(760.98 \pm 36.07) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 。

4 结论与讨论

本实验室前期工作中建立的高效液相色谱方法测定面粉中乙二胺四乙酸二钠含量的方法具有方法准确, 简单、快捷等优点。通过该方法测定过程和结果进行不确定度评估分析, 建立了不确定度评定方法, 分析各分量不确定度可以看出, 最终结果的不确定度主要由乙二胺四乙酸二钠标准工作曲线拟合的不确定度所引起, 其次为样品检测和样品制备引入的不确定度。标准曲线拟合所导致的不确定度较高主要是由于选取的标准溶液浓度范围过宽, 样品测量值与标准溶液浓度平均值相差较远。虽然在配置标准品的过程中, 较大的线性范围在一定程度上可能满足不同浓度样品的测量, 减少高浓度样品的多次稀释造成的不确定度, 以及避免低浓度样品浓缩过程中产生的不确定度, 但与此同时, 也直接导致了测量值远离标准曲线中点的产生较大的不确定度。因此, 在实际工作中, 在配置标准工作曲线时, 应选择合适的标准溶液浓度区间, 尽量满足样品测量值在标准曲线中间值附近。此外, 可以通过规范人员的实验操作, 使用精密度更高的容量器具, 增加标准曲线点数及重复测量次数等方式降低测量的不确定度, 从而提高检测结果的准确性和可靠性。

参考文献

- [1] 国务院办公厅关于严厉打击食品非法添加行为切实加强食品添加剂监管的通知[EB/OL]. [2011-4-21]. http://www.gov.cn/zwgk/2011-04/21/content_1849726.htm
Notice of the general office of the State Council on strictly combating illegal acts of foods and strengthening the supervision of food additives [EB/OL]. [2011-4-21]. http://www.gov.cn/zwgk/2011-04/21/content_1849726.htm.
- [2] 西安市食品药品监督管理局转发陕西省食品药品监督管理局办公室《关于加强生湿面制品监管工作的通知》的通知[EB/OL]. [2016-8-26]. <http://www.xafda.gov.cn/websac/cat/2170728.html>
Notice of Xi'an Food and Drug Administration to forward notice of strengthening the supervision of raw and wet flour products by office of Shaanxi Provincial Food and Drug Administration [EB/OL]. [2016-8-26]. <http://www.xafda.gov.cn/websac/cat/2170728.html>.
- [3] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard The uses of food additives [S].
- [4] SN/T 2360.14-2009 进出口食品添加剂检验规程第 14 部分: 面粉处理剂[S].
SN/T 2360.14-2009 Rules for the inspection of food additives for import and export-Part 14: Flour treatment agents [S].
- [5] GB/T 21234-2007 铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定[S].
GB/T 21234-2007 Determination of sodium iron (III) ethylenediaminetetraacetate trihydrate (NaFeEDTA•3H₂O) in iron fortified soy sauce [S].
- [6] 李硕, 李莉, 曹进. 高效液相色谱法检测面粉中的乙二胺四乙酸二钠[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(2): 639-645.
Li S, Li L, Cao J. Determination of ethylenediaminetetraacetic acid disodium in flour by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(2): 639-645.
- [7] 王吉祥, 张学忠, 王亚琴, 等. 气相色谱法和气相色谱质谱法测定茶叶中联苯菊酯的不确定度评定[J]. 食品科学, 2014, 35(12): 200-203.

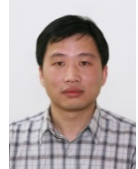
- Wang JX, Zhang XZ, Wang YQ, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of bifenthrin in tea by gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2014, 35(12): 200–203.
- [8] 程家丽, 刘婷婷, 马彦宁, 等. 液相色谱法测定保健食品中番茄红素的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(16): 4653–4658.
- Cheng JL, Liu TT, Ma YN, *et al.* Uncertainty evaluation of the determination of lycopene in health food by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(16): 4653–4658.
- [9] 陈玮, 苏克剑, 孙黎. HPLC 法测定阿莫西林含量的测量不确定度评估[J]. 中国药房, 2011, (20): 1910–1912.
- Chen W, Su KJ, Sun L. Evaluation of measurement uncertainty for the content determination of amoxicillin by HPLC [J]. China Pharm, 2011, (20): 1910–1912.
- [10] 李海星, 段亚军, 马海军. 原子吸收光谱法检测含乳饮料中铜的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(1): 286–289.
- Li HX, Duan YJ, Ma HJ. Uncertainty evaluation for determination of copper in milk beverage by atomic absorption spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(1): 286–289.
- [11] 陈章捷, 郑宗展, 陈金凤, 等. 茶叶中敌敌畏残留量检测的不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2011, 20(5): 11–13.
- Chen ZJ, Zheng ZZ, Chen JF, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of dichlorvos residue in tea [J]. Chem Anal Meterage, 2011, 20(5): 11–13.
- [12] 伍雅婷, 郭怡阳, 黄常刚, 等. HPLC 同步测定多种合成色素含量检测结果的不确定度评定[J]. 中国食物与营养, 2016, 22(12): 22–26.
- Wu YT, Guo YY, Huang CG, *et al.* Uncertainty evaluation on measurement results for simultaneous determination on synthetic pigments by HPLC [J]. Food Nutr China, 2016, 22(12): 22–26.
- [13] CNAS-GL06 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL06 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [14] JJF1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [15] JJG196-2006 常用玻璃量具检定规程[S].
JJG196-2006 Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑: 姜 珊)

作者简介



李 硕, 硕士, 主要研究方向为食品、化妆品检验及标准研究。
E-mail: pahayokolide@sina.com



曹 进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: caojin@gmail.com