

# 分散式固相萃取结合高效液相色谱法测定 植物油中苯并(a)芘含量的不确定度分析

王浩, 杨悠悠, 苗雨田, 刘佟, 杨永坛\*

(中粮营养健康研究院, 北京市营养健康与食品安全实验室, 北京 102209)

**摘要:** **目的** 建立适用于分散式固相萃取结合高效液相色谱法测定植物油中苯并(a)芘含量的不确定度分析方法。**方法** 样品用正己烷稀释后,加入适量吸附剂和去离子水,经分散式固相萃取净化,浓缩定容后应用 Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm)对苯并(a)芘含量进行分析,流动相以乙腈-水(v:v=88:12)进行等度洗脱,采用荧光检测器(激发波长  $E_x=384$  nm,发射波长  $E_m=406$  nm)检测,外标法定量。依据 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》中相关规定,考查称量、定容体积、标准曲线、仪器测量重复性和回收率等引入不确定度的主要因素,并对不确定度的各分量进行计算和合成。**结果** 当植物油中苯并(a)芘含量为 4.33 μg/kg 时,在 95% 的置信区间下,其扩展不确定度为 0.66 μg/kg ( $k=2$ )。评定结果表明,标准曲线拟合和标准溶液的配制产生的不确定度对合成不确定度的影响较大,而样品称量所引入的不确定度较小可忽略不计。**结论** 该评定方法客观准确,适用于分散式固相萃取结合高效液相色谱法测定植物油中苯并(a)芘含量的不确定度分析,对检测结果准确度的提高具有参考意义。

**关键词:** 不确定度; 苯并(a)芘; 分散式固相萃取; 高效液相色谱法; 植物油

## Uncertainty analysis on determination of benzo(a)pyrene residues in plant oil by high performance liquid chromatography with dispersive solid phase extraction

WANG Hao, YANG You-You, MIAO Yu-Tian, LIU Tong, YANG Yong-Tan\*

(Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety, COFCO Nutrition and Health Research Institute, Beijing 102209, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination and uncertainty analysis of benzo(a)pyrene residues in plant oil by dispersive solid phase extraction coupled with high performance liquid chromatography(HPLC). **Methods** The sample diluted with hexane was cleaned by dispersed solid phase extraction. Then the concentrate of constant volume was analyzed by liquid chromatographic column named Eclipse XDB-C<sub>18</sub> (150 mm×4.6 mm, 5 μm), using acetonitrile:water (88:12, v:v) as mobile phase. In addition, coupled with fluorescence detector (FLD) ( $E_x=384$  nm,  $E_m=406$  nm), the target was quantified with external standard curve. According to JJF 1135-2005, the factors affecting the determination results were investigated, such as weighing, constant volume, standard curve, measurement repeatability and recovery rate. Meanwhile, each component of uncertainty was calculated and combined. **Results** When the determination result of benzo(a)pyrene residues in plant oil was 4.33 μg/kg, under the confidence interval of 95%, the expanded

\*通讯作者: 杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: yangyongtan@cofco.com

\*Corresponding author: YANG Yong-Tan, Senior Engineer, COFCO Nutrition & Health Research Institute, Future Science and Technology Park South Road NO.4 Beiqijia, Changping, Beijing, 102209, China. E-mail: yangyongtan@cofco.com

uncertainty was 0.66  $\mu\text{g}/\text{kg}$  ( $k=2$ ). The results showed that the primary influences on the combined standard uncertainty were the standard curve and the configuration process of standard solution, and the weighing factor was very small and neglected. **Conclusion** The evaluation method is suitable for objective and accurate analysis of uncertainty of benzo(a)pyrene residues in plant oil by dispersive solid phase extraction coupled with HPLC. This method provides the reference for the accuracy of detection result.

**KEY WORDS:** uncertainty; benzo(a)pyrene; dispersive solid phase extraction; antioxidants; high performance liquid chromatography; plant oil

## 1 引言

苯并(a)芘(BaP)是一种含有5个苯环的稠环型多环芳烃,在动物体内经酶系统代谢后与DNA发生共价结合,具有强致癌和致突变作用<sup>[1,2]</sup>。自2010年8月媒体曝光金浩茶油“苯并芘超标”事件后,公众对食用油中是否含有苯并(a)芘的食品安全问题高度关注。目前许多国家已将苯并(a)芘列为油脂制品中重点监控项目,并制定最高残留限量,如欧盟标准 EC 1881-2006<sup>[3]</sup>规定食用油中苯并(a)芘含量的最高上限为2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,中国食品安全国家标准 GB 2762-2012<sup>[4]</sup>规定食用油中苯并(a)芘限量为10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

目前,国内外检测油脂中苯并(a)芘含量的主要方法有:薄层色谱法<sup>[5]</sup>、毛细管电泳法<sup>[6]</sup>、高效液相色谱法<sup>[7,8]</sup>、气相色谱质谱法<sup>[9]</sup>等。提取净化方法主要有:液液萃取法<sup>[10]</sup>、固相萃取法<sup>[8]</sup>、凝胶渗透色谱法<sup>[9]</sup>等。本研究应用分散式固相萃取结合高效液相色谱法<sup>[11]</sup>测定植物油中苯并(a)芘的含量,并依据 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》<sup>[12]</sup>的要求对各实验过程中所产生的不确定度进行评估计算,分析各不确定度分量对合成不确定度的贡献比,为评估检测结果的质量水平和实验操作的改进提供理论依据。

## 2 材料与方法

### 2.1 主要仪器与材料

UltiMate 3000 HPLC,配荧光检测器(美国 Thermo 公司); ST 16R 型高速离心机(美国 Thermo 公司); QL-902 型涡旋混合器(海门市其林贝尔仪器制造有限公司); BSA224-CW 型电子天平(赛多利斯科学仪器有限公司); TTL-DC II 型氮吹仪(北京同泰联科技发展有限公司); Reference 型超纯水机(美国 Millipore 公司)。

苯并(a)芘标准品(浓度 102  $\text{ng}/\mu\text{L}$   $\pm 5\%$ ,CAS 号

50-32-8, 美国 Sigma 公司); 正己烷、乙腈、四氢呋喃(均为色谱纯, Thermo Fisher 公司); 中性氧化铝(100-300 目)(分析纯, 400  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 8 h 后使用, 天津光复科技发展有限公司); 实验用水符合 GB/T 6682-2008 的一级水标准; 植物油购于本地超市。

### 2.2 色谱条件

色谱柱: Eclipse XDB-C<sub>18</sub>(150 mm $\times$ 4.6 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 美国 Agilent 公司); 流速为 1.0 mL/min; 柱温 25  $^{\circ}\text{C}$ ; 进样量 20  $\mu\text{L}$ ; 荧光检测器激发波长 384 nm、发射波长 406 nm; 流动相洗脱梯度: 12%水:88%乙腈, 保持 20 min。

### 2.3 样品处理方法

取 0.2 g 油脂样品, 于 50 mL 离心管中加入吸附剂中性氧化铝 9 g, 加入去离子水 450  $\mu\text{L}$ , 20 mL 正己烷, 涡旋振荡 1 min。取提取液 10 mL 于 45  $^{\circ}\text{C}$  水浴中氮吹至干, 用乙腈-四氢呋喃( $v:v=9:1$ )混合溶剂 0.5 mL 复溶。再经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后, 用荧光检测器进行分析。

### 2.4 标准品溶液的制备

用移液器精确移取 100  $\mu\text{L}$  苯并(a)芘标准品(浓度 102  $\text{ng}/\mu\text{L}$   $\pm 5\%$ )至 10 mL 容量瓶中, 用乙腈-四氢呋喃( $v:v=9:1$ )定容配制成浓度为 1020  $\mu\text{g}/\text{L}$  的工作母液。移取 20、50、100  $\mu\text{L}$  的工作母液, 分别在 10 mL 容量瓶中用乙腈-四氢呋喃定容配置成浓度 2.04、5.1、10.2  $\mu\text{g}/\text{L}$  的工作液。移取 500  $\mu\text{L}$ 、1000  $\mu\text{L}$  浓度为 10.2  $\mu\text{g}/\text{L}$  的工作液, 分别在 10 mL 容量瓶中用乙腈-四氢呋喃定容配置成浓度 0.51、1.02  $\mu\text{g}/\text{L}$  的工作液。

## 3 结果与讨论

### 3.1 建立数学模型

样品中苯并(a)芘残留量按公式:  $X = \frac{C \times V}{m \times R} \times f$  计算。

式中: X-样品中苯并(a)芘含量, 单位为  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; C-

从标准曲线得到的待测液中苯并(a)芘的浓度,单位为 ng/mL;  $V$ -待测液体积,单位为 mL;  $m$ -试样质量,单位为 g;  $R$ -回收率;  $f$ -稀释倍数。

### 3.2 不确定度来源分析及评估

从数学模型上可以看出影响油脂中苯并(a)芘检测结果的不确定度因素主要有:(1)由称量因素引入的不确定度  $u(m)$ ;(2)由体积因素引入的不确定度  $u(V)$ ,包括计量器具体积校准因素  $u(V_1)$ 、温度变化对体积的影响因素  $u(V_2)$ 、人员读数因素引入的不确定度  $u(V_3)$ ;(3)由标准曲线计算待测液中苯并(a)芘的浓度引入的不确定度  $u(C)$ ,包括标准品浓度因素引入的不确定度  $u(C_1)$ 、标准曲线拟合过程产生的不确定度  $u(C_2)$ 、仪器测定重复性引入的不确定度  $u(C_3)$ ;(4)提取效率因素引入的不确定度通过样品回收率的不确定度  $u(R)$ 来表示。分别对以上四个方面分量进行评定,由此得出合成相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(X)$ 传播率为:

$$u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{\left[\frac{u(m)}{m}\right]^2 + \left[\frac{u(V)}{V}\right]^2 + \left[\frac{u(C)}{C}\right]^2 + \left[\frac{u(R)}{R}\right]^2}$$

### 3.3 不确定度计算

#### 3.3.1 由称量因素引入的不确定度

称量 0.2 g 样品时使用的万分之一天平最小分度

值为 0.1 mg,按均匀分布  $k=\sqrt{3}$ ,则样品称量引入的不确定度为  $u(m) = \frac{a}{k} = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.0578$  mg,其相对不确定

$$\text{度为: } \frac{u(m)}{m} = \frac{0.0578 \text{ mg}}{0.2 \text{ g}} = 0.000289.$$

#### 3.3.2 由体积因素引入的不确定度

##### ① 计量器具校准引入的不确定度

本实验使用的所有玻璃器具对应的最大允许误差,依据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[13]</sup>;所用移液器的误差依据 JJG 646-2006《移液器检定规程》<sup>[14]</sup>。都按均匀分布  $k=\sqrt{3}$  转化,则计算出的不确定度见表 1。

此分量因素产生的合成相对不确定度为:  $\frac{u(V_1)}{V_1}$

$$= \sqrt{u_1^2 \times 6 + u_2^2 \times 2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2 + u_7^2 + u_8^2} = 0.0352$$

##### ② 温度变化对体积的影响而引入的不确定度

实验室的温度控制在  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ,  $20^\circ\text{C}$  时提取剂正己烷和定容溶剂(以乙腈计)的体胀系数分别为  $1.36 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  和  $1.37 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ,远大于硼硅玻璃的体胀系数  $1.0 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ,因此产生的体积变化主要由溶剂体积变化产生<sup>[13]</sup>,按均匀分布  $k=\sqrt{3}$  转化,则相对标准不确定度见表 2。

表 1 计量器具校准引入的不确定度

Table 1 Uncertainty caused by calibration of measuring vessels

计量器具	最大允许误差	相对标准不确定度
标品稀释过程		
10 mL A 级容量瓶(使用 6 次)	$\pm 0.020$ mL	$u_1 = (0.020 \text{ mL} / \sqrt{3}) / 10 \text{ mL} = 0.00116$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 100 $\mu\text{L}$ (使用 2 次)	$\pm 2\%$	$u_2 = 2\% / \sqrt{3} = 0.0116$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 50 $\mu\text{L}$	$\pm 3\%$	$u_3 = 3\% / \sqrt{3} = 0.0174$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 20 $\mu\text{L}$	$\pm 4\%$	$u_4 = 4\% / \sqrt{3} = 0.0231$
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 500 $\mu\text{L}$	$\pm 1.0\%$	$u_5 = 1\% / \sqrt{3} = 0.00578$
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 1000 $\mu\text{L}$	$\pm 1.0\%$	$u_6 = 1\% / \sqrt{3} = 0.00578$
样品提取过程		
10 mL A 级分度吸量管(使用 3 次)	$\pm 0.05$ mL	$u_7 = (0.05 \text{ mL} / \sqrt{3}) / 10 \text{ mL} = 0.00289$
待测液定容过程		
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 500 $\mu\text{L}$	$\pm 1.0\%$	$u_8 = 1\% / \sqrt{3} = 0.00578$

表 2 温度变化对体积的影响而引入的不确定度

Table 2 Uncertainty aroused from effect of temperature change on the expansion coefficient of solvent

计量器具	相对标准不确定度
样品稀释过程	
10 mL A 级容量瓶(使用 6 次)	$u_9=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 100 $\mu\text{L}$ (使用 2 次)	$u_{10}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 50 $\mu\text{L}$	$u_{11}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
10~100 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 20 $\mu\text{L}$	$u_{12}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 500 $\mu\text{L}$	$u_{13}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 1000 $\mu\text{L}$	$u_{14}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$
样品提取过程	
10 mL A 级分度吸量管(使用 3 次)	$u_{15}=(1.36 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00393$
待测液定容过程	
100~1000 $\mu\text{L}$ 量程的移液器移取 500 $\mu\text{L}$	$u_{16}=(1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} / \sqrt{3})=0.00396$

此分量因素产生的合成相对不确定度为:

$$\frac{u(V_2)}{V_2} = \frac{\sqrt{u_9^2 \times 6 + u_{10}^2 \times 2 + u_{11}^2 + u_{12}^2 + u_{13}^2 + u_{14}^2 + u_{15}^2 \times 3 + u_{16}^2}}{V_2} = 0.0159$$

### ③实验人员读数引入的不确定度

本实验使用 10 mL A 级容量瓶 6 次, 10 mL A 级分度吸量管 3 次, 共计 9 次。根据《化学分析中不确定度评估指南》<sup>[15]</sup>, 在数据读取时, 取允许有 1% 的不确定度, 按照三角分布  $k=\sqrt{6}$  转化, 此分量因素产生的

相对不确定度为:  $\frac{u(V_3)}{V_3} = \sqrt{\left(\frac{1\%}{\sqrt{6}}\right)^2} \times 9 = 0.0123$ 。

综上所述, 体积因素引入的合成相对不确定度为:

$$\frac{u(V)}{V} = \sqrt{\left[\frac{u(V_1)}{V_1}\right]^2 + \left[\frac{u(V_2)}{V_2}\right]^2 + \left[\frac{u(V_3)}{V_3}\right]^2} = \sqrt{0.0352^2 + 0.0159^2 + 0.0123^2} = 0.0406$$

### 3.3.3 待测液浓度引入的不确定度

#### ①标准品纯度引入的不确定度

根据标准品证书, 苯并(a)芘的浓度为 102 ng/ $\mu\text{L} \pm 5\%$ , 按均匀分布  $k=\sqrt{3}$ , 其相对不确定度为:

$$\frac{u(C_1)}{C_1} = \frac{5\%}{\sqrt{3}} = 0.0289$$

#### ②标准曲线拟合过程产生的不确定度

采用 5 个标准溶液浓度点建立标准曲线, 应用最

小二乘法<sup>[12]</sup>对曲线进行拟合, 拟合曲线信息见表 3。

则仪器测量值与拟合理论值间的标准偏差

为  $S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_1 - (C \times B_1 + B_0)]^2}{n-2}} = 69.5$ , 标准溶液

浓度的残差平方和  $S_{XX} = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2 = 64.3$ 。本实验对样品待测液进行了 6 次测定得到平均浓度为  $C_2$  为 0.74  $\mu\text{g/L}$ , 则由标准曲线拟合引入的不确定度为:

$$u(C_2) = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C_2 - \bar{C})^2}{S_{XX}}} = \frac{69.5}{1222} \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{5} + \frac{(0.74 - 3.77)^2}{64.3}} = 0.0406 \mu\text{g/L}$$

相对不确定度为:  $\frac{u(C_2)}{C_2} = \frac{0.0406 \mu\text{g/L}}{0.74 \mu\text{g/L}} = 0.0549$

#### ③仪器测定重复性引入的不确定度

使用液相色谱仪对同一瓶待测液进行 6 次重复性测定, 并计算出该植物油样品苯并(a)芘含量为: 4.20、4.43、4.39、4.24、4.33、4.37  $\mu\text{g/kg}$ , 平均含量为 4.33  $\mu\text{g/kg}$ 。根据贝塞尔公式, 结果的标准偏差为:

$$S(\bar{X}) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n-1}} = 0.0897 \mu\text{g/kg}$$

结果的标准不确定度为:  $u(C_3) = S(X) / \sqrt{n} = 0.0367 \mu\text{g/kg}$ ; 相对标准

不确定度为:  $\frac{u(C_3)}{C_3} = \frac{0.0367 \mu\text{g/kg}}{4.33 \mu\text{g/kg}} = 0.00848$ 。

表3 最小二乘法拟合曲线信息表  
Table 3 Information table of the standard curve based the least square method

标准溶液浓度 $C_j(\mu\text{g/L})$	仪器测得的峰面积 $A_i$	曲线拟合算出的峰面积 $A$	直线方程	平均浓度 $\bar{C}(\mu\text{g/L})$
0.51	621.7	640.7		
1.02	1250.2	1263.9		
2.04	2482.1	2510.3	$A=C \times B_1 + B_0 = 1222C + 17.457$	3.77
5.10	6355.0	6249.7	$R^2=0.9998$	
10.2	12436.5	12481.9		

表4 各因素对合成标准不确定度的贡献百分比  
Table 4 The contribution percentage of each influential factor in the combined standard uncertainty

序号	引入不确定度来源	分量名称	评定类型	贡献比例(%)
1	称量因素	$u(m)$	B	0.2
2	计量器具校准	$u(V_1)$	B	20.6
3	温度变化对体积影响	$u(V_2)$	B	9.3
4	实验人员读数	$u(V_3)$	B	7.2
5	标准品纯度	$u(C_1)$	B	16.9
6	标准曲线拟合	$u(C_2)$	A	32.2
7	仪器测定重复性	$u(C_3)$	A	5.0
8	样品加标回收率	$u(R)$	A	8.6

综上所述,由待测液浓度因素引入的合成相对不确定度为:

$$\frac{u(C)}{C} = \sqrt{\left[\frac{u(C_1)}{C_1}\right]^2 + \left[\frac{u(C_2)}{C_2}\right]^2 + \left[\frac{u(C_3)}{C_3}\right]^2} = \sqrt{0.0289^2 + 0.0549^2 + 0.00848^2} = 0.0627$$

### 3.3.4 样品加标回收率的不确定度

植物油样品加标浓度为 5.0  $\mu\text{g/kg}$  的 6 次回收率数据分别为 86.5%、88.4%、85.8%、83.3%、85.0%、87.8%,平均回收率  $R$  为 86.1%,标准偏差为 2.17%。按均匀分布  $k=\sqrt{3}$ ,标准不确定度  $u(R)=\frac{2.17\%}{\sqrt{3}}=1.26\%$ ,

相对标准不确定度  $\frac{u(R)}{R} = \frac{1.26\%}{86.1\%} = 0.0147$ 。

对平均回收率进行显著性  $t$  检验,检查测量系统是否发生偏倚,以确定检测结果是否须用回收率值修正<sup>[16]</sup>。 $t=|(1-R)|/\frac{u(R)}{R} = |(100\%-86.1\%)/0.0147=9.46$ ,大于双边临界值  $t(0.95, 5)=2.57$ ,检测结果与回收率相关,必须用回收率进行修正。

### 3.3.5 合成标准不确定度及扩展不确定度

将各分量进行合成,各分量对合成标准不确定度的贡献见表 4,合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{\left[\frac{u(m)}{m}\right]^2 + \left[\frac{u(V)}{V}\right]^2 + \left[\frac{u(C)}{C}\right]^2 + \left[\frac{u(R)}{R}\right]^2} = \sqrt{0.000289^2 + 0.0406^2 + 0.0627^2 + 0.0147^2} = 0.0762$$

样品的合成标准不确定度为:  $u(X) = u_{\text{rel}}(X) \times \bar{X} = 0.0762 \times 4.3 = 0.330 \mu\text{g/kg}$

取包含因子  $k=2$ (95%的置信区间下),则扩展不确定度为:  $U = k \times u(X) = 2 \times 0.330 = 0.66 \mu\text{g/kg}$

## 3.4 不确定度报告

本实验测定植物油中苯并(a)芘残留量的结果为  $X = (4.33 \pm 0.66) \mu\text{g/kg}$ ,  $k=2$ 。

## 4 结论

研究采用分散式固相萃取结合高效液相色谱法测定植物油中的苯并(a)芘含量的不确定度评定方法。常见的不确定评定方法是:对每个实验步骤进行

不确定评估,再进行总不确定度合成,而有些实验步骤仍会涉及到多个不确定度因素的合成,评定过程较为繁琐。而本文采用的不确定度评定方法是:对贯穿整个实验过程的各不确定度因素分别进行评估,再把各因素产生的分量不确定度进行合成,评定过程较为简单。通过对质量、体积、待测液浓度和回收率四个主要的不确定度来源因素进行不确定度分量计算、合成和评估得出:本实验结果的不确定度主要来源于标准曲线拟合和标准溶液的配制,而样品称量所引起的不确定度较小可忽略不计。对于苯并(a)芘这样的高危污染物,在报告检测结果的同时附上不确定度不仅使检测结果更加准确可靠,而且对实验过程的改进优化具有指导意义。

### 参考文献

- [1] Lee ML, Novotny MV, Battle KD. Analytical chemistry of polycyclic aromatic compounds [M]. London: Academic Press Inc (London)Ltd, 1981.
- [2] Šimko P. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in smoked meat products and smoke flavouring food additives [J]. J Chromatogr B, 2002, 770(1): 3–18.
- [3] (EC) No 1881/2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs [S].
- [4] GB 2762-2012 食品中污染物限量[S].  
GB 2762-2012 Maximum levels of contaminants in foods [S].
- [5] GB/T 5009.27-2003 食品中苯并(a)芘的测定[S].  
GB/T 5009.27-2003 Determination of benzo(a)pyrene in foods [S].
- [6] 傅若农. 色谱分析概论[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.  
Fu RN. Conspectus of chromatographic analysis [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.
- [7] Yusty L, Cortizo Daviña JL. Supercritical fluid extraction and high performance liquid chromatography fluorescence detection method for polycyclic aromatic hydrocarbons investigation in vegetable oil [J]. Food Contr, 2005, 16(1): 59–64.
- [8] 何强, 孔祥虹, 李建华, 等. 采用新型固相萃取柱快速测定植物油中苯并(a)芘[J]. 分析测试学报, 2012, 31(6): 710–714.  
He Q, Kong XH, Li JH, *et al.* Rapid determination of benzo[a]pyrene in edible vegetable oil using a new type of solid phase extraction column [J]. J Instrum Anal, 2012, 31(6): 710–714.
- [9] 王建华, 郭翠, 庞国芳, 等. GPC 净化-同位素稀释内标量 GC-MS 对植物油中多环芳烃的测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(3): 267–271.  
Wang JH, Guo C, Pang GF, *et al.* Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHS) in vegetable oil samples by gel permeation chromatography purification-gas chromatography-mass spectrometry based on an isotope dilution approach [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(3): 267–271.
- [10] NY/T 1666-2008 肉制品中苯并(a)芘的测定高效液相色谱法[S].  
NY/T 1666-2008 Determination of benzo[a]pyrene in meat products high performance liquid chromatography method [S].
- [11] 杨悠悠, 王浩, 刘佟, 等. 分散式固相萃取结合高效液相色谱法快速测定油脂制品中苯并(a)芘[J]. 分析化学, 2014, 42(9): 1387–1388.  
Yang YY, Wang H, Liu T, *et al.* Determination of benzo(a)pyrene residues in edible oil and oil products by high performance liquid chromatography with dispersive solid phase extraction [J]. Chin J Anal Chem, 2014, 42(9): 1387–1388.
- [12] JJF 1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].  
JJF 1135-2005 Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement [S].
- [13] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].  
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].
- [14] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].  
JJG 646-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].
- [15] CNAS-GL06: 2006 化学分析中不确定度的评估指南[S].  
CNAS-GL06: 2006 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [16] GB/T 27411-2012 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示[S].  
GB/T 27411-2012 Routine methods for evaluation and expression of measurement uncertainty in testing laboratory [S].

(责任编辑: 李振飞)

### 作者简介



王浩, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: wanghao3@cofco.com



杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: yangyongtan@cofco.com