

# 牛奶中艾氏剂、狄氏剂测定的不确定度评定

高宏\*, 徐慧, 郭芳芳, 李青

(江苏省理化测试中心, 南京 210042)

**摘要:** **目的** 依据 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》, 对气相色谱法(gas chromatography, GC)测定牛奶中艾氏剂、狄氏剂的测量结果不确定度进行评定。**方法** 通过建立 GC 法测定艾氏剂、狄氏剂残留量的数学模型, 找出影响不确定度的因素, 并对各不确定度分量进行评估、计算, 由此计算合成不确定度, 得出测量结果的扩展不确定度, 从而建立了牛奶中艾氏剂、狄氏剂测定不确定度评定方法。**结果** 牛奶中艾氏剂、狄氏剂测定结果的合成不确定度分别为 0.076、0.059, 艾氏剂的检测结果可表示为 $(5.21 \pm 0.79) \mu\text{g}/\text{kg}$ , 狄氏剂的检测结果可表示为 $(4.93 \pm 0.56) \mu\text{g}/\text{kg}$ ; 标准曲线、样品前处理过程和仪器测量重复性引入的不确定度对艾氏剂、狄氏剂检测结果影响较大。**结论** 测量不确定度评定方法的确立对牛奶中艾氏剂、狄氏剂检测和结果判定有重要意义。

**关键词:** 牛奶; 艾氏剂; 狄氏剂; 不确定度

## Evaluation of uncertainty of aldrin and dieldrin in milk

GAO Hong\*, XU Hui, GUO Fang-Fang, LI Qing

(Jiangsu Test Center for Physics and Chemistry, Nanjing 210042, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the test results of uncertainty of aldrin and dieldrin detected by gas chromatography(GC) in milk, according to GB/T 5009.19-2008 "Determination of organo chlorine pesticides in foods multicomponent residues". **Methods** The factors affecting the uncertainty were deduced by establishing mathematical model for the determination by GC method. Each component of uncertainty was evaluated and calculated, from which the combined uncertainty and the extended uncertainty were obtained. **Results** The combined uncertainty of aldrin and dieldrin in milk for determination was 0.076 and 0.059, and the determined content of aldrin and dieldrin was  $(5.21 \pm 0.79) \mu\text{g}/\text{kg}$  and  $(4.93 \pm 0.56) \mu\text{g}/\text{kg}$ , respectively. The standard curve, pre-treatment process and instrument measurement repeatability was the primary factor for determination of aldrin and dieldrin. **Conclusion** The establishment of the methodology for the evaluation of measurement uncertainty is important for the determination of aldrin and dieldrin pesticides in milk.

**KEY WORDS:** milk; aldrin; dieldrin; uncertainty

## 1 引言

艾氏剂(aldrin)、狄氏剂(dieldrin)是具有毒性、难

以降解且有可能引发癌症、损害中枢和外围神经系统、引发免疫系统疾病、直接威胁人类生存繁衍和可持续发展的有机化学品<sup>[1]</sup>, 由于其具有高生物积累和

\*通讯作者: 高宏, 硕士研究生, 中级工程师, 主要研究方向为食品安全分析测试。E-mail: 190919402@qq.com

\*Corresponding author: GAO Hong, Intermediate Engineer, Jiangsu Test Center for Physics and Chemistry, Nanjing 210042, China. E-mail: 190919402@qq.com

生物残留作用,给环境造成难以修复的破坏<sup>[2]</sup>。2001年艾氏剂、狄氏剂成为首批列入《关于持久性有机污染物(POPs)的斯德哥尔摩公约》控制的物质,也是目前我国明令禁止使用的有机氯农药<sup>[3]</sup>。众所周知,食品是人类接触持久性有机氯农药的主要途径,其在食品中的残留令人关注<sup>[4]</sup>。为了确保检测结果的可靠性,测量不确定度的评定常用于食品中农药残留量的测定中<sup>[5-7]</sup>。本文对测定牛奶中艾氏剂、狄氏剂残留量进行。而如何正确地评估其测量不确定度,在实验室数据比对、方法确认、标准物质设备校准、量值溯源以及实验室质量控制与管理等方面具有重要意义<sup>[8]</sup>。本文根据《测量不确定度评定与表示》(JJF 1059.1-2012)<sup>[9]</sup>中有关规定,对气相色谱法测定牛奶中艾氏剂和狄氏剂残留的检测过程和结果进行了评定,通过对各分量的分析和结果的评定,找出了影响测定结果不确定度的主要因素,对有效掌握检测结果的可信程度,以便于在实验操作中尽可能减少结果的不确定度提供了改进方向。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与试剂

Agilent 7890B 气相色谱仪,配备电子捕获检测器(ECD)和 OpenLAB CDS 数据处理机(美国安捷伦公司);HZQ-100A 回旋振荡器(上海一恒科学仪器有限公司);EYELA SB-2000 旋转蒸发仪(上海爱明仪器有限公司);MTN-2800W 氮吹仪(北京华瑞博远科技有限公司)。

丙酮、石油醚、氯化钠、无水硫酸钠、乙酸乙酯、正己烷(均为分析纯,南京试剂厂)。艾氏剂、狄氏剂标准品(农业部环境保护科研监测所研制),溶液浓度均为 100 μg/mL。

### 2.2 色谱条件

色谱柱:石英毛细管柱 BR-5, 30 m×0.25 mm, *i.d.*×1.0 μm *df.*

色谱柱温度:初始温度为 80 °C 保持 2 min 以 10 °C/min 升至 250 °C 并保留 3 min,再以 10 °C/min 升至 280 °C 并保持 5 min;检测器温度:300 °C;进样口温度:270 °C。载气:99.99%,高纯氮气;流速:1 mL/min;尾气:30 mL/min;进样量:1 μL;定量方法:峰面积外标法定量。

### 2.3 标准系列溶液的配制

分别移取艾氏剂、狄氏剂标准品溶液各 1.0 mL,分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,配置为浓度各为 10 μg/mL 的标准储备液。取 1 mL 标准储备液置于 10 mL 容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,配置为浓度为 1 μg/mL 的标准混合溶液。采用逐级稀释法将标准混合溶液配置成标准系列溶液,浓度分别为 12.5、25.0、50.0、100、200 ng/mL。

### 2.4 样品的处理

牛奶样品(市售)500 g 混匀待用。准确称取 20 g (精确到 0.01 g),直接加丙酮 30 mL 提取,振摇 30 min 后加氯化钠 6 g,充分摇匀,再加入 30 mL 石油醚,振摇 30 min,静置分层。将有机相全部转移至具塞三角瓶中经无水硫酸钠干燥,量取 35 mL 浓缩至约 10 mL。将试样浓缩液经凝胶柱净化,以乙酸乙酯+正己烷(1:1, v:v)溶液洗脱,蒸发浓缩,吹干,正己烷定容至 5 mL。

### 2.5 样品的测定

吸取 1 μL 混合标准溶液及试样净化液注入气相色谱仪,记录谱图,以保留时间定性,计算样品中试样中艾氏剂、狄氏剂的含量。

## 3 数学模型

根据检测方法建立样品中农药含量的数学模型,如式:

$$X = \frac{c \times V \times f}{m \times R_{ec}} \times F \times rep$$

式中:  $X$ : 样品中各农药的含量, mg/kg;  $c$ : 试样净化液中各农药的浓度, μg/mL;  $V$ : 试样净化液定容体积, mL;  $f$ : 稀释因子;  $m$ : 试样称样量, g;  $R_{ec}$ : 回收率;  $F$ : 样品的非均匀性校正因子;  $rep$ : 重复性校正因子。

## 4 不确定度来源分析

从上述检测过程和数学模型可以看出,牛奶中艾氏剂、狄氏剂残留量测量不确定度主要来源于标准溶液、样品称样量、样品定容、仪器测量重复性、样品前处理操作过程,具体情况如下:

(1) 标准溶液及配制过程(稀释、定容)中引入的不确定度;

(2) 标准曲线引入的不确定度;

- (3) 样品的非均匀性引入的不确定度;
- (4) 样品称量引入的不确定度;
- (5) 样品处理后定容引入的不确定度;
- (6) 样品前处理过程引入的不确定度;
- (7) 仪器测量重复性引入的不确定度。

## 5 不确定度分量的评定

### 5.1 标准溶液及配制过程(稀释、定容)中引入的不确定度 $u_{rel}(m_1)$

#### 5.1.1 标准溶液的不确定度

采用 B 类评定方法, 根据标准物质证书提供的信息, 艾氏剂标准溶液和狄氏剂标准溶液的浓度均为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 扩展不确定度分别为 0.10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  和 0.08  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。按正态分布置信概率  $P=95\%$ , 包含因子  $k=2$ , 则艾氏剂、狄氏剂相对标准不确定度的分量分别为

$$u_{rel}(c_{\text{艾氏剂}}) = \frac{0.10}{2 \times 100} = 0.0005, \quad u_{rel}(c_{\text{狄氏剂}}) = \frac{0.08}{2 \times 100} = 0.0004$$

#### 5.1.2 标准溶液配制过程引入的不确定度

##### 5.1.2.1 单标线吸量管引入的不确定度

###### (1) 体积校准引入的不确定度

标准系列溶液逐级稀释分别采用了 1、2、5 mL 单标线吸量管, 查 JJG196-2006 刻度常用玻璃量器检定规程可知, 1、2、5 mL 的 A 级单标线吸量管的容量允差分别为  $\pm 0.007$  mL、 $\pm 0.010$  mL、 $\pm 0.015$  mL, 按均匀分布考虑, 包含因子  $k=\sqrt{3}$ , 因此,

$$u_1(V_{\text{吸}2}) = \frac{0.010}{\sqrt{3}} = 0.0058;$$

$$u_1(V_{\text{吸}1}) = \frac{0.007}{\sqrt{3}} = 0.0040;$$

$$u_1(V_{\text{吸}3}) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.0087。$$

###### (2) 实验室温度变化引入的不确定度

室温为  $20 \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ , 以正己烷为溶剂, 其膨胀系数  $1.26 \times 10^{-3}$   $\text{mL}/^{\circ}\text{C}$ , 按均匀分布考虑,

$$u_2(V_{\text{吸}1}) = \frac{2 \times 1.26 \times 10^{-3} \times 1}{\sqrt{3}} = 0.0015;$$

$$u_2(V_{\text{吸}2}) = \frac{2 \times 1.26 \times 10^{-3} \times 2}{\sqrt{3}} = 0.0029;$$

$$u_2(V_{\text{吸}3}) = \frac{2 \times 1.26 \times 10^{-3} \times 10}{\sqrt{3}} = 0.0145。$$

###### (3) 单标线吸量管引入的相对不确定度

$$u_{rel}(V_{\text{吸}1}) = \frac{\sqrt{u_1^2(V_{\text{吸}1}) + u_2^2(V_{\text{吸}1})}}{1} = 0.0043;$$

$$u_{rel}(V_{\text{吸}2}) = \frac{\sqrt{u_1^2(V_{\text{吸}2}) + u_2^2(V_{\text{吸}2})}}{2} = 0.0032;$$

$$u_{rel}(V_{\text{吸}3}) = \frac{\sqrt{u_1^2(V_{\text{吸}3}) + u_2^2(V_{\text{吸}3})}}{5} = 0.0023。$$

##### 5.1.2.2 单标线容量瓶引入的不确定度

###### (1) 体积校准引入的不确定度

标准系列溶液逐级稀释定容时采用了 10 mL 单标线容量瓶, 查 JJG196-2006 刻度常用玻璃量器检定规程可知, 10 mL 的 A 级单标线容量瓶的容量允差分别为  $\pm 0.020$  mL, 按均匀分布考虑, 包含因子  $k=\sqrt{3}$ ,

$$\text{因此, } u_1(V_{\text{容}1}) = \frac{0.020}{\sqrt{3}} = 0.0115。$$

###### (2) 实验室温度变化引入的不确定度

实验室温差  $\pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ , 以正己烷为溶剂, 其膨胀系数  $1.26 \times 10^{-3}$   $\text{mL}/^{\circ}\text{C}$ , 按均匀分布考虑,

$$u_2(V_{\text{容}1}) = \frac{2 \times 1.26 \times 10^{-3} \times 10}{\sqrt{3}} = 0.0145。$$

###### (3) 单标线容量瓶引入的相对不确定度

$$u_{rel}(V_{\text{容}1}) = \frac{\sqrt{u_1^2(V_{\text{容}1}) + u_2^2}}{10} = 0.0019。$$

##### 5.1.3 标准溶液及配制过程(稀释、定容)中引入的相对不确定度

以艾氏剂为例计算, 稀释过程中 1、2、5 mL 单标线吸量管分别使用 2、1、4 次, 10 mL 单标线容量瓶使用 7 次, 则艾氏剂标准系列溶液引入的相对不确定度为:

$$u_{rel}(m_1) = \sqrt{\frac{u_{rel}^2(c_{\text{艾氏剂}}) + u_{rel}^2(V_{\text{吸}1}) \times 2 + u_{rel}^2(V_{\text{吸}2}) + u_{rel}^2(V_{\text{吸}3}) \times 4 + u_{rel}^2(V_{\text{容}1}) \times 7}{1}} = 0.0097$$

同理可得狄氏剂标准系列溶液引入的相对不确定度  $u_{rel}(m_1)$  为 0.0097。

## 5.2 标准曲线引入的不确定度 $u_{rel}(m_2)$

艾氏剂、狄氏剂标准系列溶液各浓度点浓度为 12.5、25.0、50.0、100.0、200.0  $\text{ng}/\text{mL}$ , 每个点测定一次。利用最小二乘法拟合标准工作曲线, 得艾氏剂、狄氏剂的线性回归方程, 根据线性回归方程求标准不确定度, 按下式计算:

$$u(c_x) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_x - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}};$$

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

式中,  $S_R$  为标准曲线的剩余残差;  $a$ 、 $b$  为标准曲线方程的截距和斜率;  $p$  试样平行测量次数,  $p=2$ ;  $n$  为拟合直线的数据对总数,  $n=5$ ;  $c_x$  为实际样品溶液中农药浓度;  $c_i$  为标准曲线各点浓度;  $\bar{c}$  为标准系列使用液浓度的平均值,  $\bar{c}=77.5 \mu\text{g/L}$ ;  $y_i$  为第  $i$  个标准溶液的响应值。

按 2.5 方法进行实际样品测定, 结果艾氏剂、狄氏剂均未检出。根据 GB 2763-2012《食品中农药最大残留限量》要求牛奶中艾氏剂、狄氏剂的最大残留限量均为  $0.006 \text{ mg/kg}$ , 向净化后的样品溶液中添加艾氏剂、狄氏剂适量使得浓度各约为  $24 \text{ ng/mL}$  制备模拟样品溶液, 并作平行测定。经测定模拟样品溶液的  $c_x$ (艾氏剂)为  $24.60 \text{ ng/mL}$ ,  $c_x$ (狄氏剂)为  $25.25 \text{ ng/mL}$ 。

艾氏剂、狄氏剂标准系列溶液测定结果、不确定度和相对不确定度结果详见表 1、表 2。

将表 1 中艾氏剂、狄氏剂各浓度点浓度、响应值以及标准曲线的截距和斜率代入公式计算艾氏剂、狄氏剂的标准曲线剩余残差  $S_R$ , 得  $S_R$ (艾氏剂)=  $568.1 \text{ ng/mL}$ ,  $S_R$ (狄氏剂)=  $465.0 \text{ ng/mL}$ 。

根据表 2 中样品溶液的  $c_x$ 、标准系列使用液浓度的平均值  $\bar{c}$  以及标准曲线剩余残差  $S_R$  求得标准不确定度  $u(c_x)$ , 由此得到艾氏剂、狄氏剂标准曲线引入的相对不确定度  $u_{rel}(m_2)$ 。

### 5.3 样品的非均匀性引入的不确定度 $u_{rel}(m_3)$

牛奶样品中艾氏剂、狄氏剂农药残留含量的不均匀性是通过一个修正因子  $F$  来反映的。如同  $rep$  一样,  $F$  的数学期望应为 1, 而其不确定度却不为零。本例中, 牛奶为均匀液体, 取样时摇匀, 因此样品的不均匀性所带来的影响小到可以忽略的程度, 所以  $u_{rel}(m_3)$  近似为 0。

### 5.4 样品称量引入的不确定度 $u_{rel}(m_4)$

用万分之一天平准确称取样品  $20.000 \text{ g}$ , 由称重产生的不确定度属 A 类不确定度, 天平最大允许误差为  $\pm 0.1 \text{ mg}$ , 按均匀分布考虑, 包含因子  $k=\sqrt{3}$ , 因此其不确定度为  $u(m_4) = \frac{0.0001}{\sqrt{3}} = 0.00006$ , 则  $u_{rel}(m_4) = 0.000003$ 。

### 5.5 样品处理后定容引入的不确定度 $u_{rel}(m_5)$

样品经前处理后最终净化液定容时使用的是  $5 \text{ mL}$  单标线吸量管,  $5 \text{ mL}$  的 A 级单标线吸量管的容量允差为  $\pm 0.015 \text{ mL}$ , 按均匀分布考虑, 包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 因此其不确定度为  $u(m_5) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.0087$ , 则  $u_{rel}(m_5) = 0.0017$ 。

### 5.6 样品前处理过程引入的不确定度 $u_{rel}(m_6)$

样品前处理过程要经过提取、分配、净化、浓缩、定容等步骤, 每一步都会引入不确定度, 逐步确定每一步骤对测量结果不确定度的贡献是相对困难的, 本实验室采用方法的回收率对前处理过程引入的不确定度进行评定。称量 6 份牛奶样品做 3 个浓度的加标回收率实验, 采用平均回收率  $\bar{H}$  和相对标准偏差计算不确定度, 结果见表 3。

表 1 艾氏剂、狄氏剂标准系列溶液测定结果

Table 1 Measurement results of standard series solution of aldrin and dieldrin

浓度(ng/mL)	12.5	25.0	50.0	100	200	标准曲线方程
艾氏剂响应值	3129.8	7000.0	16781.2	33518.1	70297.3	$Y=354.5C-1514.5$
狄氏剂响应值	2680.3	6020.1	13567.1	27450.9	57830.2	$Y=291.1C-1120.1$

表 2 艾氏剂、狄氏剂标准曲线引入的相对不确定度  $u_{rel}(m_2)$

Table 2 Relative uncertainty introduced by standard curve of aldrin and dieldrin

$c_x$ (ng/mL)	$\bar{c}$ (ng/mL)	$S_R$ (ng/mL)	$u(c_x)$ (ng/mL)	$u_{rel}(m_2)$
艾氏剂	24.60	77.5	568.1	0.0590
狄氏剂	25.25	77.5	465.0	0.0470

表 3 样品前处理过程引入的相对不确定度  $u_{rel}(m_6)$   
Table 3 Relative uncertainty introduced by the sample preparation process.

	添加含量( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 $H_1$ (%)	回收率 $H_2$ (%)	$\bar{H}$ (%)	$s(H)$ (%)	$u_{rel}(m_6)$
艾氏剂	3	81.9	82.7	87.0	3.85	0.0443
	6	88.6	87.4			
	10	90.2	91.1			
狄氏剂	3	78.9	79.1	81.8	2.34	0.0286
	6	82.1	82.9			
	10	84.6	83.4			

表 4 6 份模拟样品中农药残留测定结果  
Table 4 Results of pesticide residues in 6 samples

	1	2	3	4	5	6	$\bar{c}$	$s(c)$	$u_{rel}(m_7)$
艾氏剂( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	5.25	5.14	5.29	5.11	5.15	5.31	5.21	0.0854	0.0164
狄氏剂( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	4.95	4.85	4.96	4.87	4.93	5.02	4.93	0.0623	0.0126

### 5.7 测量重复性引入的不确定度 $u_{rel}(m_7)$

由于实际样品中农药含量未检出, 根据 GB 2763-2012《食品中农药最大残留限量》要求牛奶中艾氏剂、狄氏剂中 0.006 mg/kg, 模拟 6 份牛奶试样在重复条件下进行 6 次重复测量( $n=6$ ), 见表 4, 计算测定测量重复性引入的相对不确定度。

### 5.8 相对合成标准不确定度和相对扩展不确定度

综上所述, 牛奶中艾氏剂、狄氏剂农残含量的不确定度分量相互独立, 则相对合成标准标准不确定度为:

$$u_{crel}(w_{艾氏剂}) = \sqrt{\frac{u_{rel}^2(m_1) + u_{rel}^2(m_2) + u_{rel}^2(m_3) + u_{rel}^2(m_4) + u_{rel}^2(m_5) + u_{rel}^2(m_6) + u_{rel}^2(m_7)}{u_{rel}^2(m_5) + u_{rel}^2(m_6) + u_{rel}^2(m_7)}} = 0.076$$

$$u_{crel}(w_{狄氏剂}) = \sqrt{\frac{u_{rel}^2(m_1) + u_{rel}^2(m_2) + u_{rel}^2(m_3) + u_{rel}^2(m_4) + u_{rel}^2(m_5) + u_{rel}^2(m_6) + u_{rel}^2(m_7)}{u_{rel}^2(m_5) + u_{rel}^2(m_6) + u_{rel}^2(m_7)}} = 0.057$$

取包含因子  $k=2$ , 置信区间约为 95%, 则模拟样品中农残含量的扩展不确定度为:

$$U(w_{艾氏剂}) = 2 \times u_{crel}(w_{艾氏剂}) \times 5.21 = 0.79;$$

$$U(w_{狄氏剂}) = 2 \times u_{crel}(w_{狄氏剂}) \times 4.93 = 0.56。$$

## 6 讨论

(1) 通过牛奶中艾氏剂和狄氏剂检测结果的不确定度评定可知, 测量结果的不确定度主要来源于标准曲线和样品前处理过程、仪器测量重复性引入的

不确定度, 其次是标准溶液配制过程和样品处理后定容引入的不确定度, 而样品的非均匀性和样品称量引入的不确定度极小, 可忽略不计。

(2) 由评定结果可见, 本实验中标准曲线引入的不确定度最大, 可以通过配制等距配制系列浓度溶液, 增加标准曲线点数来减少标准曲线引入的不确定度<sup>[10,11]</sup>。仪器测量重复性带来的不确定度可以通过优化仪器条件参数提高进样重现性来减少<sup>[12]</sup>。在样品前处理过程中更加规范实验操作来提高回收率, 可以将前处理引入的不确定度进一步减小<sup>[13,14]</sup>。此外, 选用更加精密的量器具也可以将不确定度进一步减小<sup>[15]</sup>。

(3) 牛奶中艾氏剂、狄氏剂残留量的检测为痕量检测, 如果不有效地控制好检测过程中对结果起至关重要的因素, 那么检测结果准确性、可靠性必定受到较大影响。因此, 进行不确定度评定对痕量检测结果有重要意义。

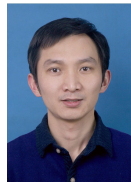
### 参考文献

- [1] 庞艳华, 胡晓静, 孙兴权, 等. 气相色谱-质谱法测定食品中残留的艾氏剂和狄氏剂[J]. 辽宁师范大学学报(自然科学版), 2011, 34(4): 508-512.
- Pang YH, Hu XJ, Sun XQ, et al. Determination of residue in food of aldrin and dieldrin gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Liaoning Normal Univ (Nat Sci Edit), 2011, 34(4): 508-512.
- [2] 孙海霞. 关于持久性有机污染物的研究[J]. 实验教学与仪器,

- 2014, 10: 21–23.  
Sun HX. Research on persistent organic pollutants [J]. *Exp Technol App*, 2014, 10: 21–23.
- [3] 胡晴晖. 湄洲湾水体中持久性有机污染物的污染特征与风险评估[J]. *中国环境科学*, 2014, 34(10): 2536–2544.  
Hu QH. Occurrence and ecological risk assessment of persistent organic pollutants in Meizhou bay [J]. *Chin Environ Sci*, 2014, 34(10): 2536–2544.
- [4] 周萍萍, 陈惠京, 赵云峰, 等. 动物性食品中持久性有机氯农药的残留分析[J]. *中国食品卫生杂志*, 2010, 22(3): 193–198.  
Zhou PP, Zhu LP, Zhao YF, *et al.* Analysis on persistent organochlorine pesticide multiresidues in animal origin foods [J]. *Chin J Food Hyg*, 2010, 22(3): 193–198.
- [5] 刘静, 王丽, 曾兴宇. 固相萃取-气相色谱法测定海水中异狄氏剂含量的不确定度评定[J]. *化学分析计量*, 2013, 22(5): 76–79.  
Liu J, Wang L, Zeng XY. Evaluation of measurement uncertainty of endrin in seawater by GC with solid-phase extraction [J]. *Chem Anal Metrol*, 2013, 22(5): 76–79.
- [6] 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.
- [7] 应方, 阮东德, 徐建芬, 等. 水中有机氯农药的测量不确定度评定[J]. *农业与技术*, 2012, 32(2): 149–151.  
Ying F, Luan DD, Xu JF, *et al.* Evaluation of uncertainty of measurement of organochlorine pesticides in water [J]. *Agric Technol*, 2012, 32(2): 149–151.
- [8] 梁开伦, 焦天恕, 李树斌, 等. 分析实验数据处理中的测量不确定度[J]. *分析测试技术与仪器*, 2005, 11(2): 149–152.  
Liang KL, Jiao TS, Li SB, *et al.* Measurement uncertainty in analytical data processing [J]. *Anal Test Technol Instrum*, 2005, 11(2): 149–152.
- [9] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示 [S].  
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [10] 胡贝贞, 沈国军, 邵铁锋, 等. 加速溶剂萃取-气相色谱-负化源质谱法测定茶叶中有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量[J]. *分析实验室*, 2009, 28(1): 33–38.  
Hu BZ, Shen GJ, Shao TF, *et al.* Determination of organochlorine and pyrethroid pesticide residues in tea by accelerated solvent extraction and gas chromatography negative chemical ionization-mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2009, 28(1): 33–38.
- [11] JJF1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].  
JJF1135-2005 Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement [S].
- [12] 北京市环境保护监测中心. 环境监测测量不确定度评定[S].  
Beijing environmental protection monitoring center. Evaluation of uncertainty in measurement of environmental monitoring [S].
- [13] 陈建琴. GC测定甘草中5种有机氯农药残留量的不确定度评价[J]. *中国现代应用药学*, 2014, 1: 95–99.  
Chen JQ. Evaluation of measurement uncertainty for determination of five organochlorine pesticide residues in glycyrrhizae radix Et rhizoma by GC [J]. *Chin J Mod App Pharm*, 2014, 1: 95–99.
- [14] 余修中, 熊大迁, 张灵玲. 不确定度评价指数及质量目标指数在评价常规化学检验结果质量中的价值[J]. *现代预防医学*, 2014, 13(1): 221–226.  
Yu XZ, Xiong DQ, Zhang LL. Value of uncertainty evaluation index and quality goal index in evaluating the quality of conventional chemical test results [J]. *Mod Prev Med*, 2014, 13(1): 221–226.
- [15] 李荣生, 王玉, 伍乃英, 等. 毛细管柱气相色谱法测定十滴水乙醇含量的不确定度分析[J]. *药学进展*, 2010, 12(3): 286–290.  
Li RS, Wang Y, Wu NY, *et al.* Uncertainty evaluation in assay of ethanol in shi-di-shui tincture by capillary GC method [J]. *Prog Pharm Sci*, 2010, 12(3): 286–290.

(责任编辑: 杨翠娜)

## 作者简介



高宏, 硕士研究生, 中级工程师,  
主要研究方向为食品安全分析测试。  
E-mail: 190919402@qq.com