

液相色谱法测定葡萄酒中柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄含量结果的不确定度评定

王玉辉¹, 康菁^{2*}, 王涛¹, 赵灵春¹

(1. 神华包头煤化工有限责任公司, 包头 014010; 2. 包头出入境检验检疫局, 内蒙古包头 014010)

摘要: **目的** 评定高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定红酒中人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄含量的不确定度。**方法** 依据 JJF1059-1999《测量不确定度评定与表示》, 分析人工合成着色剂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** 本研究测得的红酒中人工合成着色剂的含量分别为柠檬黄(52.6±7.2) mg/kg ($k=2$)、苋菜红(33.6±7.4) mg/kg ($k=2$)、胭脂红(40.7±5.6) mg/kg ($k=2$)、日落黄(50.2±6.8) mg/kg ($k=2$)。测定过程的不确定度来源主要有试样中人工合成着色剂含量、试样质量、试样定容体积、试样稀释倍数等。**结论** 本方法可反映测量的置信度和准确性, 为日常实际检验工作提供参考。

关键词: 葡萄酒; 人工合成着色剂; 液相色谱法; 不确定度

Uncertainty evaluation for determination of tartrazine, amaranth, carmine, sunset yellow in grape wine by high performance liquid chromatography

WANG Yu-Hui¹, KANG Jing^{2*}, WANG Tao¹, ZHAO Ling-Chun¹

(1. Shenhua Baotou Coal Chemical Co., LTD, Baotou 014010, China; 2. Baotou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Baotou 014010, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of artificial pigments such as tartrazine, amaranth, carmine, sunset yellow in grape wine samples by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** According to JJF1059-1999 *Chinese regulation on the valuation and expression of uncertainty in measurement*, the sources of uncertainty in determination of artificial pigment were analyzed. Furthermore, the combined uncertainties and expanded uncertainties were calculated based on the established mathematic models. **Results** The content of artificial pigments in grape wine samples in this study were as follows: tartrazine (52.6±7.2) mg/kg ($k=2$), amaranth (33.6±7.4) mg/kg ($k=2$), carmine (40.7±5.6) mg/kg ($k=2$), sunset yellow (50.2±6.8) mg/kg ($k=2$). And the main sources of uncertainty in the determination were artificial pigments content in the samples, the quality of samples, the constant volume, and dilution multiple of samples. **Conclusion** This method accurately reflect the confidence and accuracy of the measurement, which can provide reference for the daily actual inspection work.

KEY WORDS: grape wine; artificial pigment; high performance liquid chromatography; uncertainty

*通讯作者: 康菁, 工程师, 主要研究方向为产品质量控制及分析。E-mail: kangjing-baotou@cscl.com

*Corresponding author: KANG Jing, Engineer, Baotou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Baotou 014010, China. E-mail: kangjing-baotou@163.com

1 引言

随着人民生活水平的不断提高,葡萄酒已成为大众消费品。而食品安全也日益引起全社会的关注和重视,我国卫生标准中对食品中添加的人工合成着色剂柠檬黄^[1-4]、苋菜红^[5,6]、胭脂红^[7,8]、日落黄等^[9]的允许量有明确规定。但是为了谋求暴利,不少不法商贩罔顾道义,以次充好,致使葡萄酒市场良莠不齐。因此为保证食品安全和人民健康,应加强市场监管以及对葡萄酒中人工合成着色剂的检验。

本研究采用高效液相色谱仪对同时进行测定葡萄酒中人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄,为保证检测结果的准确可靠,对其进行了不确定度评定^[10-12],对引起不确定度的因素进行讨论并加以分析,明确不确定度分量对结果的影响程度,以进一步优化检测方法,提升实验室检测能力^[13-16]。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

Agilent HPLC1200 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); Sartorius BS4202S 电子天平(北京赛多利斯有限责任公司); 葡萄酒,市售; 甲醇、甲酸、乙醇、乙酸、乙酸铵(色谱纯,美国 Fisher 公司);

柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄标准溶液,浓度均为 500 mg/L, $U=1\%(k=2)$, 由中国计量科学院提供。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

分别移取浓度为 500 mg/L, $U=1\%(k=2)$ 的食用人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄标准溶液 0.04、0.10、0.20、0.30、0.50、0.72 和 0.90 mL, 置于 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。

2.2.2 仪器条件

色谱柱: ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈(4.6 mm×150 mm, 8.5 μm); 色谱仪条件: 流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL; 柱温: 30 °C; 检测器: 可变波长检测器(variable wavelength detector, VWD); 检测波长: 0.00 min(429 nm)→ 4.16 min(523 nm)→ 5.00 min(511 nm)→ 5.90 min(484 nm)。流动相: A 为乙酸铵溶液(0.02 mol/L), B 为甲醇; 梯度洗脱程序见表 1。

2.2.3 样品前处理

称取 5.00 g 葡萄酒样品于 50 mL 容量瓶中,加入适量的水约 40 mL,然后用氨水溶液调其 pH 值至 6,再用水定容至 50 mL,充分混匀制成备用液。使用 pH 为 6 的水 6 mL 对聚酰胺固相萃取柱进行活化,准确移取 10 mL 备用液至

SPE 小柱,弃去流出液。先后用 6 mL 水(pH=4)、6 mL 甲醇-甲酸(6:4, V:V)、10 mL 水对 SPE 小柱进行淋洗,弃去淋洗液。用 6 mL 无水乙醇-氨水-水(7:2:1, V:V:V)进行洗脱,收集洗脱液,用乙酸调至中性,真空旋转蒸发至体积无变化,用初始比例流动相定容至 10 mL,充分混匀,经 0.2 μm 滤膜过滤后进液相色谱仪检测。

表 1 流动相梯度条件

Table 1 Gradient condition program of mobile phase

步骤	保持时间	乙酸铵溶液(0.02 mol/L)	甲醇
1	5 min	95%	5%
2	7 min	55%	45%
3	6 min	2%	98%
4	5 min	95%	5%

2.3 不确定度数学模型的建立

$$X = \frac{c \cdot V \cdot n}{m} \text{ 其中 } n = \frac{V_1}{V_2}$$

式中, X —葡萄酒试样中人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄的含量(mg/kg);

c —葡萄酒试样中人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄的浓度(μg/mL);

V —洗脱液试样的定容体积(mL);

m —葡萄酒试样的质量(g);

n —稀释倍数,其中 V_1 —葡萄酒试样备用液体积(mL);

V_2 —移取备用液的体积(mL)。

3 结果与分析

3.1 样品中 4 种色素测定结果

通过标准曲线法求得 4 种色素含量如下:

样品中柠檬黄的含量分别为 51.1、51.9、52.0、52.5、54.3、52.7 和 53.5 mg/kg, 平均值为 52.6 mg/kg, 标准偏差为 1.07 mg/kg。

样品中苋菜红的含量分别为 33.4、34.2、32.2、32.6、34.3、34.0、34.2 mg/kg, 平均值为 33.6 mg/kg, 标准偏差为 0.85 mg/kg。

样品中胭脂红的含量分别为 39.5、40.4、40.3、40.6、42.0、40.9 和 41.5 mg/kg, 平均值为 40.7 mg/kg, 标准偏差为 0.82 mg/kg。

样品中日落黄的含量分别为 49.0、49.5、49.6、50.0、52.0、50.3 和 51.2 mg/kg, 平均值为 50.2 mg/kg, 标准偏差为 1.04 mg/kg。

3.2 不确定度分量的识别和评定

由被测量与输入量的函数关系式表明,人工合成着色剂含量的不确定度来源于测量的重复性、测定用试样中

人工合成着色剂含量、试样的质量、试样的定容体积, 试样稀释倍数的不确定度等^[3]。其中测定用试样溶液中人工合成着色剂含量的不确定度包括工作曲线的变动性及标准溶液的浓度和体积的不确定度等。

3.2.1 测量重复性的不确定度分量

根据试样分析结果, 可计算出标准不确定度 $u(s)$ 和相对标准不确定度 $u_{rel}(s)$ 。

$$\text{柠檬黄: } u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 0.41 \text{ mg/kg}, \quad u_{rel}(s) = \frac{u(s)}{x} = 0.008;$$

$$\text{苋菜红: } u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 0.33 \text{ mg/kg}, \quad u_{rel}(s) = \frac{u(s)}{x} = 0.010;$$

$$\text{胭脂红: } u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 0.31 \text{ mg/kg}, \quad u_{rel}(s) = \frac{u(s)}{x} = 0.008;$$

$$\text{日落黄: } u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 0.40 \text{ mg/kg}, \quad u_{rel}(s) = \frac{u(s)}{x} = 0.008。$$

3.2.2 测定用试样中人工合成着色剂含量不确定度分量

①工作曲线变动性引起的标准不确定度 $u(c)_1$ 和相对标准不确定度 $u_{rel}(c)_1$

根据吸光度和溶液浓度绘制工作曲线, 测量参数和数据处理见表 2。

根据计算公式:

$$u(c)_1 = \frac{s_R}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(c - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}};$$

其中 s_R 为工作曲线标准差, n 为工作曲线的测量次数 (本实验测量 7 次), P 为样品溶液的测量次数 (本实验中样品测量 7 次)。

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n}, \quad s_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bc_i)]^2}{n - 2}};$$

将已知数据带入可得:

柠檬黄: $S_R=7.42$,

$u(c)_1=0.145 \mu\text{g/mL}$,

$u_{rel}(c)_1=0.145/5.26=0.028$;

苋菜红: $S_R=10.95$,

$u(c)_1=0.270 \mu\text{g/mL}$,

$u_{rel}(c)_1=0.270/3.36=0.081$;

胭脂红: $S_R=4.46$,

$u(c)_1=0.113 \mu\text{g/mL}$,

$u_{rel}(c)_1=0.113/4.07=0.028$;

日落黄: $S_R=6.73$,

$u(c)_1=0.132 \mu\text{g/mL}$,

$u_{rel}(c)_1=0.132/5.02=0.027$ 。

②标准溶液的不确定度分量 $u(c)_2$ 和 $u_{rel}(c)_2$

食用人工合成着色剂柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄标准溶液的浓度均为 500 mg/L, $U=1\%(k=2)$ 。

$u(c)_2=2.5 \text{ mg/L}$, $u_{rel}(c)_2=0.005$ 。

③标准溶液分取体积的不确定度

制备工作曲线溶液序列时, 用 1 mL A 级刻度移液枪分别移取 0.04、0.10、0.20、0.30、0.50、0.72 和 0.90 mL 标准溶液, 体积允许差分别为 ± 0.005 、 ± 0.005 、 ± 0.005 、 ± 0.005 、 ± 0.008 、 ± 0.008 和 ± 0.010 mL, 按三角分布, 标准不确定度分别为 0.0021、0.0033 和 0.0041 mL。

$$u_{rel}(c)_3 = \sqrt{\frac{\left(\frac{0.0021}{0.04}\right)^2 + \left(\frac{0.0021}{0.10}\right)^2 + \left(\frac{0.0021}{0.20}\right)^2 + \left(\frac{0.0021}{0.30}\right)^2 + \left(\frac{0.0033}{0.50}\right)^2 + \left(\frac{0.0033}{0.72}\right)^2 + \left(\frac{0.0041}{0.90}\right)^2}{7}} = 0.059。$$

表 2 工作曲线和统计参数

Table 2 Working curve and statistical parameter

样品	浓度 c_i / $\mu\text{g/mL}$	仪器信号值 A_i			
		柠檬黄	苋菜红	胭脂红	日落黄
标准 1	2	67.333	54.303	53.291	67.571
标准 2	5	170.191	139.042	135.085	171.288
标准 3	10	339.549	275.329	269.181	341.443
标准 4	15	495.628	404.258	393.820	498.094
标准 5	25	820.680	670.608	652.718	825.508
标准 6	36	1189.042	973.433	949.021	1199.422
标准 7	45	1502.593	1247.605	1190.562	1509.988
直线回归方程		$A = 33.16655c + 1.00398$	$A = 27.42017c - 2.42566$	$A = 26.35356c + 0.860863$	$A = 33.37541c + 0.938410$
线性相关系数		0.99993	0.99979	0.99996	0.99995

④合成试样中人工合成着色剂含量不确定度分量

柠檬黄: $u_{crel}(c) = \sqrt{(u_{rel}(c)_1)^2 + (u_{rel}(c)_2)^2 + (u_{rel}(c)_3)^2} = 0.066$,

$u_c(c) = u_{crel}(c) \times c = 0.35 \mu\text{g/mL}$;

苋菜红: $u_{crel}(c) = \sqrt{(u_{rel}(c)_1)^2 + (u_{rel}(c)_2)^2 + (u_{rel}(c)_3)^2}$

$= 0.11$,

$u_c(c) = u_{crel}(c) \times c = 0.37 \mu\text{g/mL}$;

胭脂红: $u_{crel}(c) = \sqrt{(u_{rel}(c)_1)^2 + (u_{rel}(c)_2)^2 + (u_{rel}(c)_3)^2}$

$= 0.066$,

$u_c(c) = u_{crel}(c) \times c = 0.27 \mu\text{g/mL}$;

日落黄: $u_{crel}(c) = \sqrt{(u_{rel}(c)_1)^2 + (u_{rel}(c)_2)^2 + (u_{rel}(c)_3)^2}$

$= 0.066$,

$u_c(c) = u_{crel}(c) \times c = 0.34 \mu\text{g/mL}$ 。

3.2.3 试样质量的不确定度分量

称取 5.00 g 样品, 用百分之一分析天平, 按证书规定, 允许差为 ± 0.01 g, 天平称量 2 次, 按均匀分布计算,

$$u(m) = \sqrt{\left(\frac{0.01}{\sqrt{3}}\right)^2} \times 2 = 0.0082 \text{ g}, \quad u_{rel}(m) = \frac{0.0082}{5.00} = 0.00164。$$

3.2.4 试样的定容体积的不确定度分量

试验中洗脱液最终定容在 10 mL 容量瓶中, 由于进行多次重复测定, 而每次所用的容量瓶不同, 可认为容量瓶的体积误差和读数误差已随机化(有正有负), 其不确定度分量可忽略。

3.2.5 试样的稀释倍数的不确定度分量

试验中备用液稀释在 50 mL A 级容量瓶中, 由于进行多次重复测定, 而每次所用的容量瓶不同, 可认为容量瓶的体积误差和读数误差已随机化(有正有负), 其不确定度分量可忽略。

用 10 mL 移取备用液进行淋洗洗脱, 由于进行多次重复测定, 而每次所用的移液管不同, 可认为移液管的体积误差和读数误差已随机化(有正有负), 其不确定度分量可忽略。

3.2.6 合成标准不确定度评定

各不确定度分量不相关, 以各分量的相对标准不确定度的方和根计算合成相对标准不确定度:

柠檬黄: $u_{crel}(X) = \sqrt{u_{rel}(s)^2 + u_{crel}(c)^2 + u_{rel}(m)^2} = 0.067$,

$u(X) = u_{crel}(X) \times X = 3.53 \text{ mg/kg}$;

苋菜红: $u_{crel}(X) = \sqrt{u_{rel}(s)^2 + u_{crel}(c)^2 + u_{rel}(m)^2} = 0.11$,

$u(X) = u_{crel}(X) \times X = 3.70 \text{ mg/kg}$;

胭脂红: $u_{crel}(X) = \sqrt{u_{rel}(s)^2 + u_{crel}(c)^2 + u_{rel}(m)^2} = 0.067$,

$u(X) = u_{crel}(X) \times X = 2.73 \text{ mg/kg}$;

日落黄: $u_{crel}(X) = \sqrt{u_{rel}(s)^2 + u_{crel}(c)^2 + u_{rel}(m)^2} = 0.067$,

$u(X) = u_{crel}(X) \times X = 3.37 \text{ mg/kg}$ 。

液相色谱法测定葡萄酒试样中人工合成着色剂柠檬

黄、苋菜红、胭脂红、日落黄含量结果的测量值和不确定度评定参数列于表 3。

3.2.7 扩展不确定度

取 95% 的置信水平, 包含因子 $k=2$,

柠檬黄: $U=2 \times u(X) = 7.2 \text{ mg/kg}$;

苋菜红: $U=2 \times u(X) = 7.4 \text{ mg/kg}$;

胭脂红: $U=2 \times u(X) = 5.6 \text{ mg/kg}$;

日落黄: $U=2 \times u(X) = 6.8 \text{ mg/kg}$ 。

3.3 测量结果

柠檬黄: $X=(52.6 \pm 7.2) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 或 52.6 mg/kg , 14%, $k=2$;

苋菜红: $X=(33.6 \pm 7.4) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 或 33.6 mg/kg , 22%, $k=2$;

胭脂红: $X=(40.7 \pm 5.6) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 或 40.7 mg/kg , 14%, $k=2$;

日落黄: $X=(50.2 \pm 6.8) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 或 50.2 mg/kg , 14%, $k=2$ 。

4 结果与讨论

液相色谱法测定葡萄酒试样中人工合成着色剂柠檬黄、胭脂红、日落黄含量结果的不确定度主要来源于测定用试样中人工合成着色剂含量的不确定度分量一项, 而其不确定度主要来源于标准物质移取体积的不确定度。标准物质移取体积的不确定度分量在柠檬黄、胭脂红、日落黄含量结果的不确定度比例占 88%, 因此今后工作中可将标准溶液进一步稀释, 以增大移取体积从而减小其不确定度, 进而减小测定用试样中人工合成着色剂含量的整体不确定度及测定结果的不确定度。

液相色谱法测定葡萄酒试样中人工合成着色剂苋菜红含量结果的不确定度主要来源于测定用试样中人工合成着色剂含量的不确定度分量一项, 而其不确定度主要来源于工作曲线波动性的不确定度。苋菜红的标准工作曲线的线性相关性比其他 3 种待测物质较差, 致使工作曲线的波动性的不确定度分量在苋菜红含量结果的不确定度比例占 74%, 故在其他条件相同的情况下, 苋菜红含量结果的扩展不确定度明显高于其他 3 种待测物质。因此, 需要继续优化仪器条件, 并提高人员操作水平, 使其线性相关系数达到更高, 才能有效降低其不确定度分量, 进而减小测定用试样中人工合成着色剂含量项的整体不确定度及测定结果的不确定度。

由评定结果可知, 液相色谱法测定葡萄酒试样中人工合成着色剂含量的检测过程中, 检测方法、仪器性能、人员操作的熟练程度等因素是直接影响检测结果的不确定度的重要因素。在检测中需要进一步优化实验过程, 另外标准溶液的浓度、分取体积及待测物质的线性范围及相关系数等都要加强重视。本研究可反映测量的置信度和准确性, 为日常实际检验工作提供参考。

表 3 测量值和不确定度
Table 3 Measured value and uncertainty

项目	测量值	标准不确定度	相对标准不确定度	
柠檬黄	测量重复性 s	52.6 mg/kg	0.41 mg/kg	0.008
	工作曲线变动(c_1)	5.26 $\mu\text{g/mL}$	0.145 $\mu\text{g/mL}$	0.028
	测定试样中含量 c 标准溶液浓度(c_2)	500 mg/mL	0.0025 mg/mL	0.005
	标准溶液体积(c_3)	—	—	0.059
	试样的质量 m	5.00 g	0.0082 g	0.00164
	试样的定容体积 V	10 mL	—	忽略不计
	柠檬黄含量	52.6 mg/kg	3.53 mg/kg	0.067
苋菜红	测量重复性 s	33.6 mg/kg	0.33 mg/kg	0.01
	工作曲线变动(c_1)	3.36 $\mu\text{g/mL}$	0.27 $\mu\text{g/mL}$	0.081
	测定试样中含量 c 标准溶液浓度(c_2)	500 mg/mL	0.0025 mg/mL	0.005
	标准溶液体积(c_3)	—	—	0.059
	试样的质量 m	5.00 g	0.0082 g	0.00164
	试样的定容体积 V	10 mL	—	忽略不计
	苋菜红含量	33.6 mg/kg	3.70 mg/kg	0.11
胭脂红	测量重复性 s	40.7 mg/kg	0.31 mg/kg	0.008
	工作曲线变动(c_1)	4.07 $\mu\text{g/mL}$	0.113 $\mu\text{g/mL}$	0.028
	测定试样中含量 c 标准溶液浓度(c_2)	500 mg/mL	0.0025 mg/mL	0.005
	标准溶液体积(c_3)	—	—	0.059
	试样的质量 m	5.00 g	0.0082 g	0.00164
	试样的定容体积 V	10 mL	—	忽略不计
	胭脂红含量	40.7 mg/kg	2.73 mg/kg	0.067
日落黄	测量重复性 s	50.2 mg/kg	0.40 mg/kg	0.008
	工作曲线变动(c_1)	5.02 $\mu\text{g/mL}$	0.132 $\mu\text{g/mL}$	0.027
	测定试样中含量 c 标准溶液浓度(c_2)	500 mg/mL	0.0025 mg/mL	0.005
	标准溶液体积(c_3)	—	—	0.059
	试样的质量 m	5.00 g	0.0082 g	0.00164
	试样的定容体积 V	10 mL	—	忽略不计
	日落黄含量	50.2 mg/kg	3.37 mg/kg	0.067

参考文献

- [1] 倪炜华, 孙颖霞, 蔡丹萍, 等. 高效液相色谱法测定榨菜中柠檬黄的不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2013, (6): 85-87.
Ni WH, Sun YX, Cai DP, et al. Evaluation of the uncertainty for determination of tartrazine in preserved pickle by HPLC [J]. Chem Anal Meter, 2013, (6): 85-87.
- [2] 杨微微, 王偲, 许乾丽, 等. 高效液相色谱法测定面条中柠檬黄、日落黄含量的不确定度分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, (7): 2208-2214.
Yang WW, Wang LO, Xu QL, et al. Uncertainty analysis determination of citrine and sunset yellow in noodle by HPLC [J]. J Food Saf Qual, 2014, (7): 2208-2214.
- [3] 王梅, 赵凤敏, 刘威, 等. 饮料中柠檬黄含量测定的不确定度分析[J]. 农业工程, 2011, 01(2): 51-53.
Wang M, Zhao FM, Liu W, et al. Analysis of uncertainty in determination of tartrazine content in beverage [J]. Agric Eng, 2011, 01(2): 51-53.
- [4] 王巍, 葛延辉, 刘思洁. 高效液相色谱法测定饮料中柠檬黄含量的不确定度分析[J]. 中国卫生工程学, 2008, 7(5): 298-300.
Wang W, Ge YH, Liu SJ. Uncertainty analysis of yellow ultramarine

- determination in beverage by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Public Health Eng, 2008, 7(5): 298-300.
- [5] 马康, 李小花, 崔萌萌, 等. 高效液相色谱法测定葡萄酒中苋菜红的不确定度评定[J]. 计量学报, 2015, 36(1): 102-106.
Ma K, Li XJ, Cui MM, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of amaranthus red in wine samples by high performance liquid chromatography [J]. Acta Metrologica Sin, 2015, 36(1): 102-106.
- [6] 李俊超, 邓秀霞, 仵军红, 等. 影响高效液相色谱法测定葡萄酒中苋菜红含量的因素分析[J]. 酿酒科技, 2015, (7): 102-104.
Li JC, Deng XX, Wu JH, *et al.* Factors influencing the measurement of amaranthus red content in grape wine by HPLC [J]. Liquor-Mak Sci Technol, 2015, (7): 102-104.
- [7] 王彤, 李岩. HPLC 法测定葡萄酒中胭脂红的不确定度评定[J]. 科教文汇, 2012, (10): 80-81.
Wang T, Li Y. An evaluation of the uncertainty in determining carmine in grape wine by using HPLC [J]. Method Edu Sci Cult Magaz, 2012,(10): 80-81.
- [8] 岑琴, 李智, 江海, 等. 高效液相色谱测定葡萄酒中胭脂红的不确定度评定[J]. 农业科技与装备, 2013, (1): 59-61 .
Cen Q, Li Z, Jiang H, *et al.* Uncertainty evaluation in determination of carmine in wine by high performance liquid chromatography [J]. Agric Sci Technol Equip, 2013, (1): 59-61 .
- [9] 游靖, 张冰若. 高效液相色谱法测定葡萄酒中合成色素不确定度分析[J]. 现代仪器与医疗, 2013, 19(6): 59-62.
You J, Zhang BR. Uncertainty analysis of determination of synthetic pigments in wine by HPLC [J]. Mod Instrum Med Treat, 2013, 19(6) : 59-62.
- [10] JJF1059-1999 测量不确定度评定与表示[S].
JJF1059-1999 The measurement uncertainty evaluation and said [S].
- [11] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.
Laboratory accreditation council for national in China. Guide for evaluation of uncertainty in chemical analysis [M]. Beijing: China Metrology Press, 2002.
- [12] 中国金属学会分析测试分会. 化学成分分析测量结果不确定度评定导则[S].
Analysis chapter of Chinese society for metals. Guideline for measurement uncertainty evaluation of chemical composition analysis [S].
- [13] 袁辉, 王建玲, 远辉. 超高效液相色谱法测定葡萄酒中柠檬酸含量的不确定度评定[J]. 酿酒科技, 2014, (8): 109-112.
Yuan H, Wang JL, Yuan H. Assessment of the uncertainties in the determination of citric acid content in grape wine by UPLC [J]. Liquor-Mak Sci Technol, 2014, (8): 109-112.
- [14] 李淑静, 陈其勇, 宓捷波, 等. 气相色谱-质谱法测定葡萄酒中邻苯二甲酸二丁酯含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, (9): 2899-2902.
Li SJ, Chen QY, Mi JB, *et al.* Uncertainty evaluation of the determination of bis-butyl ester in wine by gas chromatography-mass spectroscopy [J]. J Food Saf Qual, 2014, (9): 2899-2902.
- [15] 程家丽, 刘婷婷, 马彦宁, 等. 液相色谱法测定保健食品中番茄红素的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(11): 4653-4658.
Cheng JL, Liu TT, Ma YN, *et al.* Uncertainty evaluation of the determination of lycopene in health food by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(11): 4653-4658.
- [16] 董淑芬, 舒平, 徐幸. 气相色谱-质谱法测定奶粉中香兰素的不确定度评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(6): 2359-2363.
Dong SF, Shu P, Xu X. Evaluation of uncertainty in determination of vanillin in milk powder by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(6): 2359-2363.

(责任编辑: 姚 菲)

作者简介



王玉辉, 高级工程师, 主要研究方向为产品质量控制及分析。
E-mail: wangyuhui@cslc.com



康青, 工程师, 主要研究方向为产品质量控制及分析。
E-mail: kangqing-baotou@163.com