

气相色谱法测定糕点中 1,2-丙二醇含量的 不确定度评定

高家敏, 李红霞, 曹进*, 丁宏*

(中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

摘要: **目的** 评定气相色谱法测定糕点中 1,2-丙二醇含量的不确定度。**方法** 对糕点中 1,2-丙二醇含量测定过程中各影响因素进行分析评定, 包括称量、标准溶液配制、标准曲线拟合、提取过程、仪器测定等。**结果** 该方法检测糕点中 1,2-丙二醇的合成不确定度为 3.1 mg/kg, 扩展不确定度为 6.2 mg/kg。本实验测定的糕点中 1,2-丙二醇含量结果为(50.1±6.2) mg/kg ($k=2$, 置信区间 $p=95\%$)。**结论** 本方法的不确定度主要由标准溶液配制和标准曲线拟合等引入。

关键词: 气相色谱法; 1,2-丙二醇; 不确定度; 食品; 糕点

Uncertainty evaluation for the determination of 1,2-propanediol in pastry by gas chromatography

GAO Jia-Min, LI Hong-Xia, CAO Jin*, DING Hong*

(National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of measurement in the determination of 1,2-propanediol in pastry by gas chromatography (GC). **Methods** The uncertainty caused by various factors in the whole process of determination was analyzed, including weighing, standard solution preparation, calibration fitting, extraction and determination. **Results** The combined uncertainty in the determination of 1,2-propanediol in pastry was 3.1 mg/kg and the expanded uncertainty was 6.2 mg/kg. The content of 1,2-propanediol in pastry was (50.1±6.2) mg/kg ($k=2$, confidence interval $p=95\%$). **Conclusion** The uncertainty of this method is mainly caused by standard solution and calibration fitting.

KEY WORDS: gas chromatography; 1,2-propanediol; uncertainty; food; pastry

1 引言

1,2-丙二醇为无色黏稠液体, 有吸湿性, 几乎无味无嗅, 广泛应用于食品、化妆品、制药和烟草等行业^[1-3]。丙二醇作为食品添加剂, 具有稳定剂和凝固剂、抗结剂、消泡剂、乳化剂、水分保持剂、增稠剂的功能。丙二醇常作

为润滑剂添加到食品中以改善食品的感官品质, 作为水分保持剂在生湿面制品中得到了大量应用^[4,5]。但是, 由于丙二醇为化学合成品, 在实际应用中存在部分限制。GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[6]规定丙二醇可用于糕点, 最大使用量为 3.0 g/kg; 用于生湿面制品(如面条、饺子皮、馄饨皮、烧麦皮)的最大使用量

*通讯作者: 曹进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: caojin@nifdc.org.cn

丁宏, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: dinghong@nifdc.org.cn

*Corresponding author: CAO Jin, Ph.D, Researcher, National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China. E-mail: caojin@nifdc.org.cn
DING Hong, Chief Pharmacist, National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China. E-mail: caojin@nifdc.org.cn

为 1.5 g/kg。

GB 5009.251-2016《食品安全国家标准 食品中 1,2-丙二醇的测定》是我国测定食品中 1,2-丙二醇含量的强制检验标准^[7],该标准规定用气相色谱法(gas chromatography, GC)测定糕点、膨化食品、奶油、干酪、豆制品、奶片、生湿面制品、冷冻饮品、液体乳、植物蛋白饮料、乳粉、黄油、奶油中 1,2-丙二醇的含量;用气相色谱-质谱法测定糕点、膨化食品、干酪、豆制品、奶片、生湿面制品中 1,2-丙二醇含量。然而检测方法处于不同的实验环境,由于仪器设备、人员操作等因素影响,会引起一定的不确定度^[8,9]。本文参照 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》^[10]、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[11]、CNAS-CL06《化学分析中不确定度的评估指南》^[12]和 CNAS-CL07《测量不确定度的要求》^[13],以 GB/T 5009.251-2016 测定糕点食品中 1,2-丙二醇含量为例评定食品中 1,2-丙二醇含量测定的不确定度,以期为实验室质量控制提供科学依据,同时为其他食品中 1,2-丙二醇含量测量的不确定度评定提供参考。

2 材料与方法

2.1 材料、试剂与仪器

7890A 型气相色谱仪配氢火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID, 美国安捷伦公司); DB-WAX 型石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm, 美国安捷伦公司); SGHK-500 型氢空发生器(北京东方精华苑科技有限公司); Vortex-Genie2 型漩涡混匀器(美国 Scientific Industries 公司); AL204 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); KQ3200DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

无水乙醇(色谱纯, 美国 TEDIA 公司); 1,2-丙二醇标准品(纯度 99.9%, Sigma 公司)。

样品来源: 市场上购买的某品牌蛋糕样品。

2.2 实验方法

2.2.1 气相色谱条件

进样口温度: 230 °C; 柱温: 初始柱温 80 °C, 保持 1 min, 以 20 °C/min 速率升温至 160 °C, 保持 2 min, 再以 15 °C/min 速率升温至 220 °C, 保持 10 min; 检测器温度 240 °C; 载气为氮气, 恒流模式, 流速为 1.0 mL/min, 氢气流量 40 mL/min, 空气流量 350 mL/min, 尾吹气(N₂)流量 40 mL/min, 分流比 10:1, 进样体积为 1 μL。

2.2.2 标准品储备液的配制

准确称取 1,2-丙二醇标准品 1.0141 g(纯度 99.9%)置于 10.0 mL 容量瓶中, 用无水乙醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 配成质量浓度为 101.3 mg/mL 标准储备液。准确吸取 1.0 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用无水乙醇定容至刻度, 摇匀, 得到质量浓度为 1.013 mg/mL 的标准工作溶液。

2.2.3 标准曲线的配制

分别准确吸取 1,2-丙二醇标准工作溶液(1.013 mg/mL)100、250、500、1000、2500 μL 分别置于 50.0 mL 容量瓶中, 加入无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 得到质量浓度分别为 2.026、5.065、10.13、20.26、50.65 μg/mL 的标准系列溶液。

2.2.4 样品前处理

试样用粉碎机粉碎, 准确称取混匀试样 5 g(精确到 0.01 g)至 100 mL 具塞锥形瓶中, 加入 50.0 mL 无水乙醇, 涡旋混匀 2 min 后振荡提取 40 min, 静置 1 h 后用 0.45 μm 有机相滤膜过滤, 待测。

2.2.5 样品检测与计算

标准曲线经 GC 分析, 以 1,2-丙二醇的峰面积对 1,2-丙二醇质量浓度做标准曲线。待测样品用同样的方法分析后, 将样品的峰面积代入标准曲线, 计算得到待测液的质量浓度, 最后计算样品中 1,2-丙二醇的质量浓度。计算公式为:

$$X = C \times \frac{V}{m \times 1000} \times \frac{1000}{1000} \quad (1)$$

式中: X 为试样中 1,2-丙二醇的含量(g/kg); C 为试样溶液中 1,2-丙二醇的质量浓度(μg/mL); V 为试样定容体积(mL); m 为试样的质量(g); 1000 为换算系数。

3 结果与分析

3.1 不确定度的来源分析

根据测定过程和数学模型, 本方法中不确定度主要来源为以下几个方面:

(1) 被测物质量浓度引入的不确定度 $u(C)$, 主要由标准物质纯度、标准物质称量、标准储备液配制和稀释、标准系列溶液配制和标准曲线拟合过程引入; (2) 测量重复性引入的不确定度 $u(\bar{X})$; (3) 回收率引入的不确定度 $u(R)$; (4) 样品称量引入的不确定度 $u(m)$; (5) 体积量取引入的不确定度 $u(V)$ 。

3.2 不确定度的分析和评定

3.2.1 被测物质量浓度(C)引入的不确定度

C 的不确定度由标准系列溶液配制对 C 的测量产生的不确定度和由标准曲线拟合的直线求得 C 时带来的不确定度两部分组成。标准系列溶液配制又分为储备液的配制、储备液的稀释以及标准曲线溶液的配制 3 个过程。

3.2.1.1 标准储备液配制过程产生的不确定度 $u(C-1)$

准确称取 1.0141 g 1,2-丙二醇标准品(纯度 99.9%), 用无水乙醇溶解并定容至 10 mL, 得到质量浓度为 101.3 mg/mL 的标准储备液。

标准品纯度引入的不确定度: 根据标准品证书, 1,2-丙二醇标准品的纯度误差为 0.2%, 按照均匀分布计算, 由纯度引入的不确定度和相对不确定度分别为: $u(p)=0.2\%/\sqrt{3}=0.115\%$, $u_{rel}(p)=u(p)/p=0.115\%/99.9\%=0.00115$ 。

标准品称量引入的不确定度: 根据鉴定证书, 实验所用天平最大允许误差为±0.5 mg, 按照均匀分布计算, 由称量标准品引入的不确定度和相对不确定度分别为: $u(m_1)=0.5/\sqrt{3}=0.289$ mg, $u_{rel}(m_1)=u(m_1)/m_1=0.289/1014.1=0.000285$ 。

标准储备液定容体积引入的不确定度: JJG 196-2006《常用玻璃量器》^[14]规定, 20 °C 时 10 mL A 级容量瓶容量允差为±0.020 mL, 假设为对称分布, 其标准不确定度为 $u(V_T)=\frac{0.02}{\sqrt{6}}=0.00816$ mL。实验室的温度为(20±5) °C, 无水乙醇的体积膨胀系数为 1.1×10^{-3} °C⁻¹, 假设温度波动呈均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故 10 mL 容量瓶由温度引起的体积不确定度为 $u(V_T)=\frac{5\times 1.1\times 10^{-3}\times 10}{\sqrt{3}}=0.0318$ mL。合成 10 mL 容量瓶定容体积引入的相对标准不确定度为: $u_{rel}(V)=\frac{\sqrt{0.00816^2+0.0318^2}}{10}=0.00328$ 。

由储备液配制所产生的相对标准不确定度

$$u_{rel}(C-1)=\sqrt{u_{rel}^2(p)+u_{rel}^2(m_1)+u_{rel}^2(V)}=\sqrt{0.00115^2+0.000285^2+0.00328^2}=0.00349。$$

3.2.1.2 标准储备液稀释过程产生的不确定度 $u(C-2)$

用 1 mL 单标线吸量管移取储备液 1 mL 于 100 mL 容量瓶(A 级)中, 用无水乙醇定容至刻度, 摇匀, 得到质量浓度为 1.013 mg/mL 的标准工作溶液。按照均匀分布处理, 玻璃器具及温度波动引入的不确定度见表 1。

则由储备液稀释过程产生的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(C-2)=\sqrt{u_{rel}^2(V_{1,无水乙醇})\times 2+u_{rel}^2(V_{100,无水乙醇})}=\sqrt{0.00514^2\times 2+0.00323^2}=0.00795$$

3.2.1.3 标准系列溶液配制过程产生的不确定度 $u(C-3)$

分别准确吸取 1,2-丙二醇标准工作溶液(1.013 mg/mL)100、250、500、1000、2500 μL 至 50.0 mL 容量瓶中, 得到质量浓度分别为 2.026、5.065、10.13、20.26、50.65 μg/mL 的标准系列溶液。

移液器刻度误差参考 JJG 646-2006《移液器检定规程》^[15]的要求, 按照均匀分布处理, 玻璃器具及温度波动引入的不确定度见表 2。

表 1 标准储备液稀释过程中引入的不确定度
Table 1 Uncertainty resulting from standard stock solution dilution

项目(溶剂为无水乙醇)		1 mL 单标线吸量管	100 mL 容量瓶
刻度误差	容量允差/mL	0.007	0.1
	计算公式	$0.007/\sqrt{3}$	$0.1/\sqrt{3}$
	不确定度 $u(V_T)$ /mL	0.00404	0.0577
温度波动	温度误差/°C	5	5
	无水乙醇体积膨胀系数 $\beta_{无水乙醇}/°C$	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}
	计算公式	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 1/\sqrt{3}$	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 100/\sqrt{3}$
	不确定度 $u(V_T)/°C$	0.00318	0.318
	相对合成不确定度 $u_{rel}(V)$	0.00514	0.00323

表 2 标准系列溶液配制过程引入的不确定度
Table 2 Uncertainty resulting from standard solution preparation

项目		100 μL 移液器	1000 μL 移液器	1000 μL 移液器	1000 μL 移液器	5000 μL 移液器
刻度误差	移取体积/mL	0.1	0.25	0.5	1	2.5
	容量允差/%	±2.0	±2.0	±1.0	±1.0	±0.5
	计算公式	$0.1\times 0.02/\sqrt{3}$	$0.25\times 0.02/\sqrt{3}$	$0.5\times 0.01/\sqrt{3}$	$1\times 0.01/\sqrt{3}$	$2.5\times 0.005/\sqrt{3}$
重复性	不确定度 $u(V_{T1})$ /mL	0.00115	0.00289	0.00289	0.00577	0.00722
	测量重复性/%	1.0	1.0	0.5	0.5	0.2
	计算公式	$0.1\times 0.01/\sqrt{3}$	$0.25\times 0.01/\sqrt{3}$	$0.5\times 0.005/\sqrt{3}$	$1\times 0.005/\sqrt{3}$	$2.5\times 0.002/\sqrt{3}$
温度波动	不确定度 $u(V_{T2})$	0.000577	0.00144	0.00144	0.00289	0.00289
	温度误差/°C	±5	±5	±5	±5	±5
	无水乙醇体积膨胀系数 $\beta_{无水乙醇}/°C$	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}
	计算公式	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 0.1/\sqrt{3}$	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 0.25/\sqrt{3}$	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 0.5/\sqrt{3}$	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 1/\sqrt{3}$	$\beta_{无水乙醇}\times 5\times 2.5/\sqrt{3}$
	不确定度 $u(V_T)/°C$	0.000318	0.000794	0.00159	0.00318	0.00794
相对合成不确定度 $u_{rel}(V)$		0.0265	0.0333	0.0180	0.0240	0.0278

则由标准系列溶液配制过程产生的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(C-3) = \frac{\sqrt{u_{rel}^2(V_{100}) + u_{rel}^2(V_{250}) + u_{rel}^2(V_{500}) + u_{rel}^2(V_{1000}) + u_{rel}^2(V_{2500})}}{\sqrt{0.0265^2 + 0.0333^2 + 0.0180^2 + 0.0240^2 + 0.0278^2}} = 0.0590$$

3.2.1.4 标准曲线拟合产生的不确定度 $u(C-4)$

5种质量浓度分别为2.026、5.065、10.13、20.26、50.65 $\mu\text{g/mL}$ 的1,2-丙二醇标准系列溶液,重复测定2次,通过Excel软件^[16]拟合得到线性回归方程为 $A=aC+b$,其中, a 为斜率, b 为截距,测定数据及计算结果如表3所示。取含1,2-丙二醇的糕点样品,对待测化合物质量浓度 C_0 进行3次重复测定,其结果见表4,则由标准曲线拟合产生的不确定度为:

$$u(C-4) = \frac{S_R}{a} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C}_i)^2}} \quad (2)$$

式中: S_R 为标准溶液峰面积残差的标准差,计算方法为:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (aC_i + b)]^2}{n-2}}$$

n 为测试次数,本实验中5个质量浓度重复测定2次, $n=5 \times 2=10$; p 为对 C_0 的测定次数, $p=3$; \bar{C}_i 为标准溶液的平均质量浓度, $\bar{C}_i = \frac{\sum_{i=1}^5 C_i}{5} = 17.63$;

$\sum_{i=1}^5 (C_i - \bar{C}_i)^2 = 1555$; 代入公式(2)则可计算出 $u(C-4)=0.0761$, $u_{rel}(C-4) = \frac{u(C-4)}{C_0} = 0.0153$, 根据 $u_{rel}(C) = \sqrt{u_{rel}^2(C-1) + u_{rel}^2(C-2) + u_{rel}^2(C-3) + u_{rel}^2(C-4)}$ 可计算出被测物质量浓度 C 引入的不确定度,相关量值见表5。

3.2.2 测量重复性产生的不确定度 $u(\bar{X})$

在空白试样中添加1,2-丙二醇标准溶液得到含1,2-丙二醇50.65 mg/kg 的试样,平行测定10次。将重复测定的平均含量 \bar{X} ,标准偏差 $S(\bar{X})$ 结果分别代入公式 $u(\bar{X})=S(\bar{X})/\sqrt{10}$ 和 $u_{rel}(\bar{X})=u(\bar{X})/\bar{X}$, 计算得到重复测量引入的不确定度和相对不确定度,如表6所示。

3.2.3 回收率产生的不确定度 $u(R)$

取重复性实验中的测量回收率结果列于表6,将平均回收率 \bar{R} 、标准偏差 $S(R)$ 结果分别代入公式 $u(R)=S(R)/\sqrt{10}$ 和 $u_{rel}(R)=u(R)/\bar{R}$, 计算得到回收率引入的不确定度和相对不确定度。

3.2.4 样品称量产生的不确定度 $u(m)$

称取5 g食品样品,天平校准证书说明最大允许误差为 ± 0.0005 g,按照均匀分布计算,其不确定度 $u(m)=0.0005/\sqrt{3}=0.00029$ g, 相对不确定度 $u_{rel}(m)=u(m)/m=0.00029/5=0.000058$ 。

表3 1,2-丙二醇标准曲线数据
Table 3 Results of 1,2-propanediol standard curve

待测化合物	标准溶液质量浓度 $C/(\mu\text{g/mL})$	峰面积 1	峰面积 2	回归方程	相关系数 r
1,2-丙二醇	2.026	1.41309	1.44647	$A=0.6719C+0.0714$	1
	5.065	3.41861	3.42075		
	10.13	6.83446	6.89077		
	20.26	13.78617	13.79369		
	50.65	34.11894	34.01585		

表4 阳性样品测量数据
Table 4 Determination results of positive samples

待测化合物	称样量/g	峰面积	质量浓度 $C/(\mu\text{g/mL})$	平均质量浓度 $C/(\mu\text{g/mL})$	平均含量 $X/(\text{mg/kg})$
1,2-丙二醇	4.9607	3.40750	4.965	4.967	50.06
	4.9682	3.40407	4.960		
	4.9524	3.41412	4.975		

表5 被测物质量浓度 C 引入的不确定度计算相关量值
Table 5 Calculation of uncertainty resulting from analyte concentration

待测化合物	S_R	a	$C/(\mu\text{g/mL})$	$u_{rel}(C-1)$	$u_{rel}(C-2)$	$u_{rel}(C-3)$	$u_{rel}(C-4)$	$u_{rel}(C)$
1,2-丙二醇	0.0698	0.6719	4.967	0.00349	0.00795	0.0590	0.0153	0.062

3.2.5 体积量取产生的不确定度 $u(V)$

量取体积产生的不确定度主要由定量加入溶剂和仪器进样体积不确定度组成。

3.2.5.1 定量加入溶剂产生的不确定度 $u(V_1)$

样品定量加入 50.0 mL 无水乙醇的容量允差为±0.05 mL, 按照均匀分布计算, 其不确定度 $u(V_{1容})=0.05/\sqrt{3}=0.0289$ mL; 由温度变化产生的无水乙醇容积变化按照均匀分布计算, 其不确定度 $u(V_{1温})=50 \times 5 \text{ } ^\circ\text{C} \times \beta_{\text{无水乙醇}}/\sqrt{3} = 0.159$ mL。

定量加入无水乙醇时引入的不确定度和相对不确定度 $u(V_1)=\sqrt{u^2(V_{1容})+u^2(V_{1温})}=\sqrt{0.0289^2+0.159^2}=0.162$ mL。

$$u_{rel}(V_1)=u(V_1)/50=0.00324。$$

3.2.5.2 仪器进样体积产生的不确定度 $u(V_2)$

该气相色谱仪使用的微量进样器的容积相对标准偏差为±1%, 按均匀分布, 则其相对不确定度 $u_{rel}(V_2)=1\%/\sqrt{3}=0.00577$ 。

合成体积量取引入的相对不确定度为: $u_{rel}(V)=$

$$\sqrt{u_{rel}^2(V_1)+u_{rel}^2(V_2)}=\sqrt{0.00324^2+0.00577^2}=0.0066。$$

3.3 相对标准不确定度的合成

GC 法测定糕点食品中 1,2-丙二醇的相对不确定度分量见表 7。

表 6 糕点中 1,2-丙二醇测定结果
Table 6 Determination results of 1,2-propanediol in pastry

序号	称样量(g)	质量浓度 C(μg/mL)	含量 X(mg/kg)	回收率 R(%)
1	4.9884	5.038	50.49	99.69
2	5.0008	4.982	49.81	98.34
3	4.9949	4.950	49.56	97.84
4	5.0002	5.003	50.03	98.78
5	4.9769	5.014	50.37	99.45
6	4.9772	5.016	50.39	99.48
7	4.9898	4.961	49.71	98.15
8	5.0005	5.048	50.47	99.65
9	5.0016	5.018	50.16	99.04
10	4.9842	4.991	50.07	98.86
平均值	4.9915	5.002	50.11	98.93
标准偏差	0.00966	0.0315	0.330	0.654
不确定度	0.00306	0.00995	0.105	0.207
相对不确定度	0.00061	0.0020	0.0021	0.0021

注: 相对不确定度无单位。

表 7 1,2-丙二醇的相对不确定度分量
Table 7 List of relative uncertainty components for 1,2-propanediol

相对不确定度	不确定度来源	相对不确定度分量	
$u_{rel}(C)$	0.062	储备液配制	0.00349
		储备液稀释	0.00795
		标准系列溶液配制	0.0590
		标准曲线拟合	0.0153
$u_{rel}(\bar{X})$	0.0021	测量重复性	0.0021
$u_{rel}(R)$	0.0021	测量回收率	0.0021
$u_{rel}(m)$	0.000058	样品称量	0.000058
$u_{rel}(V)$	0.0066	定量溶剂加入	0.00324
		仪器进样体积	0.00577

由 公 式 $u_{crel}(X)=$

$\sqrt{u_{rel}^2(C) + u_{rel}^2(\bar{X}) + u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(V)}$ 计算可得 1,2-丙二醇的合成相对标准不确定度, 合成不确定度 $u_c(X)=u_{crel}(X)\times\bar{X}$, 结果列于表 8。

3.4 扩展不确定度及结果表示

根据 JJF 1059.1-2012 测量不确定度的评定与表示, 取 95% 的置信概率, 包含因子 $k=2$, 则 1,2-丙二醇含量的扩展不确定度 $U=u_c(X)\times 2$, 由此得到 GC 法测定糕点食品中 1,2-丙二醇含量的结果, 见表 8。用 GC 法测定糕点食品中 1,2-丙二醇的含量为 $X=(50.1\pm 6.2)$ mg/kg ($k=2$, 置信区间 $p=95\%$)。

表 8 1,2-丙二醇不确定度评定结果

Table 8 Uncertainty evaluation for the determination of 1,2-propanediol

项目	结果
合成相对不确定度 $u_{crel}(X)$	0.062
合成不确定度 $u_c(X)$ (mg/kg)	3.1
实测值 \bar{X} (mg/kg)	50.1
扩展不确定度 U (mg/kg)	6.2
检测结果($k=2$)(mg/kg)	50.1±6.2

4 讨 论

建立和实施检测的不确定度评定方法, 既是提高检测质量的需要, 也是实现检测数据国际互认所不可缺少的内容。本研究建立了 GC 法测定糕点食品中 1,2-丙二醇不确定度评定方法, 以查找测定过程中影响检测结果的因素, 控制检测质量。

实验过程中, 称量、提取、GC 测定等过程均会引入不确定度。本次不确定度试验主要分析了质量、体积、溶液配制、稀释、重复测定、回收率等因素的不确定度, 结果显示标准溶液的配制和标准曲线拟合对不确定度的贡献最大, 其次是体积量取、样品测量重复性和测量回收率引入的不确定度分量。因此, 在实际操作过程中, 可通过增加标准系列溶液的测定次数, 增加平行样品测定, 提高操作人员的操作技能, 来减小测量不确定度, 保证检测结果的准确可靠。

参考文献

- [1] 杨玉红. 食品添加剂应用技术[M]. 北京:中国质检出版社、中国标准出版社, 2013.
Yang YH. Food additives technique [M]. Beijing: China Quality Press,

Standards press of China, 2013.

- [2] 姚静. 药物辅料应用指南[M]. 北京:中国医药科技出版社, 2011.
Yao J. Application directory of pharmaceutical excipients [M]. Beijing: Medicine Science and Technology Press of China, 2011.
- [3] 兰中于, 张峻松, 彭忠, 等. 醋纤滤嘴中添加丙二醇对卷烟品质的影响及应用研究[J]. 轻工科技, 2013, 175(6):147-148.
Lan ZY, Zhang JS, Peng Z, *et al.* The impact and application of propylene glycol added to cellulose acetate cigarette filter [J]. Light Ind Sci Technol, 2013, 175(6):147-148.
- [4] 刘程. 食品添加剂实用大全[M]. 北京:北京工业大学出版社, 2004.
Liu C. Practical of food additives [M]. Beijing: Beijing University of Technology press, 2004.
- [5] 凌关庭. 食品添加剂手册[M]. 北京:化学工业出版社, 2003.
Ling GT. Handbook of food additives [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003.
- [6] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [7] GB 5009.251-2016 食品安全国家标准 食品中 1,2-丙二醇的测定[S].
GB/T 5009.251-2016 National food safety standard-Determination of 1,2-propanediol in foods [S].
- [8] 许蓉蓉. 气相色谱法测定功能性饮料中肌醇含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(3): 1013-1017.
Xu RR. Uncertainty evaluation in determination of inositol from functional beverage by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(3): 1013-1017.
- [9] 董喆, 李梦怡, 张会亮, 等. 原子吸收法测定泡菜中铅含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 1011-1017.
Dong Z, Li MY, Zhang HL, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of lead in pickled vegetables by atomic absorption spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(3): 1011-1017.
- [10] 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].
- [11] 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].
- [12] CNAS-CL06 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].
- [13] CNAS-CL07 测量不确定度的要求[S].
CNAS-CL07 Requirements for measurement uncertainty [S].
- [14] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [15] JJG 646-2006 移液器[S].
JJG 646-2006 Locomotive pipette [S].
- [16] 范巧成. Excel 在线性回归法测量不确定度评定中的应用[J]. 理化检验(化学分册), 2005, 41(9): 678-680.
Fan QC. Use of excel for evaluation of uncertainty of the results calculated from linearity regression [J]. PTCA (Part B: Chem Anal), 2005, 41(9):

678-680.

(责任编辑: 杨翠娜)



曹进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: caojin@nifdc.org.cn

作者简介



高家敏, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: gaojiamin@nifdc.org.cn

丁宏, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: dinghong@nifdc.org.cn

《食品掺假与食物中毒专题》征稿函

民以食为天, 保障食品健康安全是政府监管部门的职责, 国家已不断加强对食品安全的监管力度, 但“暴利之下必有勇夫”, 一些食品经营企业或个体以掺假、掺杂、伪造等手法达到非法牟利目的, 食品安全事故频频出现。另外, 食物中毒是一类经常发生的疾病, 会对人体健康和生命造成严重损害。

鉴于此, 本刊特别策划了“**食品掺假与食物中毒专题**”专题, 由中国检验检疫科学研究院副院长陈颖研究员担任专题主编。专题将围绕**(1)基因组学、代谢组学、脂质组学、蛋白组学等食品组学方法在食品掺伪鉴别中的应用; (2)无损检测在食品掺伪和品质鉴定中的应用; (2)食物掺假的应对策略、食品掺假管理; (3)食物中毒原因筛查、防控相关技术和方法或您认为本领域有意义的问题**展开讨论, 计划在**2017年10月**出版。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊特邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在**2017年9月30日**前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.comE-mail: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部