

液相色谱法测定保健食品中番茄红素的不确定度评定

程家丽^{1,2}, 刘婷婷¹, 马彦宁¹, 卓勤^{1*}

(1. 中国疾病预防控制中心营养与健康所, 北京 100050; 2. 华北电力大学资源与环境研究院, 北京, 102206)

摘要: **目的** 评定高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定保健食品中番茄红素含量的不确定度。**方法** 依据《测量不确定度评定与表示》(JJF1059.1-012), 分析番茄红素含量测定过程中的不确定度来源, 通过建立数学模型量化不确定度分量, 计算合成不确定度及扩展不确定度。**结果** 本研究测得的保健食品中番茄红素的含量为(51.3±6.8) g/kg, 扩展不确定度为 6.8 g/kg ($k=2$)。测定过程的不确定度来源主要有样品称量、标准溶液的配制及标准曲线拟合、样品前处理、样品重复性测定及仪器本身带来的不确定度。**结论** HPLC 法测定番茄红素的不确定度主要来源于标准溶液的校正, 其次为样品前处理引入的不确定度, 其他因素的影响相对较小。

关键词: 高效液相色谱法; 保健食品; 番茄红素; 不确定度

Uncertainty evaluation of the determination of lycopene in health food by high performance liquid chromatography

CHENG Jia-Li^{1,2}, LIU Ting-Ting¹, MA Yan-Ning¹, ZHUO Qin^{1*}

(1. National Institute for Nutrition and Health, Chinese Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100050, China; 2. Environmental Research Academy, North China Electric Power University, Beijing 102206, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of lycopene in health foods by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** According to the JJF1059.12-012 Chinese regulation on the valuation and expression of uncertainty in measurement, the sources of uncertainty in determination of lycopene were analyzed. Furthermore, the combined uncertainties and expanded uncertainties were calculated based on the established mathematic models. **Results** The content of lycopene in health foods in this study was (51.3±6.8) g/kg and the accompanying expanded uncertainty was 6.8 g/kg ($k=2$). And the main sources of uncertainty in the determination were as follows: sample weighing, preparation of standard solution and the standard curve fitting, sample pretreatment, repeatability of sample and instrument itself. **Conclusion** The calibration of standard solution contributes predominantly to the uncertainty of lycopene determination by HPLC, followed by the sample pretreatment and the influence of other factors are relatively small.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; health foods; lycopene; uncertainty

*通讯作者: 卓勤, 博士, 研究员, 主要研究方向为营养与食品卫生。E-mail: zhuoqin1@sina.com

*Corresponding author: ZHUO Qin, Ph.D, Researcher, National Institute for Nutrition and Health, Chinese Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100050, China. E-mail: zhuoqin1@sina.com

1 引言

番茄红素是成熟番茄中的主要色素,是一种不含氧的类胡萝卜素。番茄红素具有很强的抗氧化功能,可以增强免疫力、抑制癌细胞生长、改善皮肤衰老、预防心血管疾病及提高男性生育能力^[1,2]。番茄红素是直链碳氢不饱和烃化合物,属脂溶性维生素,其理化性质不稳定,对环境敏感,易发生降解或异构^[3]。食品中番茄红素测定的不确定度评定对检测的质量控制具有重要意义。

不确定度一般用来定量评价实验检测数据的准确度,而且还能反映检测过程中各因素对结果不确定度的影响程度^[4-6]。中国实验室国家认可委员会(China National Accreditation Board for Laboratories, CNAL)要求,认可的检测实验室必须建立测定不确定度的评定程序,并有能力对每项检测结果进行不确定度评定^[7]。目前,保健食品中番茄红素的高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定的不确定度评定研究未见报道。本研究基于 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 CNAS-GL06:2006《化学分析中不确定度的评估指南》^[8,9],依据 GB/T 22249-2008《保健食品中番茄红素的测定》^[10]中技术规范,对保健食品中番茄红素检测的不确定度进行测定和分析,为保健食品中番茄红素检测的质量控制提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Waters 2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司); e2489 紫外检测器(美国 Waters 公司); KQ5200 超声波清洗器(昆山舒美超声仪器有限公司); Mettler-Toledo Ae50-S 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司);所有玻璃仪器均为 A 级。

甲醇(色谱纯,批号 A452-4,美国 Fisher Scientific 公司);乙腈(色谱纯,批号 A998-4,美国 Fisher Scientific 公司);二氯甲烷(分析纯,北京化学试剂公司);焦性没食子酸(分析纯,上海安谱实验科技股份有限公司);实验用水为超纯水;番茄红素标准品(纯度 98%,产品编号 L823832,国家标准物质中心)。

2.2 标准溶液的配制

番茄红素对照品溶液配制:准确称量番茄红素标准品 0.0500 g(精确到 0.0001 g),置于 5 mL 棕色容量瓶中,加焦性没食子酸-二氯甲烷溶液(称取 5 g 焦性没食子酸,用二氯甲烷溶解并定容至 100 mL)溶解并定容,混匀。

番茄红素标准工作液的配制:用微量可调移液器分别移取番茄红素对照品溶液 25、50、100、300 和 500 μ L,用焦性没食子酸-二氯甲烷溶液稀释并定容至 1 mL,得到浓

度分别为 0.25、0.50、1.0、3.0、5.0 mg/mL 的标准工作液。

2.3 实验方法

实验所用的番茄红素胶囊为药店采购(形状为软胶囊,胶囊壳为红色)。将番茄红素软胶囊的外壳剥去,精确称取胶囊里的番茄红素样品 0.500 g 于 25 mL 棕色容量瓶中,加 0.2 g 焦性没食子酸和 5 mL N,N-二甲基甲酰胺后超声提取 30 min,再用焦性没食子酸-二氯甲烷溶液溶解定容,摇匀,过 0.45 μ m 滤膜,上机检测。详细方法及检测条件见 GB/T 22249-2008《保健食品中番茄红素的测定》。测量数学模型按公式(1)计算。

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

式中: X 为试样中着色剂的含量(g/kg); C 为进样液中番茄红素的浓度(mg/mL); V 为试样稀释总体积(mL); m 为试样质量(g)。

3 结果与分析

3.1 不确定度来源

根据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[8],从标准品的制备、样品处理到测量数学模型分析,番茄红素测定结果的不确定度来源主要包括:标准溶液本身的不确定度、样品的称量、样品前处理、标准曲线的配制及样品溶液所使用的玻璃仪器、定量重复性、标准曲线的拟合及环境温度等带来的不确定度,详细分析见图 1。

3.2 不确定度分量的评定

3.2.1 样品称量的相对标准不确定度

称量样品时天平室与干燥器内均放置同质硅胶,可视为相同湿度,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,服从均匀分布,按照矩形分布($k=\sqrt{3}$)计算,则校准引起的不确定度 $u(m)=a/\sqrt{3}=0.0002/\sqrt{3}=0.000115$ g。样品称量均为 0.500 g 左右,则称量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)=u(m)/m=0.000115/0.5=0.000230$ 。

3.2.2 样品稀释过程引入的相对标准不确定度

样品稀释过程引入的不确定度主要来源于玻璃器皿的允差和环境温度引起的体积变化 2 个方面。实验中分别使用了 5 mL (A 级)移液管和 25 mL (A 级)容量瓶,按照 JJG196-2006《常用玻璃仪器检定规程》^[11]中的规定,5 mL (A 级)移液管和 25 mL (A 级)容量瓶的容量允差分别为 ± 0.025 和 ± 0.03 ,按照三角形分布($k=\sqrt{6}$)计算不确定度,即 5 mL (A 级)移液管引入的相对标准不确定度为 $0.025/\sqrt{6}/5=0.00204$,25 mL (A 级)容量瓶引入的相对标准不确定度为 $0.03/\sqrt{6}/25=0.000490$ 。因此,玻璃仪器引入的相对标准不确定度为 $\sqrt{0.00204^2+0.00049^2}=0.00210$ 。

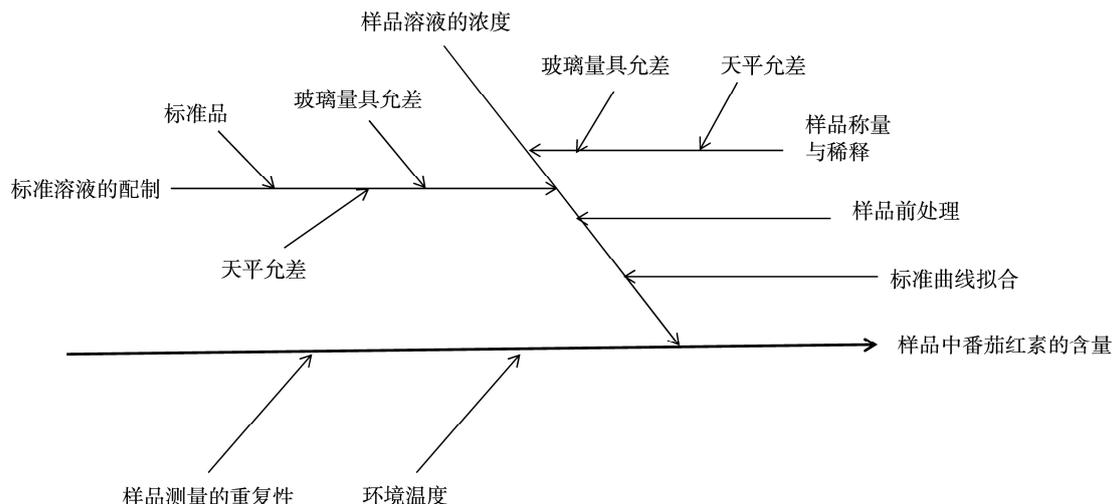


图 1 不确定度来源分析

Fig. 1 Analysis of uncertainty sources

表 1 番茄红素样品的测定结果
Table 1 Determination result of lycopene sample

	测定次数								均值(g/kg)	标准偏差(g/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8		
样品中番茄红素的含量(g/kg)	51.1	51.3	51.6	51.1	51.1	51.2	51.2	51.3	51.3	0.158

玻璃仪器在 20 °C 校准, 而实验室温度在(20±5) °C 范围波动, 二氯甲烷的膨胀系数为 1.37×10⁻³/°C, 移液管体积产生的变化为 5×5×1.37×10⁻³=0.0343, 容量瓶体积产生的变化为 25×5×1.37×10⁻³=0.171。按均匀分布计算(k=√3), 溶液温度与校正时温度差引起的水体积不确定度为 $\sqrt{(0.0343/\sqrt{3}/5)^2 + (0.171/\sqrt{3}/25)^2} = 0.00559$ 。

将玻璃器皿和环境温度得到的不确定度合成, 得样品稀释过程引入的相对标准不确定度: $u_r(v) = \sqrt{(0.00210)^2 + (0.00562)^2} = 0.00597$ 。

3.2.3 测量重复性引入的相对标准不确定度

样品检测的重复次数越多, 所获得的检测结果的标准偏差越可靠。本研究对样品进行了 8 次平行测定, 8 次测定的称样量及样品中番茄红素的含量见表 1。按 A 类方法评定实验重复性引入的不确定度 $u(\bar{x})$ 。番茄红素测定引入的不确定度为^[13]: $u(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.158}{\sqrt{8}} = 0.0557 \text{ g/kg}$, 番茄红素重复测定引入的相对标准不确定度为: $u_r(\bar{x}) = \frac{u(\bar{x})}{\bar{x}} = \frac{0.0557}{51.8} = 0.00109$ 。

3.2.4 标准溶液校正引入的相对不确定度

(1) 标准品纯度引入的相对不确定度

番茄红素标准对照品的纯度为大于 95%, 其证书上未

提出标准物质的相对不确定度。根据标准品的纯度可知, 样品纯度的限值分别为 $a_+ = 100\%$, $a_- = 95\%$, 半宽度 $a = (a_+ - a_-) / 2 = (1 - 0.95) / 2 = 0.025$ 。按均匀分布(k=√3)计算, 番茄红素对照品的不确定度为: $u(c_s) = 0.025 / \sqrt{3} = 0.0144$, 番茄红素标准对照品的相对不确定度 $u_r(c_s) = 0.0144 / 95\% = 0.0152$ 。

(2) 标准品称量引入的相对不确定度

对照品称量的标准不确定度主要来源于天平的最大允许误差, 分析天平的称量允许误差为±0.0002 g, 按照矩形分布(k=√3)计算, 则标准品称量引入的相对标准不确定度 $u_r(m_i) = 0.0002 / \sqrt{3} / 0.0500 = 0.00231$ 。

(3) 配制标准溶液的玻璃器皿引入的相对标准不确定度

配制标准溶液的过程中使用了 5 mL 容量瓶和 500 μL 微量移液器, 其引入的不确定度按“3.2.2”计算。根据 JJG 196-2006 中的规定^[11], 5 mL 容量瓶的容量允差为±0.02, 按三角分布(k=√6)计算, 由此引入的相对标准不确定度为 $0.02 / \sqrt{6} / 5 = 0.00163$ 。标准溶液温度与校正时温度差引入的体积标准不确定度为 $5 \times 5 \times 1.37 \times 10^{-3} / \sqrt{3} / 5 = 0.00395$, 则 5 mL 容量瓶的合成标准不确定度为 $\sqrt{(0.00163)^2 + (0.00395)^2} = 0.00427$ 。

JJG646-2006^[12]规定, 20 °C 时 500 μL 微量移液器的容量允许值为±0.005 mL, 则微量移液器的相对标准不确定

度为 $0.005/\sqrt{6}/0.5=0.00408$ 。标准溶液温度与校正时温度差引入的体积标准不确定度为 $0.5\times 5\times 1.37\times 10^{-3}/\sqrt{3}/0.5=0.00395$ ，则 500 μL 微量移液器的合成标准不确定度为 $\sqrt{(0.00163)^2+(0.00408)^2}=0.00568$ 。将容量瓶与微量移液器的不确定度分量合成，得配制标准溶液时由玻璃器皿引入的相对标准不确定度为： $u_r(c_v)=\sqrt{(0.00427)^2+(0.00568)^2}=0.00702$ 。

(4) 标准曲线拟合引入的相对标准不确定度

本研究对 5 个不同浓度的番茄红素标准溶液进行了测定，每个浓度重复测定 3 次，共测定 15 次($n=15$)。采用线性最小二乘拟合曲线，测得浓度与峰面积的对应值见表 2。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标进行拟合，得到的标准曲线方程为 $Y=B_1X+B_0$ ，得到的回归方程为 $Y=30000000X-62191$ ，相关系数为 $r=0.998$ 。根据公式(2)计算标准溶液峰面积的残余标准偏差，得到番茄红素标准溶液的残余标准偏差为 $S_R=3917731$ 。

对样品溶液进行 8 次重复测定($p=8$)，待测样溶液按回归方程计算的平均浓度为 1.06 mg/mL。根据公式(3)计算最小二乘法拟合标准曲线的过程引入的标准不确定度。 $u(c_p)=\frac{3917731}{30000000}\sqrt{\frac{1}{8}+\frac{1}{15}+\frac{(1.06-1.95)^2}{16.8}}=0.0640$ mg/mL，则拟合曲线引入的标准不确定度 $u_r(c_p)=0.0640/1.06=0.0604$ 。

$$S_R^{[13]}=\sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{j=1}^n[A_j-(B_0+B_1c_j)]^2}\sqrt{\frac{1}{n-2}\sum_{j=1}^n[A_j-(B_0+B_1c_j)]^2} \quad (2)$$

$$u(c)^{[13]}=\frac{S_R}{B_1}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(c-\bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n(c_i-\bar{c})^2}} \quad (3)$$

式中： p 为被测溶液的测量次数； n 为测试标准溶液的次数； B_1 为斜率； B_0 为截距； c_i 为第 i 个标准溶液的浓度； A_j 为第 i 个标准溶液的第 j 次峰面积值； c_j 为第 i 个标准溶液的第 j 次浓度； c 为待测样品溶液按回归方程计算得到的浓度平均值； \bar{c} 为不同校准标准溶液的平均值；下标 i 表示第 i 个标准溶液；下标 j 表示获得标准曲线的测量次数^[13]。

根据上述各不确定度分量计算标准溶液校正引入的合成不确定度，则标准溶液校正引入的合成不确定度

$$u_r(c)=\sqrt{(0.00152)^2+(0.00231)^2+(0.00702)^2+(0.0604)^2}=0.0627。$$

3.2.5 样品前处理引入的不确定度

样品前处理产生的不确定度主要由样品采集、样品制备、提取过程及人员操作等因素引入。前处理过程较复杂，不易进行量化分解，本研究采取加标回收的方法计算前处理引起的偏差，前处理引入的不确定度主要通过测定回收率，计算标准不确定度。本研究进行 6 次回收率的测定($n=6$)，其测定值见表 3。回收率的相对标准不确定度计算

$$\text{公式}^{[9]} \text{为 } u_r(\overline{\text{Rec}})=\frac{S_T}{\text{Rec}\times\sqrt{n}}=\frac{2.66\%}{96.92\%\times\sqrt{6}}=0.0112$$

化学分析中不确定度的评估指南(CNAS-GL06)中要求校正明显的系统误差，系统误差分析要进行显著性检验(t 检验)，显著性检验按公式(4)计算^[9]。使用 t 检验确定在 95%置信区间下，表明回收率间有显著性差异。

表 2 番茄红素标准品的峰面积
Table 2 Peak areas of lycopene standard

标准溶液浓度($\mu\text{g/mL}$)	峰面积	$B_0+B_1c_j$	$A-(B_0+B_1c_j)$	$c_j-\bar{c}$
0.250	10414614		2852423	
	10315725	756219	2753534	-1.7
	10527131		2964940	
0.500	13895150		-1167041	
	13896270	15062191	-1165921	-1.45
	13783624		-1278567	
1.00	29878907		-183284	
	29567509	30062191	-494682	-0.95
	29879642		-182549	
3.00	85898653		-4163538	
	85687921	90062191	-4374270	1.05
	84964752		-5097439	
5.00	154012028		3949837	
	156032452	350062191	5970261	3.05
	157589256		7527065	

$$T = \frac{|1 - \overline{\text{Rec}}|}{u_r(\overline{\text{Rec}})} = \frac{|1 - 96.92\%|}{0.0112} = 2.75 \quad (4)$$

将该数据与 95%置信度, $n-1$ 自由度的双边临界值 $t_{\text{crit},n-1}$ 比较。自由度为 5, 查得的 t 分布 95%置信区间 $t=2.57$ 。由于 $T > t$, 表明回收率与 100%间有显著性差异。因此应对不确定度应进行校正, 其校正公式为: $u_t(\overline{\text{Rec}}) = \sqrt{\left(\frac{1 - \overline{\text{Rec}}}{k}\right)^2 + u_r(\overline{\text{Rec}})^2}$, 按校正公式计算回收率引入的相对不确定度为 $u_t(\overline{\text{Rec}}) = \sqrt{\left(\frac{1 - 96.92\%}{2}\right)^2 + 0.0112^2} = 0.0190$ ($k=2$)。

3.2.6 高效液相色谱仪引入的不确定度

本研究采用 Waters 2695 仪器进行测定, 校准证书上仪器的定量重复性误差为 1.1%, 按等概率分布计算, 则液相色谱仪的标准不确定度为 $u(y) = 0.011 / \sqrt{3} = 0.00635$ 。番茄红素测定过程中由液相色谱仪产生的相对标准不确定度 $u_r(y) = 0.00635 / 51.3 = 0.000124$ 。

3.3 不确定度的合成

保健食品中番茄红素含量测定不确定度的来源及测量值结果见表 4, 则番茄红素测定的合成相对标准不确定度为^[9]:

$$u_r(x) = X \times \sqrt{u_r(\bar{x})^2 + u_r(m)^2 + u_r(v)^2 + u_r(c)^2 + u_r(\overline{\text{Rec}})^2 + u_r(y)^2} \\ = 51.3 \times \sqrt{0.000230^2 + 0.00597^2 + 0.00109^2 + 0.0627^2 + 0.0190^2 + 0.000124^2} \\ = 3.4 \text{ g/kg}$$

3.4 扩展不确定度及测量结果

按 95%置信概率, 取包含因子 $k=2$, 计算扩展不确定度 $u(x) = k \times u_r(x)$ 。则番茄红素的扩展不确定度为 $u(x) = 2 \times 3.4 = 6.8 \text{ g/kg}$ 。样品中番茄红素的含量为 $(51.3 \pm 6.8) \text{ g/kg}$ ($k=2$)。

4 讨论与结论

本研究对保健食品中番茄红素含量测定的不确定度来源进行了较全面的分析, 由表 4 中各不确定度的分量值可知, 由标准溶液引入的不确定度是不确定度的主要来源, 其贡献率达 70.36%; 其次为由样品前处理引入的不确定度, 其贡献率为 21.32%, 而其它因素的影响较小, 可忽略不计。

在高效液相色谱法测定保健食品中番茄红素的过程中, 为获得较小的不确定度测定结果, 应控制的关键环节主要包括规范标准溶液的配制、设置较大跨度的标准曲线浓度范围、尽量让待测样品浓度在标准曲线范围中间, 且尽量按浓度递增顺序进行测定, 以减少高浓度样品对低浓度样品测定的影响, 提高测定准确性; 样品前处理时应注意样品的均匀性、溶解性及样品处理操作过程的一致性; 尽量购买纯度较高的标准品; 分析人员应熟练掌握样品各项处理步骤, 注意样品的平行性, 以提高检测的准确性; 尽量选用 A 级玻璃器皿; 对分析天平及液相色谱仪定期进行维护与保养, 保证仪器在检测时处于最佳工作状态, 确保测量结果的可信度。

表 3 番茄红素的加标回收率
Table 3 Recoveries of lycopene

1	2	3	4	5	6	平均加标回收率(%)	标准差 S_T (%)
92.5	96.3	97.8	96.1	98.5	99.9	96.9	2.66

表 4 番茄红素测定中各分量的相对不确定度
Table 4 Relative uncertainty of each component in the determination of Lycopene

不确定度分量	来源	评定方法	量值	合成量值	不确定度的贡献率(%)
$u_t(m)$	样品称量	B 类评定	0.00023	0.00023	0.26
$u_t(v)$	样品稀释	B 类评定	0.00210	0.00597	6.70
		B 类评定	0.00562		
$u_r(\bar{x})$	样品多次测量	A 类评定	0.00109	0.00109	1.22
		B 类评定	0.0152		
$u_r(c)$	标准溶液配制	B 类评定	0.00231	0.0627	70.36
		B 类评定	0.00702		
		A 类评定	0.0604		
$u_t(\overline{\text{Rec}})$	样品前处理	A 类评定	0.00190	0.0190	21.32
$u_r(y)$	仪器本身	B 类评定	0.000124	0.000124	0.14

参考文献

- [1] Palozza P, Simone RE, Catalano A, *et al.* Tomato lycopene and lung cancer prevention: from experimental to human studies [J]. *Cancer*, 2011, 3(2): 2333–2357.
- [2] 曾瑶池, 穆桂萍, 黄淑芬, 等. 番茄红素对高糖所致内皮祖细胞功能障碍的保护作用及机制初探[J]. *天然产物研究与开发*, 2014, 26(1): 19–23.
Zeng YC, Mu GP, Huang SF, *et al.* Effect of lycopene on the function and mechanism of human peripheral blood endothelial progenitor cells cultivated in high concentration glucose [J]. *Nat Prod Res Dev*, 2014, 26(1): 19–23.
- [3] 吴宇琼. 番茄红素稳定性研究[J]. *江汉大学学报(自然科学版)*, 2011, 39(3): 41–44.
Wu YQ. Research of stability of lycopene [J]. *J Jiangnan Univ (Nat Sci Ed)*, 2011, 39(3): 41–44.
- [4] Arrow KJ, Lind RC. Uncertainty and the evaluation of public investment decisions [J]. *J Nat Resour Policy Res*, 2014, 6(1): 29–44.
- [5] 沈施, 陈曦, 毕焯, 等. 高效液相色谱法测定参类食品中人参皂苷的不确定度评定[J]. *卫生研究*, 2015, 44(2): 288–293.
Shen S, Chen X, Bi Y, *et al.* Uncertainty evaluation for determining ginsenosides in ginseng food by HPLC [J]. *J Hyg Res*, 2015, 44(2): 288–293.
- [6] 李静娜, 伍雅婷, 革丽亚, 等. 高效液相色谱法测定玉米粉中黄曲霉毒素 B₁ 含量的不确定度评定[J]. *公共卫生与预防医学*, 2015, 26(3): 22–25.
Li JN, Wu YT, Ge LY, *et al.* Evaluation of the aflatoxin B₁ content uncertainty in corn flour by HPLC [J]. *J Public Prev Med*, 2015, 26(3): 22–25.
- [7] ISO/IEC 17025-2005 检测和校准实验室认可准则[S].
ISO/IEC 17025-2005 Accreditation criteria for testing and calibration laboratories [S].
- [8] 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].
- [9] 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].
- [10] GB/T 22249-2008 保健食品中番茄红素的测定[S].
GB/T 22249-2008 Determination of lycopene in health foods [S].
- [11] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].
- [12] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].
JJG 646-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].
- [13] 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: 刘丹)

作者简介



程家丽, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为食品营养与安全。
E-mail: jlcheng77@163.com



卓勤, 博士, 研究员, 主要研究方向为营养与食品卫生。
E-mail: zhuoqin1@sina.com