

Florisil 分散固相萃取-液相色谱-串联质谱联用法 测定水果中氯吡脞的不确定度评定

张燕*, 舒平, 狄家卫, 赵浩军, 杨卫花, 李颖, 杨慰

(大理州质量技术监督综合检测中心, 大理 671000)

摘要: 目的 采用 florisil 分散固相萃取-液相色谱串联质谱法对水果中氯吡脞残留的不确定度评定。方法 建立该方法的数学模型, 对数学模型中各不确定度分量的来源进行分析、量化和合成, 得出合成不确定度及其扩展不确定度。结果 当水果中氯吡脞含量为 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 其扩展不确定度为 1.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($k=2$)。结论 不确定度主要由标准溶液、标准曲线的建立及测量随机性因素的不确定度引起。该评估模型为液质联用法测定水果中氯吡脞的不确定度评估提供了参考依据。

关键词: 液相色谱-串联质谱法; 不确定度; 氯吡脞

Uncertainty evaluation of forchlorfenuron in fruits by florisil dispersive solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Yan*, SHU Ping, DI Jia-Wei, ZHAO Hao-Jun, YANG Wei-Hua, LI Ying, YANG Wei

(Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Dali 671000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a mathematical model of uncertainty evaluation of forchlorfenuron in fruits by florisil dispersive solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry method. **Methods** A mathematical model of uncertainty was established. The sources of the uncertainty components in the mathematical model were analyzed, quantified and synthesized for obtaining the combined and expanded uncertainties. **Results** When the content of forchlorfenuron in fruits was 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the expanded uncertainty was 1.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($k=2$). **Conclusion** The main source of uncertainty was caused by the standard solution, the establishment of standard curve, and the uncertainty of measurement random factors. It provided a reference basis for uncertainty evaluation of forchlorfenuron in fruits.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; uncertainty; forchlorfenuron

1 引言

氯吡脞, 即 1-(2-氯-4-吡啶)-3-苯基脞, 是一种具有细胞分裂素活性的苯脞类植物生长调节剂, 其

生物活性却较 6-苄氨基嘌呤高 10~100 倍。20 世纪 80 年代由日本首先开发, 之后引入中国, 是经国家批准的植物生长调节剂, 不属于食品添加剂。氯吡脞在美国、欧盟、日本等国允许使用, 也是中国农

*通讯作者: 张燕, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: shiyan1230@163.com

*Corresponding author: ZHANG Yan, Engineer, Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Economic Development Zone 1 Box, Dali 671000, China. E-mail: shiyan1230@163.com

业部允许使用的植物生长调节剂, 允许用于西瓜、葡萄、猕猴桃^[1]。它是一种新型高效植物生长调节剂, 主要作用是促进细胞分裂、分化和扩大, 促进器官形成, 蛋白质合成和增强光合作用^[2]。由于氯吡脞可能会对人体带来潜在的危害, 欧盟、美国、和日本等国对其残留量作出严格限定, 限量不超过 0.01 mg/kg。目前, 氯吡脞的检测方法主要有气相色谱法、高效液相色谱法、高效液相色谱法-串联质谱法和液相色谱-飞行时间质谱法等。气相色谱法、液相色谱法的检出限达不到国际最高限量要求, 本研究建立的 Florisil 分散固相萃取-液相色谱串联质谱法测定水果中氯吡脞, 简化了样品的前处理过程, 为保证该方法检测结果的可靠性及准确性, 故对其方法进行不确定度评定。本文主要参照 SN/T 3643-2013《出口水果中氯吡脞(比效隆)残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法》^[3]的检测方法的不确定度进行分析, 并评估其不确定度, 找出影响检测结果的主要因素, 以便在今后的检测过程中进行严格控制。

2 材料与方 法

2.1 材料与试剂

氯吡脞标准品(纯度 98.5%, 东京化成工业株式会社); 色谱纯甲醇、乙腈(德国 Merck 公司); 甲酸(纯度 98%, Acros Organics 公司); 有机相针式过滤器(0.22 μm , 上海安谱科学仪器有限公司); 所用其他试剂均为分析纯; 实验室用水为超纯水。

2.2 仪器与设备

LC-20AD 高效液相色谱仪(日本岛津公司); API3200 质谱仪(美国 AB 公司)配有电喷雾离子源; Phenomenex Gemini C₁₈ 色谱柱(菲罗门 50 mm \times 2.00 mm, 3 μm); 分析天平(AB135-S, 0.01 mg; AL204, 0.1

mg, 瑞士梅特勒公司); 10~1000 μL 、5000 μL 移液枪(德国 Eppendorf 公司); TG16-WS 台式高速离心机(湘南湘仪实验室仪器开发有限公司); M37610-33CN 小型旋涡混匀器(德国 IKA 公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 标准溶液的配制

准确称取 0.00100 g 氯吡脞标准物质于 10 mL 容量瓶, 用乙腈溶解定容配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准物质储备液, 避光保存于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中。再逐级稀释配制成浓度为 1.0、2.5、5.0、10.0、20.0 和 40.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 标准使用液, 绘制标准曲线。

2.3.2 样品前处理

取有代表性的样品 200 g, 用组织捣碎机捣碎, 准确称取 5.0 g 试样(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞螺纹离心管中, 准确加入乙腈 10 mL, 漩涡混合 2 min, 加入 2 g 无水硫酸镁和 0.5 g 氯化钠, 漩涡混合 2 min, 以 8000 r/min, 高速离心 5 min 后静置 2 min, 取其上层乙腈溶液 3 mL 于已称量 0.2 g florisil 固相分散剂的小试管中, 漩涡震荡净化 1 min, 静置分层, 澄清液过 0.22 μm 有机滤膜, 上液质联用仪测定。

2.3.3 仪器条件

质谱采用电喷雾正离子源(ESI⁺), 多反应监测(MRM)模式, 电喷雾电压(IS): 5500 V; 雾化气(GS1): 50.0 psi; 气帘气压力(CUR): 30 psi; 碰撞气体(CAD): 10 psi; 辅助气流速(GS2): 50 psi; 离子源温度(TEM): 500 $^{\circ}\text{C}$; 驻留时间 100 ms; 定量离子对; 去簇电压(DP); 碰撞室入口电压(EP); 碰撞气能量(CE)及碰撞室出口电压(CXP)见表 1。

高效液相色谱条件: Phenomenex Gemini C₁₈ 色谱柱(50 mm \times 2.00 mm, 3 μm); 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$; 进样量: 5 μL ; 流动相 A 为 0.1% 甲酸水, B 为乙腈, 梯度洗脱见表 2。

表 1 多反应监测参数
Table 1 Parameters of multi reaction monitoring

化合物	离子对(m/z)	DP	EP	CEP	CE	CXP
氯吡脞	248.0/129.0*	28.3	6.2	20.6	24.7	4.4
	248.0/155.0	27.9	6.8	17.6	21.9	5.9

表 2 梯度洗脱比例
Table 2 Gradient elution ratio

时间(min)	流速(mL/min)	0.1%甲酸水溶液 A (%)	乙腈 B (%)
0.00	0.3	80	20
1.00	0.3	20	80
3.00	0.3	20	80
3.50	0.3	80	20
6.00	0.3	80	20

2.4 数学模型的建立与不确定度来源的分析

2.4.1 用外标法计算水果中氯吡脞的含量,其数学模型为:

$$X = \frac{C \times V}{m} \quad (1)$$

式中: X —试样中氯吡脞的含量($\mu\text{g}/\text{kg}$); C —测定试样液中氯吡脞在标准曲线上的浓度值($\mu\text{g}/\text{L}$); V —试样定容体积(mL); m —试样的质量(g)。此公式是从测量原理中给出的。当中没有考虑各种因素对不确定度的影响,在此应引入各方面随机影响的重复性系数 f_{rep} , 其数值等于 1。评定不确定度的数学模型应写成如下形式:

$$X = \frac{C \times V}{m} \times f_{rep} \quad (2)$$

2.4.2 各分量标准不确定度的来源^[4]

本评定方法充分考虑了水果中氯吡脞含量测定不确定度的来源,主要是涉及(1)测量人员、环境方法及其检测仪器等的影响通过重复性体现;(2)试样前处理中称量、提取、净化、定容引入的不确定度;(3)标准工作溶液配制中称量、定容体积、最小二乘法拟合标线测定试样浓度引入的不确定度;(4)仪器引入的不确定度。

3 结果与讨论

3.1 测量重复性标准不确定度

取同一批次的试样 6 份,在相同条件下,重复测定,按照公式(1)计算样品中氯吡脞残留的质量分数和不确定度,评定结果见表 3。单次实验标准偏差为

$$S(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (3)$$

在日常的分析中,测量 2 份试样,报告其平均值。2 次测量结果平均值的相对标准偏差作为其重复性的相对标准不确定度。

$$u_{rel}(f_{rep}) = \frac{S(X)}{\bar{X} \times \sqrt{2}} \quad (4)$$

3.2 样品前处理引入的不确定度

3.2.1 试样称量引入的不确定度

天平的检定证书给出了最大允许误差(MPE)为 $\pm 1.0 \text{ mg}$,称量试样的值为 5 g,取矩形分布,引入的标准不确定度为:

$$u_{rel}(m_{\text{样}}) = \frac{0.0010}{\sqrt{3} \times 5.0761} = 0.0001 \quad (5)$$

3.2.2 样品前处理中体积引入的标准不确定度

根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器》^[5]和 JJG 646-2006《移液器》^[6]检定规程的规定,10 mL 分度移液管(A 级)的容量允差为 $\pm 0.05 \text{ mL}$,取矩形分布,则 10 mL 移液管引入的不确定度为:

$$u_{rel}(V_1) = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 10} = 0.0029 \quad (6)$$

5000 μL 移液器取用 3000 μL 时的容量允差为 $\pm 0.6\%$,取矩形分布,则 5000 μL 移液器引入的不确定度为:

$$u_{rel}(V_2) = \frac{3000 \times 0.6\%}{\sqrt{3} \times 3000} = 0.0035 \quad (7)$$

则样品前处理体积引入的不确定度为:

$$u_{rel}(V_{\text{样}}) = \sqrt{u(V_1)^2 + u(V_2)^2} = 0.0045 \quad (8)$$

3.2.3 样品回收率引入的不确定度

在空白试样中添加 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的氯吡脞标准工作溶液,做 10 个平行试样来测定其回收率,分别为:84.9%、89.7%、94.5%、89.7%、98.3%、95.7%、92.9%、88.9%、96.3%和 90.9%。其平均值为 92.14%,根据回

表 3 重复性测定结果和不确定度
Table 3 Results of repeatability and uncertainties

测量次数	试样质量(g)	样液中氯吡脞含量($\mu\text{g/L}$)	样液氯吡脞平均值($\mu\text{g/L}$)	试样中氯吡脞含量($\mu\text{g/kg}$)	试样中氯吡脞平均含量 X ($\mu\text{g/kg}$)	$S(X_{rep})/(\mu\text{g/kg})$	$u_{rel}(f_{rep})$
1	5.0742	5.14		10.1297			
2	5.0987	5.09		9.9829			
3	5.1209	4.99		9.7444			
4	5.1498	5.19		10.0781			
5	4.9897	4.96	5.0767	9.9405	10.0014	0.1481	0.0105
6	5.0234	5.09		10.1326			

收率平均值(R)的相对标准偏差(RSD)为 4.051%, 得到回收率的不确定度为 $u_{rel}(f_{rec})=0.0405$ 。

样品前处理过程中,各分量引入的不确定度为:

$$u_{rel}(S) = \sqrt{u_{rel}(m_{\text{样}})^2 + u_{rel}(V_{\text{样}})^2 + u_{rel}(f_{rec})^2} = 0.0408 \quad (9)$$

3.3 标准溶液配制过程中引入的不确定度

3.3.1 标准品引入的不确定度

标准品证书给出氯吡脞的纯度 98.5%, 取矩形分布, 由标准品引入的不确定度^[6-14]:

$$u_{rel}(m_{std}) = \frac{1-0.985}{\sqrt{3}} = 0.0087 \quad (10)$$

3.3.2 标准品称量引入的不确定度

天平允许的最大误差为 ± 0.05 mg, 称取氯吡脞 1.0 mg, 取矩形分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(B) = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 1.0} = 0.0289 \quad (11)$$

3.3.3 标准品配制引入的不确定度

依据 JJG 196-2006《常用玻璃量器》和 JJG 646-2006《移液器检》检定规程, 配制过程中所使用的容量瓶和移液器, 玻璃量器取三角分布, 移液器取矩形分布^[5-10], 不确定度见表 4。

标准溶液稀释配制过程中, 使用 10 mL 容量瓶 2 次, 1000 μL 移液器移 2 次, 100 μL 移液器 6 次, 由表 4 合成标准溶液配制过程中, 玻璃量器与移液器引入的相对不确定度:

$$u_{rel}(V_{\text{标}}) = \sqrt{\frac{u_{rel1}^2 + 2u_{rel2}^2 + u_{rel3}^2 + u_{rel4}^2 + u_{rel5}^2 + u_{rel6}^2 + u_{rel7}^2 + u_{rel8}^2 + 6u_{rel9}^2}{}} = 0.0327 \quad (12)$$

3.3.4 标准溶液稀释过程中温度引入的不确定度

玻璃量器和移液器是在 20 $^{\circ}\text{C}$ 检测的, 在稀释配

制标准溶液的过程中严格控制温度在 20 $^{\circ}\text{C}$ 。因此, 标准溶液配制过程中温度引入的不确定度可以忽略不计。

3.3.5 最小二乘法拟合的标准曲线引入的不确定度

实验采用氯吡脞标准使用液 6 个浓度点^[11-14], 分别测定 2 次, 求其峰面积平均值(\bar{A})与相应溶液质量浓度(C), 检测结果见表 5。其中, 线性方程为 $Y=7296X+3085$, 相关系数 $r=0.9998$ 。

对试样测定 6 次其试样液氯吡脞的平均值浓度为: $C=5.0767$ $\mu\text{g/L}$ 。则由最小二乘法引入拟合的标准曲线引入的不确定度为:

$$u_{rel}(C) = \frac{S(A)}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C-\bar{C})^2}{S_{cc}}} \quad (13)$$

其中

$$\bar{C} = \frac{\sum_{j=1}^n C_j}{n} \quad (14)$$

$$S_{cc} = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2 \quad (15)$$

式中: A_i 为第 i 个质量浓度点测定的响应值(峰面积); $(a+bC_i)$ 为按回归方程计算得出的第 i 个点的响应值, a 为线性回归方程的截距, b 为斜率; n 为标准溶液浓度点 $n=12$; C_i 为第 i 个点的质量浓度的平均值。按照上述公式计算得到 $S(A)=1419$, $\bar{C}=13.0833$, $S_{cc}=2211$, $u(C)=0.2115$, $u_{rel}(C)=0.0211$ 。

标准溶液配制引入的不确定度为:

$$u_{rel}(SS_{\text{稀}}) = \sqrt{u_{rel}(m_{std})^2 + u_{rel}(B)^2 + u_{rel}(V_{\text{标}})^2 + u_{rel}(C)^2} = 0.0492 \quad (16)$$

表 4 标准溶液配制过程中玻璃量器和移液器引入的不确定度

Table 4 Uncertainty resulting from the preparation of standard solution by volumetric flasks and pipettes

玻璃量器与移液器	最大允许误差	定容或移取体积	相对不确定度
10 mL 单标线容量瓶 A 级	±0.020 mL	10 mL	$u_{rel1}=0.00082$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	1000 μL	$u_{rel2}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	990 μL	$u_{rel3}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	980 μL	$u_{rel4}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	975 μL	$u_{rel5}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	960 μL	$u_{rel6}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	950 μL	$u_{rel7}=0.00577$
1000 μL 移液器 1000 μL 检定点	±1.0%	900 μL	$u_{rel8}=0.00577$
100 μL 移液器 100 μL 检定点	±2.0%	100 μL	$u_{rel9}=0.01155$

表 5 氯吡脞的标准曲线测定结果

Table 5 The standard curve results of of forchlorfenuron

药物名称	质量浓度 $C/(\mu\text{g/L})$	峰面积 A	\bar{A}
氯吡脞	1.0	7320	7305
		7290	
	2.5	23300	24100
		24900	
	5.0	40900	40990
		41080	
	10.0	75400	75150
		74900	
	20.0	149800	148650
		147500	
	40.0	295300	295050
		294800	

3.4 仪器引入的不确定度

本实验采用液质联用仪进行测定,由云南省计量院提供的校准证书扩展不确定度为 5%, $k=2$;则分析仪器引入的不确定度为:

$$u_{rel}(I)=\frac{0.05}{2}=0.025 \quad (17)$$

3.5 测量不确定的评定与报告

由公式(18)计算得到水果中氯吡脞的相对标准不确定度为 0.0694,取包含因子 $k=2$,扩展不确定度 $U(X)=2u_{rel}(X)$ 。采用液相色谱串联质谱法测定水果中氯吡脞残留量,测量 2 个样品,水果中氯吡脞的测量值为 5.0767 $\mu\text{g/L}$,结合称样量及其体积,计算出样品中氯吡脞的含量为 10.0014 $\mu\text{g/kg}$,则扩展不确定度为 $U(X)=2u_{rel}(X)=2\times 0.0694\times 10.0014=1.39$ $\mu\text{g/kg}$,按照该方法测定水果中氯吡脞的结果为 $X=(10.0\pm 1.4)$ $\mu\text{g/kg}$, $k=2$ ^[15-17]。

$$u_{rel}(X) = \sqrt{u_{rel}(f_{rep})^2 + u_{rel}(S)^2 + u_{rel}(SS_{稀})^2 + u_{rel}(I)^2} \quad (18)$$

4 结 论

通过对高效液相色谱-串联质谱法测定水果中氯吡脞含量的不确定来源进行分析,并评定各不确定度分量,得出该方法的扩展不确定度为 1.4 $\mu\text{g/kg}$,取包含因子 $k=2$ 。由表 6 可以看出,采用液质联用法测定水果中氯吡脞的不确定来源主要是最小二乘法拟合的标准曲线和回收率。因此,在今后的检测过程中,从以上这些方面加强质量控制,尽可能减少实验中不确定的因素。

表 6 不确定度评定结果
Table 6 Uncertainty evaluation for the determination of three sulfonamides

重复性实验 $u_{rel}(f_{rep})$	样品前处理引入不确定度 $u_{rel}(S)$			标准溶液配制过程引入的不确定度 $u_{rel}(SS_{标})$				仪器引入的不确定度 $u_{rel}(I)$
	称样量 $u_{rel}(m_{标})$	前处理体积 $u_{rel}(V_{#})$	回收率 $u_{rel}(f_{rec})$	标品 $u_{rel}(m_{std})$	称量天平 $u_{rel}(B)$	稀释体积 $u_{rel}(V_{标})$	标准曲线浓度 $u_{rel}(C)$	
0.0105	0.0001	0.0045	0.0405	0.0087	0.0289	0.0327	0.0211	0.0250
		0.0408			0.0492			

参考文献

- [1] 李瑞娟, 于建垒, 宋国春. 氯吡脞的环境行为及其安全性的研究进展[J]. 农药, 2008, 47(4): 240-243.
Li RJ, Yu JL, Song GC. Advances on environmental activities and safety of forchlorfenuron [J]. Agrochem, 2008, 47(4): 240-243.
- [2] 杨生琳. 新型高效植物生长调节剂—氯吡脞的应用技术[J]. 农业科技与信息: 现代农业版, 2009, (19): 46.
Yang SL. New high efficiency plant growth regulator-application of forchlorfenuron [J]. Agric Sci Technol Inf: Mod Agric Ed, 2009, (19): 46.
- [3] SN/T 3643-2013 出口水果中氯吡脞(比效隆)残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法[S].
SN/T 3643-2013 Determination of forchlorfenuron residue in fruits for export. LC-MS-MS method [S].
- [4] CNAS-CL07-2011 测量不确定度的要求[S].
CNAS-CL07-2011 Requirements for measurement uncertainty [S].
- [5] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].
- [6] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].
JJG 646-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].
- [7] 张平, 陈睿, 曹美萍, 等. UPLC-MS/MS 法检测肉制品中克伦特罗残留量的不确定度评定[J]. 食品工业科技, 2013, 115: 302-305.
Zhang P, Chen R, Cao MP. *et al.* Evaluation of uncertainty measurement in the content determination of clenbuterol residues in meat products by UPLC-MS/MS [J]. Sci Technol Food Ind, 2013, 115: 302-305.
- [8] 胡贝贞, 蔡海江, 宋伟华, 等. 茶叶中氟虫腈等 8 种农药残留的液相色谱-串联质谱法测定及不确定度评定[J]. 色谱, 2012, 30(9): 889-895.
Hu BZ, Cai HJ, Song WH, *et al.* Determination of eight pesticide residues in tea by liquid chromatography-tandem mass spectrometry and its uncertainty evaluation [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(9): 889-895.
- [9] 邢丽红, 付树林, 孙晓杰, 等. 液相色谱-串联质谱法测定大菱鲆中硝基咪唑类代谢物的不确定度评定[J]. 现代农药科技, 2015, 7: 293-296.
Xing LH, Fu SL, Sun XJ, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of nitrofurans metabolites in turbot by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Mod Pesticide Technol, 2015, 7: 293-296.
- [10] 任雪冬, 刘成雁, 林雪征, 等. 液相色谱-串联质谱法测定畜禽肉中十种磺胺类兽药残留的不确定度评定[J]. 中国兽药杂志, 2011, 45(5): 20-25.
Ren XD, LIU CY, Lin XZ, *et al.* Uncertainty evaluation in the determination of ten kind of sulfanilamide residues in poultry by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Vet Drug, 2011, 45(5): 20-25.
- [11] 洪武兴, 罗聪亮, 刘益锋, 等. 液质联用法罗非鱼中磺胺嘧啶不确定度的评定[J]. 现代食品科技, 2009, 25(11): 1369-1372.
Hong WX, Luo CL, Liu YF, *et al.* Evaluation of uncertainty for detection of sulfadiazine residue in tilapia by HPLC-MS/MS [J]. Mod Food Sci Technol, 2009, 25(11): 1369-1372.
- [12] 陆连寿, 张秀英. 高效液相色谱法测定磺胺间甲氧嘧啶含量的不确定度评定[J]. 中国兽药杂志, 2008, 42(11): 30-33.
Lu LS, Zhang XY. Evaluation of the uncertainty of measurement for determination of sulfadmonomethine by HPLC [J]. Chin J Vet Drug, 2008, 42(11): 30-33.
- [13] 张厚森, 武晓静, 王玮, 等. 高效液相色谱串联质谱法测定猪肉中磺胺多辛的不确定度评定[J]. 食品工程, 2012, 3: 55-58.

- Zhang HS, Wu XJ, Wang W, *et al.* Evaluation of the uncertainty of sulfadoxine in pork by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Food Eng, 2012, 3: 55–58.
- [14] 赵健亚, 谢怀根, 肖静. 高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物残留的不确定度评定[J]. 食品科学, 2013, 34(10): 144–147.
Zhao JY, Xie HG, Xiao J. Uncertainty evaluation for determination of sulfonamide residues in chicken by high performance liquid chromatography [J]. Food Sci, 2013, 34(10): 144–147.
- [15] 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].
- [16] CNAS-GL06-2011 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL06-2011 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [17] 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].

(责任编辑: 李振飞)

作者简介



张 燕, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: shiyan1230@163.com