

烟熏肉制品中多环芳烃测定的不确定度评定

王桂苓*, 聂煜, 李彪, 薛艳

(国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心, 阜阳市产品质量监督检验所, 阜阳 236000)

摘要: **目的** 评定用气相色谱-质谱法测定烟熏肉制品中多环芳烃残留量的不确定度。**方法** 采用微波萃取法提取烟熏肉制品中的多环芳烃, 经凝胶渗透色谱仪净化处理, 用气相色谱-质谱法对烟熏肉制品中多环芳烃的残留量进行分析, 建立数学模型, 对测量结果的不确定度来源进行分析和量化。**结果** 本方法的不确定度主要来自于标准溶液的配制及标准曲线的建立。当烟熏肉制品中多环芳烃的含量为 4.92~8.76 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 其扩展不确定度为 0.37~0.78 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($k=2$)。**结论** 该评定方法可用于气相色谱-质谱法对烟熏肉制品中多环芳烃残留量测定的不确定度评定。

关键词: 不确定度; 多环芳烃; 气相色谱-质谱法; 烟熏肉制品

Uncertainty evaluation of determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in smoke-dried meat products

WANG Gui-Ling*, NIE Yu, LI Biao, XUE Yan

(National Recycle Nonferrous Metals Rubber & Plastic Materials Quality Supervision and Inspection Center, Fuyang Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Fuyang 236000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty in determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in smoke-dried meat products by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Methods** The PAHs in sample were extracted by microwave extraction, purified by gel permeation chromatography (GPC), and then analyzed by GC-MS. The mathematical model was established based on the above analysis to analyze and quantify the sources of uncertainty of the measurement results. **Results** The major uncertainty sources in this method were preparation of standard solutions and establishment of curve calibrations. When the PAHs content in smoke-dried meat products ranged from 4.92 $\mu\text{g}/\text{kg}$ to 8.76 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the extended uncertainty was 0.37~0.78 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($k=2$). **Conclusion** The method is suitable for the evaluation of uncertainty of PAHs in smoke-dried meat products determined by GC-MS.

KEY WORDS: uncertainty; polycyclic aromatic hydrocarbons; gas chromatography-mass spectrometry; smoke-dried meat products

1 引言

多环芳烃(polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs)是

一类由 2 个或 2 个以上苯环以线状、角状或簇状排列形成的稠环型芳香族化合物, 是世界公认的难降解、半挥发性有机化合物, 具有致癌、致畸和致突变等危害^[1-3]。烟熏肉

基金项目: 安徽省质量技术监督局科技计划(13zj370029)

Fund: Supported by Science and Technology Program of Anhui Bureau of Quality and Technical Supervision (13zj370029)

*通讯作者: 王桂苓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为产品安全检测。E-mail: wangguiling0536@126.com

*Corresponding author: WANG Gui-Ling, Master, Engineer, National Recycle Nonferrous Metals Rubber & Plastic Materials Quality Supervision and Inspection Center, No. 2009, Huaihe Road, Yingzhou District, Fuyang City, Fuyang 236000, China. E-mail: wangguiling0536@126.com

制品深受消费者的欢迎,但在其制作过程中,由于受到煤炭、木炭等各种燃料在氧气不足和高温条件下不完全燃烧而产生的多环芳烃类物质污染,因此对人体有很大的潜在危害。中国、美国和欧盟等国家和地区已对 PAHs 的使用做出了限制^[4-6],目前,被美国和欧盟禁止使用的 PAHs 已达 18 种。PAHs 的危害越来越受到重视,因此保证 PAHs 检测数据的准确性至关重要。为了提供更科学、更完整的检测数据,测量不确定度逐渐受到关注。例如,郭佳佳等^[7]进行了气相色谱-质谱联用测定塑料玩具产品中多环芳烃的不确定度评定;周五端等^[8]进行了气相色谱-质谱联用法测定橡胶制品中多环芳烃(萘)含量的不确定度评定;洪颖等^[9]进行了气质联用法测定电器塑料产品中多环芳烃含量的不确定度研究,但这些研究都是针对橡胶塑料产品,对于烟熏肉制品或有关食品中 PAHs 检测的不确定度研究较少。有关气相色谱-质谱联用法测定 PAHs 的研究报道较多^[10,11],但这些研究多采用超声提取的方式。本研究采用微波萃取法提取烟熏肉制品中的多环芳烃,经凝胶渗透色谱仪(gel permeation chromatograph, GPC)净化处理后,用气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)对烟熏肉制品中多环芳烃的残留量进行分析,建立数学模型。依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度的评定与表示》^[12]对烟熏肉制品中多环芳烃的测定过程进行分析评定,对影响测定结果的各项因素如样品称量、样品溶液的定容和稀释、标准溶液配制及标准曲线拟合等进行不确定度评定,建立气相色谱-质谱法测定烟熏肉制品中多环芳烃的不确定度评定方法,以期为正确评价和使用检测数据提供科学依据。

2 材料与方 法

2.1 仪器、试剂与材料

7890A-5975C 气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司,配备电子电离源); ETHOS AX 微波萃取仪(意大利 MILESTONE 公司); prepLinc GPC & AccuVap 凝胶渗透色谱-定量浓缩联机系统(美国 J2 Scientific 公司); N-EVAP111 氮吹仪(美国 Organomation 公司)。

乙酸乙酯、环己烷、丙酮、正己烷(色谱纯,上海安谱科技有限公司); 16 种 PAHs 的混合标准样品(o2si smart solutions 标准品,上海安谱科技有限公司); 各 PAHs 的质量浓度均为 2000 mg/L。

烟熏肉制品试样购于阜阳当地超市,密封真空包装。

2.2 实验方法

准确称取 5.000 g 均匀试样于微波萃取罐中,加入 20 mL 正己烷-丙酮(1:1, V:V)溶液,密闭后放入微波萃取系统,80 °C 微波萃取 10 min。准确移取 10 mL 萃取液于 15 mL 带刻度离心管中,氮吹浓缩至干,用乙酸乙酯-环己烷(1:1,

V:V)溶液定容至 5 mL,进行 GPC 净化。在 254 nm 的检测波长下,以乙酸乙酯-环己烷(1:1, V:V)为流动相,流速为 5 mL/min,收集 8~25 min 的流出液,浓缩至 1.0 mL,用气相色谱-质谱联用仪测定。

2.3 数学模型

样品中多环芳烃含量的测量结果可以表示为:

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

式中: X —试样中多环芳烃含量($\mu\text{g}/\text{kg}$); C —通过标准曲线得到的测定液中多环芳烃的浓度(ng/mL); V —样液的最终定容体积(mL); f —实际测定时样品的稀释倍数($f=4$); m —样品的质量(g)。

2.4 不确定度分量的主要来源

从整个检测过程和数学模型来看,本方法中的不确定度主要来源于以下几个方面:

(1)称样质量引入的不确定度 $u_r(m)$: 主要由称量时天平的最大允许误差构成。

(2)样液体积引入的不确定度 $u_r(V)$: 主要由移液体积及样液定容体积引起。

(3)标准溶液配制引入的不确定度 $u_r(S)$: 主要来源于量具及移液器误差。

(4)校准曲线引入的不确定度 $u_r(L)$: 包括用最小二乘法拟合标准溶液浓度-平均峰面积比值曲线校准得出 A 时测量所产生的不确定度。

(5)样品前处理的回收率引入的不确定度 $u_r(F)$: 主要来源于样品萃取净化处理过程中的系统误差。

(6)测量结果的重复性引入的不确定度 $u_r(R)$: 主要由 GC-MS 仪器本身的稳定性决定。

3 结果与分析

3.1 称样质量引入的不确定度 $u_r(m)$

称取样品 5.0 g (精确至 0.001 g),电子天平的最大允许误差为 ± 0.2 mg, $k=2$ (k 为非正态分布的置信因子)时产生的

的相对标准不确定度为: $u_r(m) = \frac{0.0002}{5 \times 2} = 0.00002$

3.2 样液体积引入的不确定度 $u_r(V)$

3.2.1 移取提取液使用的移液管引入的不确定度 $u(V_1)$

根据 JJG 196-2006^[13]中的规定,在 20 °C 条件下,10 mL 移液管(A 级)的容量允差为 ± 0.020 mL,用非正态分布中均匀分布(也称为矩形分布)描述其不确定度^[12]: $u(V_1) =$

$$\frac{0.02}{10 \times \sqrt{3}} = 0.001155$$

3.2.2 定容体积引入的不确定度 $u(V_2)$

浓缩后的样液用乙酸乙酯-环己烷(1:1, V:V)定容到 5 mL。JJG 10-2005^[14]检定规程中给出 15 mL 刻度离心管 5

mL 容量的允差为±0.2 mL, 取矩形分布, 则提取液定容体

$$积引入的不确定度 u(V_V) = \frac{0.2}{5 \times \sqrt{3}} = 0.023094$$

温度对体积的影响: 本实验在(20±5) °C 的条件下进行, 刻度离心管和溶液的温度与校准时的温度不同所引起的体积变化为: 5 mL×5 °C×0.00139 °C⁻¹=0.03475 mL(乙酸乙酯的体积膨胀系数为 0.00139 °C⁻¹, 环己烷的体积膨胀系数忽略不计), 取矩形分布, 则温度对体积的影响所引入的不

$$确定度 u(V_T) = \frac{0.03475}{5 \times \sqrt{3}} = 0.004013$$

$$因此, 定容体积引入的不确定度 u(V_2) = \frac{\sqrt{u^2(V_V) + u^2(V_T)}}{5} = 0.004688$$

3.2.3 样液体积引入的合成不确定度 $u_r(V)$

10 mL 的移液管共使用 3 次, 样液体积引入的不确定度: $u_r(V) \sqrt{3u^2(V_1) + u^2(V_2)} = 0.00510$

3.3 校准溶液配制引入的不确定度 $u_r(S)$

标准溶液的配制过程: 取各 PAHs 浓度均为 2000 µg/mL 的 PAHs 混合标准储备液 1 mL, 用正己烷稀释得到 200 ng/mL 的 PAHs 混合标准使用液, 进一步稀释得到浓度分别为 5.0、10.0、20.0、40.0、60.0 和 100 ng/mL 的系列标准溶液。

3.3.1 标准储备液引入的不确定度 u_0

校准曲线的溶液是由 o2si smart solutions 的标准溶液配制, 根据标准物质证书上 PAHs 的浓度(详见表 1), 按均匀分布考虑, 则标准物质引入的相对标准不确定度 $u_0 = \frac{\text{不确定度}}{\text{标注浓度} \times \sqrt{3}}$, 计算结果见表 1。

3.3.2 容量瓶引入的不确定度 u_1 和 u_2

根据 JJG 196-2006^[13] 中的规定, 20 °C 条件下, 10 mL 容量瓶的容量允差为±0.02 mL, 100 mL 容量瓶的容量允差为±0.10 mL。按均匀分布考虑, 所用 10 mL 容量瓶和 100 mL 容量瓶引入的不确定度分别为 u_1 和 u_2 :

$$u_1 = \frac{0.02}{10 \times \sqrt{3}} = 0.001155$$

$$u_2 = \frac{0.10}{100 \times \sqrt{3}} = 0.000577$$

3.3.3 移液管引入的不确定度 u_3 、 u_4 和 u_5

根据 JJG646-2006^[15] 中的规定, 20 °C 条件下, 移液管的最大允许误差及相对标准不确定度见表 2。

3.3.4 温度引入的不确定度 u_6

本测试在(20±5) °C 的条件下进行, 正己烷的体积膨胀系数为 0.00136 °C⁻¹, 取矩形分布, 则温度对体积的影响所引入的不确定度 $u_6 = \frac{5 \times 0.00136}{\sqrt{3}} = 0.003926$ 。

3.3.5 校准溶液配制引入的合成不确定度 $u_r(S)$

在校准溶液的配制过程中, 100 mL 容量瓶使用 2 次,

10 mL 的容量瓶使用 6 次, 5 mL 的移液器使用 2 次, 1 mL 的移液器使用 5 次, 因此校准溶液配制引入的合成不确定

度为: $u_r(S) = \sqrt{u_0^2 + 6u_1^2 + 2u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + 5u_5^2 + u_6^2}$, 16 种 PAHs 标准溶液配制过程中引入的合成不确定度列于表 1。由表 1 可以看出, 标准溶液配制引入的不确定度主要是由移液器的多次使用造成的。

表 1 标准溶液配制引入的各分量不确定度及合成不确定度
Table 1 Uncertainty of different factors and combined uncertainty from the preparation of standard solution

化合物	标准物质证书标注浓度(µg/mL)	标准储备液的不确定度 u_0	校准溶液配制引入的合成不确定度 $u_r(S)$
萘	2007±4.59	0.003961	0.01506
苊烯	2000±10.81	0.009362	0.01728
苊	1996±10.79	0.009363	0.01729
芴	2004±4.59	0.003967	0.01506
菲	1996±4.57	0.003966	0.01506
葱	1996±4.57	0.003966	0.01506
荧葱	2009±4.59	0.003957	0.01506
芘	1999±4.57	0.003960	0.01506
苯并[a]葱	1999±4.57	0.003960	0.01506
屈	1992±4.56	0.003965	0.01506
苯并[b]荧葱	1999±4.58	0.003968	0.01506
苯并[k]荧葱	2002±4.58	0.003962	0.01506
苯并[a]芘	2006±4.59	0.001321	0.01459
茚并[1,2,3-cd]芘	1998±4.57	0.003962	0.01506
二苯并[a, h]葱	2001±4.58	0.003964	0.01506
苯并[g, h, i]芘	2000±4.58	0.003966	0.01506

3.4 校准曲线引入的不确定度 $u_r(L)$

以 PAHs 含量为横坐标, 以对应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 得到线性回归方程, 结果如表 3 所示。线性相关系数均在 0.998 以上, 表明曲线的线性关系良好。由表 3 中 PAHs 的校准曲线数据, 计算校准曲线的残差标准差 S_y 和标准工作曲线中自变量的偏差平方和 S_{xx} :

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bx_i)]^2}{n-2}}, \quad S_{xx} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = 6520.83$$

式中: A_i —第 i 个校准溶液中 PAHs 的峰面积; x_i —第 i 个校准溶液中 PAHs 的浓度; b —校准曲线斜率; a —校准曲线截距; n —校准曲线的校准点数; \bar{x} —校准曲线中各点 PAHs 浓度的平均值。

对试样进行6次平行测定,结果见表4,由工作曲线引起的PAHs的标准不确定度按公式 $u(L)$

$$= \frac{S_y}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}}}$$

计算,结果见表3。式中: S_y —校准曲线的残差标准差; b —校准曲线的斜率; n —校准曲线的点数, $n=6$; P —样品的重复测定次数, $P=6$; x_0 —被测试溶液中PAHs的平均测量值; \bar{x} —校准曲线中各点PAHs浓度的平均值; S_{xx} —标准工作曲线中自变量偏差平方和。

校准曲线引起的相对标准不确定度按公式 $u_r(L) =$

$\frac{u(L)}{x_0}$ 计算,结果见表3。由表3可以看出,校准曲线引入

的不确定度 $u_r(L)$ 在各个分量中相对较大。

3.5 回收率引入的不确定度 $u_r(F)$

对空白样品进行加标回收实验,PAHs的添加水平为20 ng/mL,16种PAHs的平均回收率 \bar{F} 及标准偏差 S_F 见表4。对于PAHs来说,由回收率引入的相对不确定度用

$$u_r(F) = \frac{S_F}{\bar{F} \times \sqrt{6}}$$

公式计算,结果列于表4。

表2 标准溶液配制过程中移液管引入的不确定度

Table 2 Uncertainty results from the preparation of standard solution by pipettes

移液管	最大允许误差(mL)	移取体积(mL)	相对标准不确定度
5 mL 移液管(检定点 5.0 mL)	±0.006	5.0	$u_3=0.003464$
5 mL 移液管(检定点 2.5 mL)	±0.005	2.5	$u_4=0.002887$
1 mL 移液管(检定点 1.0 mL)	±0.010	1.0	$u_5=0.005774$

表3 PAHs 校准曲线数据及校准曲线引入的不确定度

Table 3 Data of PAHs standard curve and uncertainties from the standard curve

化合物	PAHs 浓度(ng/mL)						曲线方程	相关系数 r	S_y	$u(L)$	$u_r(L)$
	峰面积 A_i	5.0	10.0	20.0	40.0	60.0					
萘	6445	14579	30297	61016	92873	161224	$Y=1621X-2399$	0.9994	1542.04	0.63213	0.05016
苊烯	4181	10380	21791	44051	69207	118075	$Y=1196X-2224$	0.9996	955.30	0.50522	0.02760
苊	3465	8959	18994	37900	61726	103429	$Y=1053X-2160$	0.9993	1152.40	0.69016	0.03695
芴	3776	9662	19975	40669	62764	108523	$Y=1096X-2049$	0.9995	973.92	0.55421	0.02755
菲	5273	12900	27228	57592	87029	154363	$Y=1560X-3707$	0.9990	2011.16	0.79883	0.03804
蒽	5411	14232	29544	60582	92003	160220	$Y=1618X-3021$	0.9995	1488.42	0.57081	0.02743
荧蒽	6684	17045	35105	71149	107893	188945	$Y=1902X-3360$	0.9993	2091.82	0.68012	0.03197
芘	7024	17315	35607	72433	111668	194052	$Y=1957X-3650$	0.9994	2000.20	0.63178	0.02961
苯并[a]蒽	4437	11675	24887	53658	82423	140149	$Y=1429X-3099$	0.9999	517.45	0.22328	0.01030
屈	6740	17828	36247	75269	113945	200316	$Y=2021X-4092$	0.9992	2310.91	0.70865	0.03379
苯并[b]荧蒽	3498	10243	22133	48936	78442	130898	$Y=1349X-3804$	0.9996	1111.48	0.51214	0.02490
苯并[k]荧蒽	6980	18173	39557	80976	124305	219685	$Y=2223X-5448$	0.9990	2800.31	0.78311	0.03810
苯并[a]芘	3985	11478	24922	52907	81399	145609	$Y=1480X-4573$	0.9987	2158.36	0.91944	0.04913
茚并[1,2,3-cd]芘	2331	6875	14206	33207	52947	90387	$Y=932X-3174$	0.9993	976.22	0.69795	0.05673
二苯并[a, h]蒽	2388	6702	15782	40077	60781	105911	$Y=1099X-4417$	0.9992	1216.92	0.69488	0.03599
苯并[g, h, i]芘	5520	15487	33557	72447	117297	192703	$Y=1985X-4907$	0.9994	2042.59	0.68554	0.05563

由表 4 可以看出, 回收率大小与其引入的不确定度没有相关性, 回收率引入的不确定度在各个不确定度分量中所占的比例较小。

3.6 测量结果的重复性引入的不确定度 $u_r(R)$

对样品进行 6 次独立测定, 重复性测量引入的不确定度采用 A 类评定, 用公式 $u_r(R) = \frac{S_R}{x_0}$ 计算, 结果见表 4。

由表 4 可以看出仪器的重复性较好, 测量结果重复性引入的不确定度在各个不确定度分量中所占的比例也相对较小。

3.7 合成标准不确定度

将以上各不确定度分量合成为标准不确定度 $u_c = \sqrt{u_r(m)^2 + u_r(V)^2 + u_r(S)^2 + u_r(L)^2 + u_r(F)^2 + u_r(R)^2}$ 。

根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[12], 在 95% 的置信水平下, 取包含因子 $k=2$, 烟熏肉制品中

PAHs 的测量值为 $x_0(\text{ng/mL})$, 结合称样量和定容体积, 计算得到样品中 PAHs 的含量为 $x(\mu\text{g/kg})$, 则扩展不确定度为: $U=2 \times u_c \times x_0 (\mu\text{g/kg})$ 。按照该方法测定烟熏肉制品中 PAHs 的检测结果表示为: $X=(x \pm U) (\mu\text{g/kg})$, 结果见表 5。

4 结 论

本研究通过微波萃取-凝胶渗透色谱对烟熏肉制品样品进行净化处理, 用气相色谱-质谱法对其中的 PAHs 残留量的分析方法进行了不确定度评定。通过对检测过程各环节的不确定度进行分析, 得出该方法中 PAHs 的扩展不确定度为 0.37~0.78 $\mu\text{g/kg}(k=2)$ 。测量过程中影响检测结果的不确定度主要来源为校准溶液配制和校准曲线引入的不确定度。在今后的检测过程中, 应加强对以上因素的质量控制, 减小数据测量过程的不确定度, 以保障检测结果的准确性。

表 4 多环芳烃回收率和重复性及其引入的不确定度 ($n=6$)
Table 4 The recovery and repeatability of PAHs and uncertainties introduced by them ($n=6$)

化合物	平均回收率 $\bar{F}(\%)$	回收率标准偏差 $S_F(\%)$	回收率引入的不确定度 $u_r(F)$	6 次测定结果(ng/mL)						平均测量值 x_0 (ng/mL)	重复性标准偏差 $S_R(\%)$	重复性引入的不确定度 $u_r(R)$
				1	2	3	4	5	6			
萘	63.0	0.8967	0.00581	12.59	12.60	12.61	12.58	12.63	12.60	12.60	0.0172	0.00137
萘烯	91.5	0.7746	0.00346	18.20	18.40	18.43	18.10	18.40	18.30	18.31	0.1317	0.00720
芴	93.4	0.5831	0.00255	18.80	18.50	18.70	18.68	18.80	18.61	18.68	0.1153	0.00617
芴	100.6	0.9381	0.00381	20.30	20.16	20.03	19.90	20.20	20.12	20.12	0.1392	0.00692
菲	105.0	1.0289	0.00400	21.20	21.10	20.86	20.96	20.88	21.01	21.00	0.1309	0.00623
蒽	104.0	1.2394	0.00487	20.89	20.70	20.56	20.89	21.00	20.80	20.81	0.1572	0.00755
荧蒽	106.4	1.4381	0.00552	21.40	21.05	21.18	21.36	21.38	21.28	21.28	0.1368	0.00643
芘	106.7	1.1628	0.00445	21.32	21.26	21.09	21.58	21.43	21.34	21.34	0.1643	0.00770
苯并[a]蒽	108.4	1.5126	0.00570	21.73	21.42	21.80	21.60	21.86	21.68	21.68	0.1570	0.00724
屈	104.9	1.4588	0.00568	20.86	21.09	21.02	21.10	20.80	20.98	20.98	0.1223	0.00583
苯并[b]荧蒽	102.9	1.4236	0.00565	20.70	20.71	20.46	20.50	20.47	20.59	20.57	0.1130	0.00550
苯并[k]荧蒽	102.8	1.1314	0.00449	20.38	20.42	20.58	20.78	20.60	20.56	20.55	0.1429	0.00695
苯并[a]芘	93.6	0.6595	0.00288	18.62	18.86	18.76	18.74	18.58	18.72	18.71	0.1009	0.00539
茚并[1,2,3-cd]芘	61.5	0.6633	0.00440	12.16	12.20	12.42	12.34	12.40	12.30	12.30	0.1054	0.00857
二苯并[a, h]蒽	96.5	1.0488	0.00444	19.35	19.10	19.23	19.45	19.42	19.30	19.31	0.1295	0.00671
苯并[g, h, i]芘	61.5	0.6000	0.00398	12.20	12.22	12.38	12.40	12.44	12.30	12.32	0.0991	0.00804

表5 多环芳烃的合成不确定度及扩展不确定度
Table 5 Combined uncertainty and expanded uncertainty of PAHs

化合物	不确定度分量						u_r	$x_0(\text{ng/ml})$	$x(\mu\text{g/kg})$	U	$X(\mu\text{g/kg})$
	$u_r(\text{m})$	$u_r(\text{V})$	$u_r(\text{S})$	$u_r(\text{L})$	$u_r(\text{F})$	$u_r(\text{R})$					
萘	0.00002	0.00510	0.01506	0.05016	0.00581	0.00137	0.052957	12.60	5.04	0.53	5.04±0.53
蒽	0.00002	0.00510	0.01728	0.02760	0.00346	0.00720	0.033914	18.31	7.32	0.50	7.32±0.50
芘	0.00002	0.00510	0.01729	0.03695	0.00255	0.00617	0.041651	18.68	7.47	0.62	7.47±0.62
芴	0.00002	0.00510	0.01506	0.02755	0.00381	0.00692	0.032775	20.12	8.05	0.53	8.05±0.53
菲	0.00002	0.00510	0.01506	0.03804	0.00400	0.00623	0.041889	21.00	8.40	0.70	8.40±0.70
蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.02743	0.00487	0.00755	0.032954	20.81	8.32	0.55	8.32±0.55
荧蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.03197	0.00552	0.00643	0.036698	21.28	8.51	0.62	8.51±0.62
芘	0.00002	0.00510	0.01506	0.02961	0.00445	0.00770	0.034766	21.34	8.54	0.59	8.54±0.59
苯并[a]蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.01030	0.00570	0.00724	0.021067	21.68	8.67	0.37	8.67±0.37
屈	0.00002	0.00510	0.01506	0.03379	0.00568	0.00583	0.038221	20.98	8.39	0.64	8.39±0.64
苯并[b]荧蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.02490	0.00565	0.00550	0.030578	20.57	8.23	0.50	8.23±0.50
苯并[k]荧蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.03810	0.00449	0.00695	0.042106	20.55	8.22	0.69	8.22±0.69
苯并[a]芘	0.00002	0.00510	0.01459	0.04913	0.00288	0.00539	0.051865	18.71	7.48	0.78	7.48±0.78
茚并[1,2,3-cd]芘	0.00002	0.00510	0.01506	0.05673	0.00440	0.00857	0.059699	12.30	4.92	0.59	4.92±0.59
二苯并[a, h]蒽	0.00002	0.00510	0.01506	0.03599	0.00444	0.00671	0.04016	19.31	7.72	0.62	7.72±0.62
苯并[g, h, i]芘	0.00002	0.00510	0.01506	0.05563	0.00398	0.00804	0.058549	12.32	4.93	0.58	4.93±0.58

参考文献

- [1] Troche SV, Falco MSG, Amigo SG. Enrichment of benzo[a]pyrene in vegetable oils and determination by HPLC-FL [J]. *Talanta*, 2000, 51(6): 1069-1076.
- [2] 王连生, 孔令仁, 韩朔暎. 致癌有机物[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1993.
Wang LS, Kong LR, Han SK. Carcinogenic organic matter [M]. Beijing: China Environmental Science Press, 1993.
- [3] 安社娟, 陈家莹, 陈学敏. 多环芳烃致癌的分子毒理学研究进展[J]. 国外医学(卫生学分册), 2005, 32(1): 10-13.
An SJ, Chen JL, Chen XM. The research progress of carcinogenic molecular toxicology of PAH [J]. *Foreign Med Sci (Sect Hyg)*, 2005, 32(1): 10-13.
- [4] Directive 2005/69/EC of the European parliament and of the council [J]. *Off J Eur Union*, 2005, L323: 51-54.
- [5] Commission regulation (EC) No.1881/2006 of 19 December 2006 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs (text with EEA relevance) [J]. *Off J Eur Union*, 2006, L364: 1-26.
- [6] Commission regulation (EC) No.835/2011 of 19 August 2011 amending regulation(CE) No.1881/2006 as regards maximum levels for polycyclic aromatic hydrocarbons in foodstuffs(text with EEA relevance) [J]. *Off J Eur Union*, 2011, L254: 4-8.
- [7] 郭佳佳, 刘华, 储大勇, 等. GC-MS测定塑料玩具产品中多环芳烃的不确定度评定[J]. 现代测量与实验室管理, 2015, (2): 18-21.
Guo JJ, Liu H, Chu DY, *et al.* Evaluation of the uncertainty of the determination of PAHs in plastic toy products by GC-MS [J]. *Adv Meas Lab Manag*, 2015, (2): 18-21.
- [8] 周五端, 陶文成, 康娇娇. 气相色谱-质谱联用法测定橡胶制品中多环芳烃(蒽)含量不确定度评定[J]. 广东微量元素科学, 2014, 21(9): 16-21.
Zhou WD, Tao WC, Kang JJ. Evaluation of the uncertainty of the determination of PAHs(anthracene) in rubber by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Guangdong Trace Elem Sci*, 2014, 21(9): 16-21.
- [9] 洪颖, 何重辉, 徐培培, 等. 气质联用法测定电器塑料产品中多环芳烃含量的不确定度[J]. 化学分析计量, 2007, 16(4): 7-10.
HongY, He CH, Xu PP, *et al.* Uncertainty of analysis PAHs in electronic

- plastic products by GC-MS [J]. Chem Anal Meter, 2007, 16(4): 7-10.
- [10] 王桂苓, 薛艳, 张伟伟, 等. GC-MS 法快速测定食品接触材料油墨中 16 种多环芳烃[J]. 化学分析计量, 2013, 22(1): 37-40.
Wang GL, Xue Y, Zhang WW, *et al.* Determination of 16 kinds of PAHs in ink for food contact materials by GC-MS [J]. Chem Anal Meter, 2013, 22(1): 37-40.
- [11] 马玲, 张旭龙, 刘银, 等. 凝胶色谱净化-气相色谱-质谱法同时测定烧烤肉制品中 19 种多环芳烃[J]. 理化检验(化学分册), 2014, 50(1): 72-75.
Ma L, Zhang XL, Liu Y, *et al.* Simultaneous determination of 19 polycyclic aromatic hydrocarbons in barbecue meat by GC-MS with purification by GPC [J]. Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2014, 50(1): 72-75.
- [12] JJF 1059.1-2012 测量不确定度的评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].

- [13] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [14] JJG 10-2005 专用玻璃量器[S].
JJG 10-2005 Special glassware [S].
- [15] JJG 646-2006 移液器[S].
JJG 646-2006 Locomotive pipette[S].

(责任编辑: 刘 丹)

作者简介



王桂苓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为产品安全检测。

E-mail: wangguiling0536@126.com