

气相色谱法测定大豆油中有机氯农药残留的不确定度评定

陈科*

(广东省食品检验所, 广州 510410)

摘要: **目的** 建立气相色谱法(gas chromatography, GC)测定大豆油中有机氯农药残留结果的不确定度评定的数学模型。**方法** 依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 全面考虑测量过程中的不确定度来源, 对大豆油中有机氯农药残留的不确定度进行评定。**结果** 当取样量为 1.0 g, $k=2$ (置信度为 95%)时, 检测出大豆油中六六六(hexachlorocyclohexane, HCH)和滴滴涕(dichlorodiphenyltrichloroethane, DDT)含量。 α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH、 o,p' -DDT 和 p,p' -DDT 的含量分别为: (0.66 ± 0.090) 、 (1.32 ± 0.104) 、 (0.52 ± 0.074) 、 (0.35 ± 0.066) 、 (0.12 ± 0.032) 和 (0.051 ± 0.014) mg/kg。**结论** GC 法测定大豆油中有机氯农药残留的不确定度主要来源于测定结果重复性, 其次为标准工作液的配制及色谱峰面积引起的不确定度, 其他因素的影响相对较小。

关键词: 不确定度; 气相色谱法; 有机氯农药残留; 大豆油

Uncertainty evaluation of determination of organochlorine pesticide residues in soybean oil by gas chromatography

CHEN Ke*

(Guangdong Provincial Institute of Food Inspection, Guangzhou 510410, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of organochlorine pesticide residues in soybean oil by gas chromatography (GC). **Methods** According to the JJF 1059.1-2012 *Chinese regulation on the valuation and expression of uncertainty in measurement*, the sources of uncertainty in determination of organochlorine pesticide residues in soybean oil were analyzed and assessed. **Results** When the sample was 1.0 g ($k=2$, 95% confidence), the content determination of α -HCH, β -HCH, γ -HCH, δ -HCH, o,p' -DDT and p,p' -DDT were (0.66 ± 0.090) , (1.32 ± 0.104) , (0.52 ± 0.074) , (0.35 ± 0.066) , (0.12 ± 0.032) , and (0.051 ± 0.014) mg/kg, respectively. **Conclusion** The determination results of repeatability contribute predominantly to the uncertainty of organochlorine pesticide determination by GC, followed by the preparation of the standard working fluid and the chromatographic peak area, and the influence of other factors are relatively small.

KEY WORDS: uncertainty; gas chromatography; organochlorine pesticide residues; soybean oil

*通讯作者: 陈科, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品检测与质量控制。E-mail: 651192042@qq.com

*Corresponding author: CHEN Ke, Master, Engineer, National Institute for Food Testing and Quality Control, Guangdong Provincial Institute of Food Inspection, Guangzhou 510410, China. E-mail: 651192042@qq.com

1 引言

有机氯农药残留容易积累于肉类、蛋类、乳类动物性食品和植物(含油脂)中,影响胎儿的正常生长发育,也与胆囊癌、前列腺癌、脑癌等恶性肿瘤的发生密切相关^[1],因此人们对食品中有机氯农残,尤其是“六六六”、“滴滴涕”的含量尤为关注。由于其具有高度的持久性和生物累积性的特点,六六六和滴滴涕在环境中不易降解^[2],它们可以通过长期的生物富集,对人体健康和生物环境造成不利影响^[3,4],因此对六六六及滴滴涕的检测技术提出了很高的要求^[5]。不确定度是对测量结果的可信度和质量的定量表征^[6,7],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^[8-10]。本文研究了 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》^[11]中气相色谱法测定大豆油中有机氯农药残留的不确定度,参考 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[12]测量和评定其不确定度,为大豆油中有机氯农药残留的检测提供质量控制的科学依据^[13,14]。

2 材料与方法

2.1 试验仪器

GC-2010 Plus 气相色谱仪(ECD 检测器)(日本岛津公司); AB204-S 电子天平(英国梅特勒-托利多仪器有限公司); 色谱柱: Rtx-5 弱极性毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 mm)(日本岛津公司); 凝胶柱净化柱(日本岛津公司); RV 10 旋转蒸发器(IKA 公司); TTL-DC II 氮吹仪(北京同泰联科技有限公司)。

测定的环境条件: 温度 ≤ 30 °C, 相对湿度 ≤ 50%。

2.2 材料与试剂

样品为随机抽查市场的大豆油。

六六六(hexachlorocyclohexane, HCH)(α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH)和滴滴涕(dichlorodiphenyltrichloroethane, DDT)(o,p' -DDT、 p,p' -DDT)混合标准品(质量浓度为 100 mg/mL)(美国安谱公司); 正己烷(分析纯, 广州化学试剂厂); 丙酮(分析纯, 天津市百世化工有限公司); 石油醚(沸程为 30~60 °C)(分析纯, 广州化学试剂厂); 氯化钠(分析纯, 广州化学试剂厂); 环己烷(分析纯, 广州化学试剂厂); 乙酸乙酯(分析纯, 广州化学试剂厂)。

2.3 样品处理

称取大豆油试样约 1 g(精确到 0.01 mg), 直接加入石油醚 30 mL, 振荡 30 min 后, 将有机相全部转移至旋转蒸发器中, 浓缩至约 1 mL, 加入 2 mL 乙酸乙酯-环己烷(1:1, $V:V$)溶液再浓缩, 如此重复 3 次, 浓缩至约 1 mL, 供凝胶色谱层析净化使用, 将洗涤液合并至试管中, 定容至 10

mL, 留待气相色谱仪分析。

2.4 色谱条件

色谱条件: 进样口温度 280 °C, ECD 检测器温度 300 °C。载气、辅助气均为高纯氮气, 纯度 99.999%。载气流速: 1 mL/min。进样方式: 不分流进样。

色谱柱升温程序: 柱温 90 °C 保持 1 min, 以 40 °C/min 升温至 170 °C, 以 10 °C/min 升温至 230 °C 保持 17 min, 以 40 °C/min 升温至 280 °C 保持 5 min。HCH 和 DDT 混合标准品进样量 1 μ L。

2.5 检测方法

按照 GB/T 5009.19-2008 的规定, 制作标准曲线。

标准溶液的配制: 取 HCH 和 DDT 混合标准溶液 1 mL (α -HCH, β -HCH, γ -HCH, δ -HCH, o,p' -DDT, p,p' -DDT), 用正己烷稀释配制成标准工作液。以保留时间定性、峰面积定量、外标法计算农药残留量。

3 结果与分析

3.1 不确定度数学模型的建立

测量不确定度数学模型如下所示:

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中, X 为供试样品中有机氯农药残留含量, mg/kg; C 为供试溶液中有机氯农药残留的浓度, μ g/mL; V 为供试品稀释的总体积, mL; m 为供试样品质量, g。

3.2 不确定度的来源

气相色谱法测定大豆油中的有机氯农药残留其不确定度来源主要有以下方面: 标准溶液的引入、标准溶液的稀释、配制标准溶液所使用的仪器、实验室的环境温度变化、样品的称量、样品最终的定容体积、色谱峰面积、测量重复性等带来的不确定度^[15-17]。

3.3 不确定度的评定

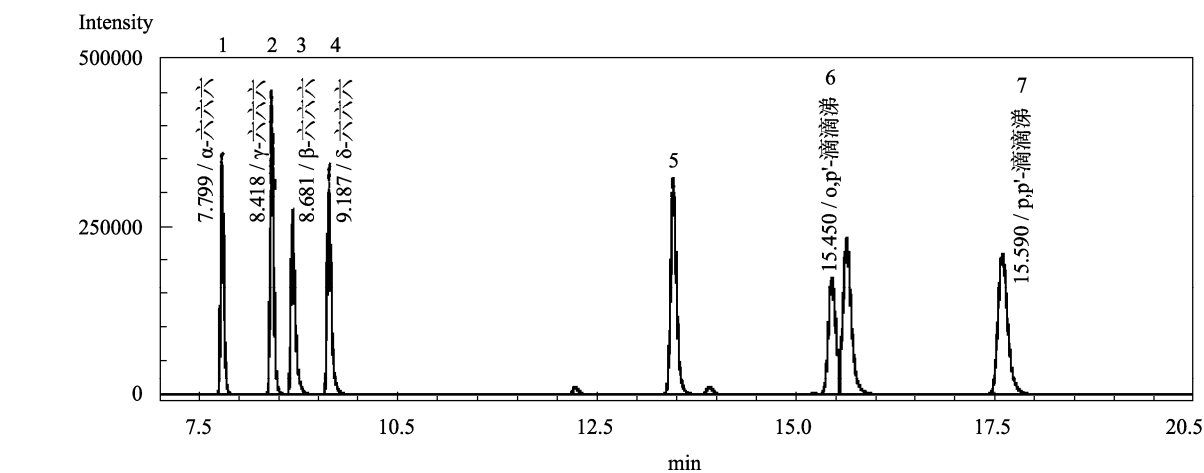
3.3.1 标准溶液引入的相对不确定度 $u_{rel}(C_1)$

根据有机氯混合标准溶液证书, 4 种 HCH 和 2 种 DDT 异构体的浓度均为 100 mg/L, 其标准溶液不确定度 $u(C_1)$, 见表 1。根据公式(1), 得到标准有机氯农药溶液各组分的相对不确定度 $u_{rel}(C_1)$, 结果见表 1。

$$u_{rel}(C_1) = \frac{u(C_1)}{k \times C_1} = \frac{u(C_1)}{2 \times 100} \quad (1)$$

3.3.2 标准溶液配制过程引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(C_0)$

用 200 μ L 可调移液器移取标准储备液 100 μ L, 置于洁净自动进样瓶中, 用 1000 μ L 可调移液器移取正己烷 900 μ L 加入瓶中, 混匀, 按标准要求配制标准溶液, 有机氯农药残留的标准色谱图, 见图 1。



1: α -HCH; 2: β -HCH; 3: γ -HCH; 4: δ -HCH; 5: o,p' -DDT; 6: p,p' -DDT
图 1 有机氯农药残留的标准色谱图

Fig. 1 Standard chromatogram of organochlorine pesticides residues

表 1 标准有机氯农药溶液各组分相对不确定度 $u_{rel}(C_1)$
Table 1 The relative uncertainty of standard organochlorine pesticide residues (C_1)

农药名称	标准不确定度 $u(C_1)$	相对标准不确定度 $u_{rel}(C_1)$
α -HCH	1.20	0.0060
β -HCH	1.20	0.0060
γ -HCH	1.22	0.0061
δ -HCH	1.20	0.0060
o,p' -DDT	1.21	0.0061
p,p' -DDT	1.95	0.0098

根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》^[18], 用容量允差计算不确定度, 假设为矩形分布($k=\sqrt{3}$), 计算标准溶液稀释过程引入的不确定度。

(1)可调移液器引入的相对标准不确定度 u_1

本实验所用的移液器经广州市计量检测技术研究院检定, 200 μ L 可调移液器容量允差(ΔV)为 $\pm 0.6\%$, 则 200 μ L 可调移液器移取 100 μ L(V_1)标准液引入的不确定度为:
 $u_1(V_1)=0.1\text{ mL}\times 0.6\%/\sqrt{3}=0.00035\text{ mL}$ 。

1000 μ L 可调移液器容量允差为(ΔV)为 $\pm 0.4\%$, 按矩形分布考虑, 则 1000 μ L 可调移液器移取 900 μ L(V_2)正己烷引入的不确定度分别为:
 $u_1(V_2)=0.9\text{ mL}\times 0.4\%/\sqrt{3}=0.0021\text{ mL}$ 。

(2)环境温度变化引入的不确定度 $u_2(V_1)$

实验室环境温度变化在 $\pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 范围中, $\Delta T=3$, 有机溶剂的膨胀系数 $\alpha=1\times 10^{-3}$, 则温度变化引入的不确定度:
 $u_2(V_1)=\Delta T\times \alpha\times V_1/k=3\times 1\times 10^{-3}\times 0.1\text{ mL}/\sqrt{3}=0.0002\text{ mL}$;
 $u_2(V_2)=\Delta T\times \alpha\times V_2/k=3\times 1\times 10^{-3}\times 0.9\text{ mL}/\sqrt{3}=0.0016\text{ mL}$ 。

根据可调移液器证书 200 μ L、1000 μ L 移液器的重复性误差为 $\pm 0.6\%$ 和 $\pm 0.1\%$, 则 $u_3(V_1)=0.6\%\times 0.1\text{ mL}=0.0006\text{ mL}$; $u_3(V_2)=0.1\%\times 0.9\text{ mL}=0.0009\text{ mL}$ 。移液器移动取 100 μ L 和 900 μ L 时, 引入的相对标准不确定度为
 $u_{rel}(V_1)=u(V_1)/V_1=0.0115$; $u_{rel}(V_2)=u(V_2)/V_2=0.0051$ 。

根据公式②, 计算有机氯农药标准溶液配制所引入的相对不确定度 $u_{rel}(C_0)$, 结果见表 2。

$$u_{rel}(C_0)=\sqrt{u_{rel}^2(C_1)+u_{rel}^2(V_1)+u_{rel}^2(V_2)} \quad (2)$$

3.3.3 称样量的相对标准不确定度 $u_{rel}(m)$

实验所用的万分之一天平经广州市计量检测技术研究院检定, 其标准不确定度 $u=0.5\text{ mg}$, $k=2$; 由称量引入的相对不确定度为:
 $u(m)=0.3\text{ mg}/2=0.15\text{ mg}$; $u_{rel}(m)=0.15\text{ mg}/20/1000=0.0000075$ 。

3.3.4 样品最终定容体积的相对标准不确定度 $u_{rel}(V)$

1000 μ L 可调移液器容量允差(ΔV)为 $\pm 0.4\%$, 按矩形分布考虑, 则 1000 μ L 可调移液器移取 1000 μ L(V)正己烷引入的不确定度为:
 $u_1(V)=1.0\text{ mL}\times 0.4\%/\sqrt{3}=0.0023\text{ mL}$;
环境温度变化引入的不确定度: 实验室环境温度变化在 $\pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 范围中, $\Delta T=3$, 有机溶剂的膨胀系数 $\alpha=1\times 10^{-3}$, 则温度变化引入的不确定度为:
 $u_2(V)=\Delta T\times \alpha\times V/k=3\times 1\times 10^{-3}\times 1.0\text{ mL}/\sqrt{3}=0.0017\text{ mL}$ 。样品最终定容体积的相对不确定度
 $u_{rel}(V)=u(V)/V=0.004$ 。

3.3.5 色谱峰面积引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(A_0)$

分别对各组分的有机氯农药标准溶液(浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$)进行 6 次平行测定, 得到峰面积, 结果见表 3。

根据公式(3), 计算有机氯农药标准溶液色谱峰面积引入的标准偏差 $u(A_0)$ 和相对标准不确定度 $u_{rel}(A_0)$, 结果见表 4。

表 2 有机氯农药标准溶液配制过程引入的相对不确定度
Table 2 The relative uncertainty of preparation process of organochlorine pesticides standard solution

农药名称	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT
$u_{rel}(C_0)$	0.01394	0.01394	0.01398	0.01394	0.01398	0.01595

表 3 平行测定有机氯农药标准溶液峰面积结果($n=6$)
Table 3 Results of parallel determination of the peak area of organochlorine pesticides standard solution ($n=6$)

农药名称 峰面积 编号	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT
标准溶液-1	11158577	3444456	8930363	6600020	1877819	1590523
标准溶液-2	11178256	3350065	9028788	6602472	1781837	1610939
标准溶液-3	11384201	3441195	9251105	6787611	1959933	1732173
标准溶液-4	11423779	3404368	9223045	6738183	1830883	1662176
标准溶液-5	11499859	3518754	9170890	6729680	1952165	1631354
标准溶液-6	11548905	3485639	9239412	6752620	1822356	1596465
A_0	11365596	3440746	9140601	6701764	1870832	1637272

$$u(A_0) = s(A_0) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (A_{0j} - \overline{A_0})^2}{n-1}} \quad (3)$$

$$u_{rel}(A_0) = u(A_0)/A_0 \quad (4)$$

表 4 平行测定有机氯农药标准溶液标准偏差与相对标准不确定度($n=6$)
Table 4 The standard deviation and relative uncertainty of parallel determination of organochlorine pesticides standard solution ($n=6$)

农药名称	标准偏差 $u(A_0)$	相对不确定度 $u_{rel}(A_0)$
α -HCH	163287.043	0.01437
β -HCH	59432.311	0.01727
γ -HCH	131446.832	0.01438
δ -HCH	80339.815	0.01199
o,p' -DDT	72758.255	0.03889
p,p' -DDT	53302.043	0.03256

3.3.6 测量重复性引起的相对标准不确定度 $u(\overline{C}_i)$

按标准方法, 平行制备 6 份样品, 根据贝赛尔公式计算标准偏差 $S(C_i)$ 和测量平均值 C_i , 根据 $u(\overline{C}_i) = S(C_i)/\sqrt{2}$, 计算重复性相对标准不确定度 $u(\overline{C}_i)$, 结果见表 5。

3.4 合成不确定度

根据以上分析, 列出各农药残留的相对标准不确定度分量, 结果见表 6。按照公式(5)、(6)、(7)计算有机氯各

农药残留其测定结果的合成标准不确定度 $u_{rel}(w)$ 和合成相对标准不确定度 $u(w)$, 结果见表 7。

$$u_{rel}(w) = \sqrt{u_{rel}^2(A_0) + u_{rel}^2(C_0) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(v)} \quad (5)$$

$$u(C_i) = u_{rel}(w) \times C_i \quad (6)$$

$$u(w) = \sqrt{u^2(C_i) + u^2(\overline{C}_i)} \quad (7)$$

3.5 扩展不确定度 u

取 $k=2$ (置信度为 95%)时, 计算有机氯各农药残留的扩展不确定度 u , 结果见表 8。

3.6 测量结果

当取样量为 1.0 g, $k=2$ (置信度为 95%)时, 气相色谱法检测大豆中 α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH、 o,p' -DDT、 p,p' -DDT, 其含量分别为: (0.66±0.090)、(1.32±0.104)、(0.52±0.074)、(0.35±0.066)、(0.12±0.032)、(0.051±0.014) mg/kg。

4 结论与讨论

本实验采用气相色谱法对大豆油中有机氯各农药残留组分进行了测定, 结合实验过程及计算结果可知, 测量不确定度主要来源于测定结果重复性、标准工作液的配制及色谱峰面积, 而标准溶液的纯度、样品的称量及定容体积影响不大。因此需控制的关键环节主要包括随时调整仪器使其达到最佳状态, 同时规范标准溶液配制过程, 分析人员应熟练掌握样品各项处理步骤, 以提高检测的准确性, 保证实验结果准确、稳定、可靠, 从而减少测定结果的不确定度。

表 5 有机氯农药残留重复测量的标准偏差和相对不确定度(n=6)							
Table 5 The standard deviation and relative uncertainty of repeated determination of organochlorine pesticides (n=6)							
农药名称 含量 (mg/kg) 编号	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT	
样品 1	0.730	1.539	0.584	0.410	0.157	0.0666	
样品 2	0.721	1.486	0.574	0.400	0.133	0.0606	
样品 3	0.667	1.338	0.528	0.358	0.113	0.0532	
样品 4	0.639	1.262	0.504	0.329	0.105	0.0446	
样品 5	0.605	1.174	0.472	0.308	0.108	0.0420	
样品 6	0.579	1.130	0.446	0.290	0.101	0.0402	
C_i	0.66	1.32	0.52	0.35	0.12	0.051	
$S(C_i)$	0.0612	0.1653	0.0506	0.0452	0.0208	0.0100	
$u(\overline{C_i})$	0.0432	0.0432	0.0358	0.0319	0.0147	0.0071	

表 6 各农药残留的相对标准不确定度分量							
Table 6 Relative standard uncertainty of each component							
符号	农药名称 分量	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT
	$u_{rel}(C_1)$	0.0060	0.0060	0.0061	0.0060	0.0060	0.0098
	$u_{rel}(C_0)$	0.01394	0.01394	0.01398	0.01394	0.01398	0.01595
	$u_{rel}(m)$	0.0000075	0.0000075	0.0000075	0.0000075	0.0000075	0.0000075
	$u_{rel}(V)$	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004
	$u_{rel}(A_0)$	0.01437	0.01727	0.01438	0.01199	0.03889	0.03256
	$u(\overline{C_i})$	0.0432	0.0432	0.0358	0.0319	0.0147	0.0071

表 7 有机氯各农药残留测定的合成相对标准不确定度						
Table 7 Synthetic relative standard uncertainty for determination of organochlorine pesticide residues						
农药名称	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT
$u_{rel}(w)$	0.02042	0.02255	0.02045	0.01882	0.04152	0.03648
$u(C_i)$	0.01347	0.02977	0.01063	0.006590	0.004980	0.001860
$u(w)$	0.045	0.052	0.037	0.033	0.016	0.007

表 8 有机氯各农药残留扩展不确定度						
Table 8 The expanded uncertainty of determination of organochlorine pesticide residues						
农药名称	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	δ -HCH	o,p' -DDT	p,p' -DDT
u	0.090	0.104	0.074	0.066	0.032	0.014

参考文献

- [1] 常娜, 袁聚祥. 有机氯农药对人体健康的危害及其研究进展[J]. 华北煤炭医学院学报, 2008, 10(2): 174-176.
Chang N, Yuan JX. Organochlorine pesticides on human health hazards and its research progress [J]. J North China Univ Sci Technol (Health Sci Ed), 2008, 10(2): 174-176.
- [2] Nakata H, Kawazoe M, Arizono K, *et al*. Organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyl residues in foodstuffs and human tissues from China: status of contamination, historical trend, and human dietary exposure [J]. Arch Environ Contam Toxicol, 2002, 43(4): 473-480.
- [3] Shi LL, Shan ZJ, Kong DY, *et al*. The health and ecological impacts of organochlorine pesticide pollution in China: bioaccumulation of organochlorine pesticides in human and fish fats [J]. Human Ecol Risk Assess, 2006, 12(2): 402-407.
- [4] 史晓梅, 陈士恒, 章晴, 等. 分散固相萃取-气相色谱法测定大米中六六六和滴滴涕残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(4): 1117-1124.
Shi XM, Chen SH, Zhang Q, *et al*. Simultaneous determination of hexachlorocyclohexane and dichlorodiphenyltrichloroethane residues in rice by dispersive solid phase extraction and gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(4): 1117-1124.
- [5] 崔雁娜, 赵汉取, 韦肖杭, 等. 气相色谱法测定有机氯含量的不确定度评定[J]. 广东化工, 2012, 5(39): 200-202.
Cui YN, Zhao HQ, Wei XH, *et al*. Evaluation of uncertainty on the determination of organochlorine by chromatography [J]. Guangdong Chem Ind. 2012, 5(39): 200-202.
- [6] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].
- [7] CNAS-GL06 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL06 Guidance on evaluation the uncertainty in chemical analysis [S].
- [8] Arrow KJ, Lind RC. University and the evaluation of public investment decisions [J]. J Nat Resour Policy Res, 2014, 6(1): 29-44.
- [9] 沈施, 陈曦, 毕烨, 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.
- [10] 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 Rrev Med, 2015, 26(3): 22-25.
- [11] GB/T 5009. 19-2008 食品中有机氯农药多组分残留量的测定[S].
GB/T 5009. 19-2008 Determination of organochlorine pesticide multiresidues in foods [S].
- [12] 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].
- [13] 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.
- [14] 李静, 夏苏捷, 刘晓云, 等. 液相色谱-串联质谱法测定牛奶中氯霉素残留量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2752-2757.
Li J, Xia SJ, Liu XY, *et al*. Uncertainty evaluation of chloramphenicol in milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(7): 2752-2757.
- [15] 陈静. 气相色谱法测定食品有机氯农药残留不确定度分析[J]. 新疆农垦科技, 2010, (5): 46-47.
Chen J. Uncertainty analysis on the determination of organochlorine pesticide residues in food by gas chromatography [J]. Xinjiang Farm Res Science Technol, 2010, (5): 46-47.
- [16] 杨洋, 徐春祥, 车文军. 高效液相色谱法测定奶粉中的三聚氰胺及其不确定度分析[J]. 食品科学, 2010, 31(1): 250-253.
Yang Y, Xu CX, Chen WJ. Uncertainty evaluation of determination of melamine in milk powder by HPLC [J]. Food Sci, 2010, 31(1): 250-253.
- [17] 曾艳, 郎红, 邵辉, 等. 有机氯农药混合标准溶液配制不确定度评定[J]. 农药科学与管理, 2013, 34(8): 37-41.
Zeng Y, Lang H, Shao H, *et al*. Uncertainty evaluation of preparation of organ chlorine pesticides mixed standard solution [J]. Pest Sci Admin, 2013, 34(8): 37-41.
- [18] JJG 196-2006 中华人民共和国国家计量检定规程(常用玻璃仪器)[S].
JJG 196-2006 China National metrological verification (Verification regulation of working glass container) [S].

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



陈 科, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品检测与质量控制。
E-mail: 651192042@qq.com