

# 气相色谱质谱联用技术测定大米中溴虫腈的不确定度评定

管彬彬, 杨俊, 程晓宏, 陈彬\*

(南通市食品药品监督管理局, 南通 226006)

**摘要:** **目的** 评定气相色谱质谱联用技术测定大米中溴虫腈的不确定度。**方法** 通过分析测量过程确定不确定度的来源; 通过统计学方法, 从质量浓度、体积、质量和仪器测量重复性等方面量化不确定度; 最后计算合成不确定度和扩展不确定度。**结果** 当大米中溴虫腈含量为 2.18  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时, 扩展不确定度  $U=0.26 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $k=2$ )。**结论** 气相色谱质谱联用技术测定大米中溴虫腈的不确定度主要来源是标准曲线拟合, 其次是重复性的测定; 在标准溶液的配制过程中, 要合理制定标准曲线线性范围, 在样品的前处理过程中需要更加规范的实验操作来减小实验重复性引起的不确定度, 并适当增加重复性次数, 从而保证实验结果的可靠性。

**关键词:** 气相色谱质谱联用法; 溴虫腈; 不确定度; 评定

## Uncertainty evaluation for determination of chlorfenapyr in rice by gas chromatography-mass spectrometry

GUAN Bin-Bin, YANG Jun, CHENG Xiao-Hong, CHEN Bin\*

(Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, Nantong 226006, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the uncertainty for the determination of chlorfenapyr in rice by gas chromatography-mass spectrometry. **Methods** The sources of uncertainty were determined by analyzing the measurement process. The uncertainty was quantified from the aspects of mass concentration, volume, mass and instrument measurement repeatability by statistical methods. Finally, the synthetic uncertainty and extended uncertainty were calculated. **Results** When the content of chlorfenapyr in rice was 2.18  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , the expansion uncertainty  $U=0.26 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $k=2$ ). **Conclusion** The main source of uncertainty for determination of chlorfenapyr in rice by gas chromatography-mass spectrometry is standard curve fitting, followed by repeatability determination. In order to ensure the reliability of the experimental result, we should develop the linear range of standard curves reasonably in the configuration process of standard solution, standardize the experimental operation in the pretreatment process of samples to reduce the uncertainty caused by experimental repeatability and increase the repeatability times appropriately, so as to ensure the reliability of experimental results.

**KEY WORDS:** gas chromatography-mass spectrometry; chlorfenapyr; uncertainty; evaluation

基金项目: 南通市科技局项目(MS12017018-1)、江苏省食品药品监督管理局项目(20170224)

Fund: Supported by Nantong Science and Technology Foundation (MS12017018-1), and Jiangsu Food and Drug Administration Project (20170224)

\*通讯作者: 陈彬, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 839813138@qq.com

\*Corresponding author: CHEN Bin, Senior Engineer, Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, Nantong 226006, China. E-mail: 839813138@qq.com

## 1 引言

溴虫腈(chlorfenapyr),又名虫螨腈,是一种芳基吡咯类杀虫剂、杀螨剂<sup>[1]</sup>,作用原理是当昆虫摄食或接触溴虫腈后,其在体内经过多功能氧化酶转变为具有杀虫活性的化合物,靶标是昆虫体细胞中的线粒体,通过破坏氧化磷酸化转变成ATP的生理过程,进而使细胞因为缺少所需要的能量而停止生命功能,以达到杀虫的目的<sup>[2,3]</sup>。测量不确定度既能合理地赋予被测量之值的分散性<sup>[4-6]</sup>,又能表现出测定结果的可信度<sup>[7]</sup>。中华人民共和国出入境检验检疫行业标准SN/T 1986-2007《进出口食品中溴虫腈残留量检测方法》<sup>[8]</sup>详细规定了进出口食品中溴虫腈的测定方法,而为了准确地衡量其检测结果,需要对其不确定度进行衡量,从而给出可靠的检验结果<sup>[9-11]</sup>。本文根据JJF 1059-2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[12]</sup>,为大米中溴虫腈的不确定度评定提供参考模型,以期能够确定检测过程中引入不确定度的主要原因,以便采取改进措施,从而提高测量结果的准确性。

## 2 材料与方法

### 2.1 主要仪器与试剂

7890B+7000D 气相色谱质谱联用仪(美国安捷伦公司);BSA224S 电子天平(精度 0.0001 g,德国赛多利斯公司);A11B S025 研磨机(德国艾卡公司);RV10 旋转蒸发器(瑞士步琦有限公司);Xcelvap 氮吹仪(美国 Horizon 公司);HP-5MS(15 m×250 μm, 0.25 μm, 美国安捷伦公司)。

乙腈、正己烷、丙酮(色谱纯,德国默克公司);溴虫腈标准溶液(浓度为 50 μg/mL,北京曼哈格生物科技有限公司);磷酸盐缓冲溶液(纯度≥98.0%)、氯化钠(纯度≥99.8%)、无水硫酸钠(纯度≥99%)(国药集团化学试剂有限公司);实验室温度控制在(20±3)℃,相对湿度≤70%。

大米购于南通市港闸区建国副食品商行。

### 2.2 样品处理过程

样品按SN/T 1986-2007进行检验<sup>[8]</sup>。

通过研磨机将大米粉碎,准确在 150 mL 烧杯中称取 20 g 大米粉,加入 50 mL 乙腈,超声 2 min,经布氏漏斗抽滤至 250 mL 具塞锥形瓶中(其中加有 20 mL 磷酸盐缓冲溶液和 10 g 氯化钠),以 50 mL 乙腈洗涤烧杯,合并乙腈洗液,经布氏漏斗抽滤,收集合并的滤液于上述锥形瓶中,在猛烈振摇 5 min 后,静置 15 min。在将乙腈层定容至 100 mL 后,取 50 mL 的乙腈层置于 250 mL 浓缩瓶中,以 40℃水浴旋转蒸发的方式蒸发至干。移取 0.5 mL 氯化钠溶液(100 g/L),20 mL 正己烷,加入浓缩瓶中,先超声 1 min,再振摇 2 min,将样液通过无水硫酸钠柱,转移到另一 150 mL

浓缩瓶中,分别用 20 mL 和 10 mL 的正己烷洗涤浓缩瓶 2 次,并将洗液通过上述无水硫酸钠,以 40℃水浴旋转蒸发的方式将正己烷蒸发至约 5 mL。

将石墨化炭黑固相萃取柱在上中性氧化铝固相萃取柱在下连接安装(按标准预洗),将上述旋转蒸发后的正己烷样液全部通过固相萃取柱,再用 5 mL 正己烷洗涤浓缩瓶,重复上述步骤,最后用 5 mL 正己烷充分淋洗固相萃取柱。弃去石墨化炭黑固相萃取柱,使用 3 mL 洗脱液洗脱中性氧化铝固相萃取柱,在收集管中收集全部洗脱液,在 40℃温度下用氮吹仪浓缩至干。最后用 1.0 mL 正己烷充分溶解残渣,供 GC-MS 测定<sup>[8]</sup>。

### 2.3 实验条件

色谱柱 1: HP-5MS(15 m×250 μm, 0.25 μm); 色谱柱 2: HP-5MS(15 m×250 μm, 0.25 μm, 美国安捷伦公司); 色谱柱温度: 60℃(保持 1 min),然后程序升温至 170℃(速率: 40℃/min),再升温至 310℃(速率: 10℃/min, 保持 3 min); 流速: 柱 1: 1.093 mL/min, 柱 2: 1.293 mL/min; 进样口温度: 280℃; 进样量: 1 μL; 进样方式: 不分流进样; 载气: 氦气, 纯度≥99.999%; 接口温度: 280℃; 离子源温度: 280℃; 电子轰击源: 70 eV; 多反应监测: 定量离子 137.0~102.0, 定性离子 247.1~227.1; 328.0~247.0。

## 3 结果与分析

### 3.1 数学模型

样品中的溴虫腈含量即为被测量,计算公式如下:

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m} \times 1000$$

式中:  $X$  为试样中溴虫腈的残留量, μg/kg;  $\rho$  为带入标准曲线中测得的样品中溴虫腈的浓度, μg/mL;  $V$  为样品最终定容体积, mL;  $m$  为样品的称样量, g;  $f$  为稀释因子。

### 3.2 大米中溴虫腈的含量测定结果

大米中溴虫腈含量测定( $n=2$ )实验结果见表 1。

表 1 溴虫腈含量测定数据(μg/kg)

序号	1	2	平均值( $\bar{X}$ )
含量/(μg/kg)	2.231	2.121	2.176

### 3.3 不确定度评定

#### 3.3.1 由质量浓度因素引入的不确定度 $u(\rho)$

##### 1) 标准品质量浓度引入的不确定度 $u_1(\rho)$

本实验中采用的溴虫腈标准溶液已知标准物质证书上给出的不确定度范围为±3%,按正态分布考虑,取包含因子  $k=2$ ,由标准品质量浓度因素引入的相对标准不确定

定度为  $u_{1rel}(\rho) = \frac{3\%}{2} = 1.5 \times 10^{-2}$ 。

2) 标准溶液质量浓度由温度变动引入的不确定度  $u_2(\rho)$

在标准溶液配制过程中, 溴虫腈以乙腈作为溶剂进行稀释定容。乙腈在 20 °C 时的膨胀系数为  $1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ <sup>[13]</sup>, 而本实验的测定温度控制在  $(20 \pm 3) \text{ } ^\circ\text{C}$  范围内, 按 B 类评定, 服从均匀分布, 取包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 区间半宽度为  $3 \text{ } ^\circ\text{C} \times 1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} = 4.11 \times 10^{-3}$ , 引入的相对标准不确定度为  $u_{2rel}(\rho) = \frac{4.11 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}} = 2.4 \times 10^{-3}$ 。

3) 校准曲线引入的不确定度  $u_3(\rho)$

该不确定度包括标准溶液配制和校准曲线拟合 2 个分量, 由于标准溶液的配制涉及到体积因素, 因此将其放在体积因素中进行评价(表 2)。将 5 个不同的标准溶液质量浓度水平连接作为标准曲线, 用最小二乘法对溴虫腈浓度 - 峰面积进行拟合  $y = kx + b$ , 得到直线方程  $y = 748.799231x - 1632.527947$  ( $y$  为峰面积,  $x$  为浓度,  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )。

表 2 标准曲线校正引入的不确定度计算表

Table 2 Uncertainty result introduced by standard curve correction

浓度 $x(\text{ng}/\text{mL})$	峰面积 $y_i$	$kx_i + b$	$[y_i - kx_i + b]^2$
10	6753	5855.5	805570.2
20	12998	13343.5	119340.3
60	43199	43295.4	9298.0
100	72299	73247.4	899453.4
200	148620	148127.3	242735.3

由以上数据  $\bar{x} = 78 \text{ ng}/\text{mL}$ ,  $\bar{y} = 56733.8$ , 峰面积  $y$  残

差的标准偏差为  $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (kx_i + b)]^2}{n-2}} = 831.944942$ , 其标

准曲线校正引入的不确定度公式为<sup>[14]</sup>:

$$u_3(\rho) = \frac{s}{k} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{X} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}, \text{ 其中 } k = 748.799231,$$

$p = 2, n = 5, \bar{X} = 21.76 \text{ ng}/\text{mL}$ , 校准曲线引入的不确定

$$\text{度 } u_3(\rho) = \frac{831.944942}{748.799231} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{5} + \frac{(21.76 - 78)^2}{19702.027}} = 0.9277, \text{ 相对标}$$

$$\text{准不确定度 } u_{3rel}(\rho) = \frac{0.9277}{21.76} = 0.043。$$

因此, 由质量浓度引入的合成相对标准不确定度

$$u_{rel}(\rho) = \sqrt{u_{1rel}^2(\rho) + u_{2rel}^2(\rho) + u_{3rel}^2(\rho)} = 4.5 \times 10^{-2}。$$

### 3.3.2 由体积因素引入的不确定度 $u(V)$

1) 计量器具校准引入的不确定度  $u_1(V)$

根据 JJG 196-2006<sup>[15]</sup>, 各计量器具均按 B 类不确定度来进行不确定度评定, 各不确定度来源和计算结果见表 3。

根据表 3 可知, 由计量器具校准引入的相对标准不确定度  $u_{1rel}(V)$  为:

$$u_{1rel}(V) = \sqrt{\frac{6u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2}{2u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + u_9^2}} = 2.2 \times 10^{-2}。$$

表 3 计量器具校准引入的不确定度

Table 3 Uncertainty result introduced by calibration of measuring instruments

计量器具	体积/mL	使用次数	最大允许误差	包含因子	相对标准不确定度
标准溶液配制					
5 mL A 级容量瓶	5.0	6	$\pm 0.020 \text{ mL}$	$\sqrt{6}$	$u_1 = 1.63 \times 10^{-3}$
1000 $\mu\text{L}$ 移液器	1.0	1	$\pm 1\%$	$\sqrt{3}$	$u_2 = 5.77 \times 10^{-3}$
1000 $\mu\text{L}$ 移液器	0.5	1	$\pm 1\%$	$\sqrt{3}$	$u_3 = 5.77 \times 10^{-3}$
300 $\mu\text{L}$ 移液器	0.3	1	$\pm 1.5\%$	$\sqrt{3}$	$u_4 = 8.66 \times 10^{-3}$
200 $\mu\text{L}$ 移液器	0.2	1	$\pm 1.5\%$	$\sqrt{3}$	$u_5 = 8.66 \times 10^{-3}$
200 $\mu\text{L}$ 移液器	0.1	2	$\pm 2.0\%$	$\sqrt{3}$	$u_6 = 1.15 \times 10^{-2}$
样品提取、净化					
100 mL A 级容量瓶	100	1	$\pm 0.10 \text{ mL}$	$\sqrt{6}$	$u_7 = 4.08 \times 10^{-4}$
50 mL 单标线吸量管	50	1	$\pm 0.05 \text{ mL}$	$\sqrt{3}$	$u_8 = 5.77 \times 10^{-4}$
待测液复溶					
1 mL 单标线吸量管	1.0	1	$\pm 0.007 \text{ mL}$	$\sqrt{3}$	$u_9 = 4.04 \times 10^{-3}$

2) 温度变化对体积的影响而引入的不确定度  $u_2(V)$

硼硅玻璃在 20 °C 时的体积膨胀系数  $\alpha$  为  $1.0 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 正己烷和乙腈在 20 °C 时  $\alpha$  为  $1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 可得出, 在此温度下, 主要考虑液体体积的膨胀。以正己烷定容标准溶液和复溶待测液, 体积膨胀系数  $\alpha_1$  取  $1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 样品提取、净化试剂为乙腈, 体积膨胀系数  $\alpha_2$  取  $1.37 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。按 B 类评定方法进行评定, 分析其属于均匀分布, 取包含因子  $k_2(V) = \sqrt{3}$ , 实验室的温度控制在  $(20 \pm 3) \text{ } ^\circ\text{C}$  之间, 区间半宽度为  $a_2(V) = \alpha \times 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ , 由此引入的相对标准不确定度为:  $u = \frac{V \times a_2(V)}{\sqrt{3} \times V} = \sqrt{3} \times \alpha$ , 各过程相对标准不确定度见表 4。

根据表 4 可知, 由温度变化对体积影响而引入的相对标准不确定度  $u_{2rel}(V)$  为:

$$u_{2rel}(V) = \sqrt{\frac{6u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2}{+2u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + u_9^2}} = 9.2 \times 10^{-3}。$$

3) 由体积因素引入的相对标准不确定度  $u_{rel}(V)$  的合成

由体积因素引入的 2 个不确定度分量  $u_{1rel}(V)$ 、 $u_{2rel}(V)$  相互独立, 其合成不确定度为  $u_{rel}(V) = \sqrt{u_{1rel}^2(V) + u_{2rel}^2(V)} = 2.4 \times 10^{-2}$ 。

3.3.3 由质量因素引入的不确定度  $u(m)$

1) 电子天平校准引入的不确定度  $u_1(m)$

属 B 类不确定度, 实验使用赛多利斯 BSA224S 电子天平, 其校准的最大允许误差为  $\pm 0.1 \text{ mg}$ , 按均匀分布, 包

含因子  $k_1(m) = \sqrt{3}$ , 区间半宽度  $a_1(m) = 0.1 \text{ mg}$ , 其不确定度为  $u_1(m) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 5.8 \times 10^{-2} \text{ mg}$ , 本实验中样品的称样量为

20 g, 称量过程中产生的相对标准不确定度为

$$u_{1rel}(m) = \frac{5.8 \times 10^{-2}}{20 \times 10^3} = 2.9 \times 10^{-6}。$$

2) 电子天平分辨力引入的不确定度  $u_2(m)$

赛多利斯 BSA224S 电子天平的分辨力为 0.1 mg, 引入的不确定度按 B 类评定, 服从均匀分布, 包含因子  $k_2(m) = \sqrt{3}$ , 区间半宽度  $a_2(m) = 0.05 \text{ mg}$ , 其不确定度为

$$u_2(m) = \frac{\sqrt{2} \times 0.05}{\sqrt{3}} = 4.1 \times 10^{-2} \text{ mg}, \text{ 称量过程中产生的相对}$$

$$\text{标准不确定度为 } u_{2rel}(m) = \frac{4.1 \times 10^{-2}}{20 \times 10^{-3}} = 2.1 \times 10^{-6}。$$

3) 实验质量  $m$  称量引入的不确定度  $u(m)$  的合成

由试样质量  $m$  引入的 2 个不确定度  $u_{1rel}(m)$ 、 $u_{2rel}(m)$  相互独立, 其合成相对标准不确定度  $u_{rel}(m)$  为:

$$u_{rel}(m) = \sqrt{u_{1rel}^2(m) + u_{2rel}^2(m)} = 3.6 \times 10^{-6}。$$

3.3.4 含量测定重复性引入的不确定度  $u(f)$

表 5 是 5 次重复测定的检测结果,

$$S(X') = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}')^2}{n-1}} = 0.0991 \text{ } \mu\text{g/kg}, \text{ 溴虫脲含量的报告}$$

值由 2 次平行实验结果得到,  $\bar{X} = 2.176 \text{ } \mu\text{g/kg}$ , 所以由含量测定重复性引入的相对标准不确定度为

$$u_{rel}(f) = \frac{S(X')}{\sqrt{2}\bar{X}} = 3.2 \times 10^{-2}。$$

表 4 温度变化对体积的影响而引入的不确定度

Table 4 Uncertainty introduced by the effect of temperature changes on volume

计量器具	体积/mL	使用次数	体积膨胀系数	相对标准不确定度
标准溶液配制				
5 mL A 级容量瓶	5.0	6	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_1 = 2.37 \times 10^{-3}$
1000 $\mu\text{L}$ 移液器	1.0	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_2 = 2.37 \times 10^{-3}$
1000 $\mu\text{L}$ 移液器	0.5	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_3 = 2.37 \times 10^{-3}$
300 $\mu\text{L}$ 移液器	0.3	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_4 = 2.37 \times 10^{-3}$
200 $\mu\text{L}$ 移液器	0.2	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_5 = 2.37 \times 10^{-2}$
200 $\mu\text{L}$ 移液器	0.1	2	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_6 = 2.37 \times 10^{-3}$
样品提取、净化				
100 mL A 级容量瓶	100	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_7 = 2.37 \times 10^{-3}$
50 mL 单标线吸量管	50	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_8 = 2.37 \times 10^{-3}$
待测液复溶				
1 mL 单标线吸量管	1.0	1	$1.37 \times 10^{-3}$	$u_9 = 2.37 \times 10^{-3}$

表5 重复测定检测结果  
Table 5 Repeated test results

样品号	1	2	3	4	5	6	$\bar{X}$
含量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.23	2.12	1.94	2.01	2.05	2.08	2.07

### 3.3.5 合成标准不确定度计算

各不确定分量相对独立, 因此相对合成标准不确定

度:  $u_{Crel}(X) = \sqrt{u_{rel}^2(\rho) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(f)} = 6.0 \times 10^{-2}$ ,  
合成标准不确定度为  $u_C(X) = u_{Crel}(X) \times X = 0.13 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 3.3.6 扩展不确定度计算及测定结果的表示

假设测量结果符合正态分布, 在置信概率为 95%时, 选择包含因子  $k=2$ , 则扩展不确定度为:  $U = k \times u_C(X) = 2 \times 0.13 = 0.26 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。所以 GC-MS 测定样品大米中溴虫脲的含量的结果表示为  $(2.18 \pm 0.26) \mu\text{g}/\text{kg}$ ,  $k=2$ , 包含概率为 95%。

## 4 结论

本研究对大米中溴虫脲的测定不确定度评估结果表明: 标准曲线拟合, 是测量中的不确定度的主要来源, 所以在标准溶液的配制过程中, 要合理制定标准曲线线性范围、规范实验操作、做好标准物质期间核查、确保实验仪器状态来减小不确定度; 其次是测量重复性的影响, 所以在样品的前处理过程中需要更加规范的实验操作来减小实验重复性引起的不确定度, 并适当增加重复性次数, 从而保证实验结果的可靠性。

### 参考文献

- [1] Richard MO, Raphael N, Rebecca J, *et al.* The activity of the pyrrole insecticide chlorfenapyr in mosquito bioassay: towards a more rational testing and screening of non-neurotoxic insecticides for malaria vector control [J]. *Malaria J*, 2015, 14: 124.
- [2] 孙国强, 陆贻通. 溴虫脲农药的作用机理、应用及开发前景 [J]. *安徽农学通报*, 2007, 1(7): 69-71.  
Sun GQ, Lu YT. Mechanism, application and development future of chlorfenapyr [J]. *Anhui Agric Sci Bull*, 2007, 1(7): 69-71.
- [3] Black BC, Hollingworth RM, Ahammadsahib KI, *et al.* Insecticidal action and mitochondrial uncoupling activity of AC-303,630 and related halogenated pyrroles [J]. *Pestic Biochem Phys*, 1994, 5(2): 115-128.
- [4] 张海娜, 欧宗和, 杨利锐. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定塑胶中镉、铅、汞、铬含量的不确定度 [J]. *化学分析计量*, 2007, 16(6): 7-10.  
Zhang HN, Ou ZH, Yang LR. Evaluation of the uncertainty for determination of heavy metals in plastic by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. *Chem Anal Meter*, 2007, 16(6): 7-10.
- [5] 颜春荣, 徐春祥, 武中平, 等. 气质联用法测定含乳饮料中的邻苯二甲酸酯及其不确定度分析 [J]. *乳液科学与技术*, 2012, 35(1): 36-39.  
Yan CR, Xu CX, Wu ZP, *et al.* GC-MS determination and uncertainty analysis of phthalate acid esters in milk-containing beverages [J]. *J Dairy Sci Technol*, 2012, 35(1): 36-39.
- [6] Boyack BE, Catton I, Duffey RB, *et al.* Quantifying reactor safety margins part 1: An overview of the code scaling, applicability, and uncertainty evaluation methodology [J]. *Nucl Eng Des*, 1990, 119(1): 1-15.

- [7] 赖添财, 蔡恩兴. GC-MS 内标法测定苹果中哒螨灵残留量不确定度的评定 [J]. *山西农业科学*, 2013, 41(9): 959-962.  
Lai TC, Cai EX. Uncertainty evaluation of the pyridaben residues in apples by correction factors of internal standard method in GC-MS [J]. *J Shangxi Agr Sci*, 2013, 41(9): 959-962.
- [8] SN/T 1986-2007 进出口食品中溴虫脲残留量检测方法[S].  
SN/T 1986-2007 Determination of chlorfenapyr residues in food for import and export [S].
- [9] 中国实验室国家认可委员会. 实验室认可与管理基础知识[M]. 北京: 中国计量出版社, 2003.  
China national accreditation board for laboratories. Basic knowledge of laboratory accreditation and management [M]. Beijing: Chinese Metrology Press, 2003.
- [10] 欧舒颖, 蔡恩兴, 林旭梅, 等. 气质联用测定甘蓝中氟虫脲残留的不确定度评定 [J]. *福建农业科技*, 2014, 6: 1-4.  
Ou SY, Cai EX, Lin XM, *et al.* Uncertainty evaluation on fipronil residue in cabbage by joint detection with gas chromatograph-mass spectrometer [J]. *Fujian Agric Technol*, 2014, 6: 1-4.
- [11] 王吉祥, 张学忠, 王亚琴, 等. 气相色谱法和气相色谱-质谱法测定茶叶中联苯菊酯的不确定度评定 [J]. *食品科学*, 2014, 35(12): 200-203  
Wang JX, Zhang XZ, Wang YQ, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of bifenthrin in tea by gas chromatograph and gas chromatograph-mass spectrometer [J]. *Food Sci*, 2014, 35(12): 200-203.
- [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] 邵亮亮, 赵美凤, 宁晖, 等. 高效液相色谱法测定小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量的不确定度评定 [J]. *食品科学*, 2016, 37(12): 232-237.  
Shao LL, Zhao MF, Ning H, *et al.* Uncertainty evaluation for determining deoxynivalenol in wheat by high performance liquid chromatography [J]. *Food Sci*, 2016, 37(12): 232-237.
- [14] CNAS-GL 06 化学分析中不确定度的评估指南[S].  
CNAS-GL 06 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [15] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].  
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑: 武英华)

### 作者简介



管彬彬, 博士研究生, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: guanbinbinde@126.com



陈彬, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: 839813138@qq.com