

QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中 氯唑磷含量的不确定度评定

吴奕煌, 王同珍*, 柯丽群, 曹维强, 郑雪艳, 黄 静

(东莞市中鼎检测技术有限公司, 东莞 523000)

摘 要: **目的** 评定 QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷残留方法的不确定度。**方法** 以糙米为例, 对 QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷残留的不确定度进行评定, 包含标准溶液配制、样品称量、测量精密度(重复性)、测量准确性(回收率)等引入的不确定度。**结果** 糙米中氯唑磷的含量为 0.0890 mg/kg 时, 测定结果的扩展不确定度为 0.00829 mg/kg, $k=2$ 。**结论** 测量结果的不确定度主要来源为标准系列溶液的配制, 在实际检测工作中, 可通过增大移取标液体积和增大定容体积, 提高检测质量。

关键词: 氯唑磷; 气相色谱-质谱法; 不确定度; 糙米

Uncertainty evaluation for determination of isazofos residues in brown rice by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry

WU Yi-Huang, WANG Tong-Zhen*, KE Li-Qun, CAO Wei-Qiang,
ZHENG Xue-Yan, HUANG Jing

(Consumer Testing Technology Co., Ltd, Dongguan 523000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination of isazofos residues in brown rice by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry. **Methods** In the case of brown rice, the uncertainty of the determination of isazofos residues by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry was evaluated, including the uncertainty of the standard solution preparation, uncertainty introduced in the measurement repeatability, uncertainty of the introduction of measurement recovery, and uncertainty introduced in sample weighing. **Results** When the content of isazofos in brown rice was 0.0890 mg/kg, the extended uncertainty was 0.00829 mg/kg with $k=2$. **Conclusion** The main source of uncertainty in measurement results is the preparation of standard series of solutions. Therefore, in the actual testing work, the detection quality can be improved by increasing the volume of the standard solution and the constant volume.

KEY WORDS: isozofos; gas chromatography-mass spectrometry; uncertainty; brown rice

1 引 言

氯唑磷, 有机磷杀虫剂, 有触杀、胃毒和内吸作用。用于玉米、水稻、草皮、蔬菜和棉花上, 主要防治长蜡象、

南瓜十二星叶甲、线虫、种蝇等害虫^[1]。GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定氯唑磷在谷物中最大残留限量为 0.05 mg/kg^[2]。国家食品药品监督管理总局公布的 2018 年食品安全监督抽检信息的公告、

*通讯作者: 王同珍, 硕士, 主要研究方向为食品安全检测与分析。E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com

*Corresponding author: WANG Tong-Zhen, Master, Consumer Testing Technology Co., Ltd, Dongguan 523000, China. E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com

通告中, 氯唑磷的不合格率较高^[3-6]。

本研究参考 CNAS-GL06-2019^[7]、GB 23200.33-2016《食品安全国家标准食品中解草啞、莎稗磷、二丙烯草胺等 110 种农药残留量的测定气相色谱-质谱法》^[8]和 BS EN 15662: 2018^[9]检测氯唑磷, 并进行不确定度评定^[10-17], 以期对糙米中氯唑磷的检测方法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 材料与试剂

糙米, 东莞市商场购买。

氯唑磷[(1000±2.5) µg/mL, 农业部环境保护科研监测所]; 丙酮、乙腈(色谱纯, 美国 Fisher Science 公司); 无水硫酸镁、柠檬酸氢二钠、N-丙基乙二胺(N-propylethylenediamine, PSA)、C₁₈(分析纯, 上海安谱实验科技股份有限公司); 氯化钠、柠檬酸钠(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

2.2 仪器与设备

6890N 气相色谱、5977 质谱联用仪(美国安捷伦公司); Lab dancer S25 涡旋混合器(德国 IKA 公司); BSA224S 电子天平(德国 Sartorius 公司); GTR16-2 高速冷冻离心机(北京时代北利离心机有限公司); DC-24 氮吹仪(上海安谱实验科技股份有限公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 标准工作溶液

标准储备液: 移取 900 µL 氯唑磷标准溶液, 用丙酮定容至 5 mL, 配制成 180 µg/mL 的标准储备液。

标准中间液: 移取 278 µL 标准储备液, 用丙酮定容至 10 mL, 配制成 5 µg/mL 的标准中间液。

标准工作溶液: 分别移取适量的标准中间液, 用丙酮定容, 配制成浓度为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 µg/mL 的标准工作溶液。

2.3.2 样品前处理

参照 GB 23200.33-2016《食品安全国家标准 食品中解草啞、莎稗磷、二丙烯草胺等 110 种农药残留量的测定气相色谱-质谱法》和 BS EN 15662: 2018, 准确称取 5 g 样品于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈、4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、1 g 柠檬酸钠, 充分摇匀后, 6500 r/min, 离心 3 min, 取上清液 10 mL 至另一 50 mL 离心管, 加入 1800 mg 无水硫酸镁、600 mg PSA、300 mg C₁₈, 充分摇匀后, 6500 r/min, 离心 3min, 取上清液 5 mL, 氮吹至近干, 用丙酮定容至 1 mL, 过 0.22 µm 有机滤膜, 供气相色谱-质谱仪(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)测定。

2.3.3 仪器条件

(1) 色谱条件

升温程序: 初始温度 90 °C, 保持 0 min, 30 °C/min 升至 180 °C, 保持 0 min, 再以 10 °C/min 升至 220 °C, 保持 0 min, 再以 30 °C/min 升至 280 °C, 保持 1 min。载气流速: 2 mL/min; 进样量: 1 µL。

(2) 质谱条件

离子源: 电子轰击源(electron impact, EI 源); 离子源温度: 230 °C; 数据采集方式: 选择离子监测(selected ion monitoring, SIM)模式, 质谱条件如表 1 所示。

表 1 氯唑磷主要质谱参数

Table 1 Main mass spectrometric parameters of detecting isozofos

中文名称	英文名称	定量离子(<i>m/z</i>)	定性离子(<i>m/z</i>)
氯唑磷	isozofos	161	257、285

2.4 数学模型的建立

被测组分残留量计算公式见公式(1):

$$X=(C\times V)/m \tag{1}$$

式中: *X*: 糙米中氯唑磷的残留量, mg/kg;

C: 从标准工作曲线中得到氯唑磷的浓度, µg/mL;

V: 糙米样品溶液的定容体积, mL;

m: 糙米样品溶液所代表糙米的质量, g。

3 结果与分析

3.1 不确定度来源的分析

结合数学模型, QuEChERS 气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷残留的不确定度分量来源如图 1 所示。

3.2 由 *C* 引入的相对标准不确定度分量 *u_{rel}(C)*

3.2.1 标准工作曲线拟合产生的相对标准不确定度 *u_{rel}(C-1)*

分别移取适量的标准中间液, 用丙酮定容, 配制成浓度为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 µg/mL 的标准工作液, 用 GC-MS 测定, 平行测定 2 次, 测得数据如表 2 所示。以氯唑磷溶液浓度(µg/mL)为 *X* 轴, 以氯唑磷的峰面积为 *Y* 轴, 得到氯唑磷曲线方程为 *Y*=18296*X*-104.71, 线性相关系数 *r*²=0.9996。

根据贝塞尔公式, 标准曲线的拟合标准偏差为:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_j - (bx_i + a)]^2}{n-2}} \tag{2}$$

式中: *S_R*: 氯唑磷标准曲线拟合的标准偏差;

y_j: 氯唑磷标准溶液的峰面积;

x_i: 氯唑磷溶液的浓度, µg/mL;

n: 氯唑磷标准溶液测试总次数(不包括空白点)。

b: 氯唑磷线性方程的斜率。

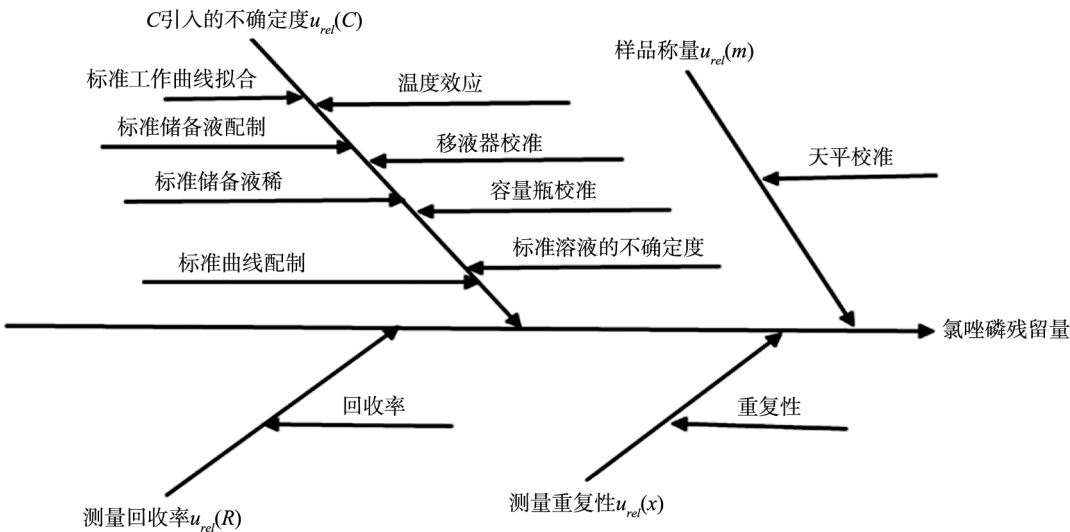


图 1 氯唑磷测量的不确定度来源
Fig.1 Source of uncertainty for isazofos measurement

表 2 标准曲线数据及处理
Table 2 Standard curve data and processing

氯唑磷	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	峰面积 1	峰面积 2	平均值
1	0.01	150	149	149.5
2	0.02	374	376	375
3	0.05	920	925	922.5
4	0.10	1518	1517	1517.5
5	0.20	3377	3381	3379
6	0.50	9126	9114	9120
7	1.00	18179	18222	18200.5

将表 2 中氯唑磷浓度和对应峰面积的数据代入式(2), 计算得氯唑磷 $S_R=135.98$ 。

标准曲线拟合引入的标准不确定度为:

$$u(C-1)=\frac{S_R}{b}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(x-\bar{x}_i)^2}{\sum_{i=1}^n(x_i-\bar{x}_i)^2}} \quad (3)$$

式中: n : 氯唑磷标准溶液测试总次数(不包括空白点);

p : 糙米样品测试的次数;

$\bar{x}_i$: 氯唑磷标准溶液浓度平均值;

x : 氯唑磷样品评估报告结果值(6 次测定平均值)。

将公式(2)计算得出的 S_R 以及其他数据代入上述公式(3), 计算氯唑磷的标准不确定度 $u(C-1)=0.00363$ 。相对标准不确定度氯唑磷 $u_{rel}(C-1)=0.01452$ 。

3.2.2 由标准储备液配制引入的不确定度 $u_{rel}(C-2)$

移取 900 μL 氯唑磷标准溶液, 用丙酮定容至 5 mL, 得到浓度为 180 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。

标准溶液引入的不确定度: 根据标准物质证书提供的信息, 氯唑磷扩展不确定度为 2.5 $\mu\text{g/mL}$, 氯唑磷相对标准不确定度 $u_{rel}(p)=\frac{2.5}{2 \times 1000}=0.00125$ 。

标准溶液移取引入的不确定度: 实验所使用 1 mL 移液器最大允许误差为 ± 0.01 mL, 假设矩形分布, 移取氯唑磷标准溶液带来的不确定度分量和相对标准不确定度分别为: $u(m_1)=0.01/\sqrt{3}=0.00577$ mL, $u_{rel}(m_1)=u(m_1)/m_1=0.00577/0.9=0.006411$ 。

氯唑磷储备液容量瓶定容引入的不确定度分量: 依据 JJG 196-2006《常用玻璃容器》^[18] 检定规程, 当温度 20 $^{\circ}\text{C}$ 时, 5 mL 的 A 级容量瓶, 容量允差为 ± 0.020 mL, 按照三角形分布, 标准不确定度分量 $u(V_1)=0.02/\sqrt{6}=0.00817$ mL。

假定实验室温度变化为 ± 5 $^{\circ}\text{C}$, 丙酮的体积膨胀系数为 $1.49 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$, 按照矩形分布, 温度变化带来的标准不确定度为: $u(T)=5 \times 1.49 \times 10^{-3} \times 5/\sqrt{3}=0.0215$ mL。

由 5 mL 容量瓶定容体积引入的相对标准不确定度为: $u_{rel}(V)=0.0230$ 。

综上所述, 氯唑磷储备液配制所引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(C-2)=\sqrt{u_{rel}^2(p)+u_{rel}^2(m_1)+u_{rel}^2(V)} \quad \text{其中, 氯唑磷 } u_{rel}(C-2)=0.0239。$$

3.2.3 氯唑磷储备液稀释至标准中间溶液过程产生的相对标准不确定度 $u_{rel}(C-3)$

用 1 mL 移液器准确移取 278 μL 氯唑磷储备液至 10 mL 容量瓶(A 级)中, 丙酮定容, 得到氯唑磷标准中间溶液, 浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

假定移液器为三角形分布, 温度波动为矩形分布, 移液器和温度波动所带来的不确定度分量如表 3 所示。

则由储备液稀释过程产生的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(C-3)=\sqrt{u_{rel}^2(V_{0.278, \text{丙酮}})+u_{rel}^2(V_{10, \text{丙酮}})} \\ =\sqrt{0.0153^2+0.00438^2}=0.0159。$$

3.2.4 氯唑磷标准曲线配制过程引入的相对标准不确定度分量 $u_{rel}(C-4)$

分别移取适量的标准中间液,用丙酮定容,配制浓度为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准曲线工作液。

参照 JJG 646-2006《移液器》^[19],假定移液器为三角分布,移液器引入的不确定分量如表 4 所示。

由以上所得,氯唑磷标准溶液配制过程引入的相对标准不确定度分量为: $u_{rel}(C-4)=\sqrt{u_{rel1}^2+3\times u_{rel2}^2+3u_{rel3}^2}$
=0.00403;则由 C 引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(C)=$

$\sqrt{u_{rel}^2(C-1)+u_{rel}^2(C-2)+u_{rel}^2(C-3)+u_{rel}^2(C-4)}$,由此计算出氯唑磷 $u_{rel}(C)=0.0327$ 。

3.3 糙米中氯唑磷测量精密度(重复性)引入的相对标准不确定度分量 $u_{rel}(x)$

在重复性条件下,对糙米中含有 0.1 mg/kg 的氯唑磷平行测定 6 次,结果如表 5 所示。氯唑磷的测量精密度(重复性)引入的相对标准不确定度分量为:氯唑磷 $u_{rel}(x)$ =回收率的标准偏差/ $((6)^{0.5}\times$ 添加浓度) $=0.00564$ 。

表 3 储备液稀释过程中引入的不确定度
Table 3 Uncertainties resulting from stock solution dilution

项目		溶剂为丙酮	
		1 mL 移液器	10 mL 容量瓶
刻度误差	容量允差	± 0.01	± 0.020
	计算公式	$0.01/(6)^{0.5}$	$0.020/(6)^{0.5}$
	不确定度 $u(Vv)$	0.00408	0.008165
	温度误差/ $^{\circ}\text{C}$	0.014680	0.000816
温度波动	丙酮体积膨胀系数 $\beta_{\text{丙酮}}/^{\circ}\text{C}$	± 5	± 5
	计算公式	1.49×10^{-3}	1.49×10^{-3}
	不确定度 $u(Vt)$	$\beta_{\text{丙酮}}\times 5\times 0.278/(3)^{0.5}$	$\beta_{\text{丙酮}}\times 5\times 10/(3)^{0.5}$
	相对标准不确定度 $urel(Vt)$	0.001196	0.04301
	相对合成不确定度 $urel(V)$	0.0153	0.00438

表 4 标准系列溶液配制过程引入的不确定度
Table 4 Uncertainties resulting from standard solution preparation

移液器	最大允差/mL	移取体积/mL	相对标准不确定度
200 μL 移液器 200 μL 检定点	0.0080	0.050	$u_{rel1}=0.00327$
	0.0040	0.100	$u_{rel2}=0.00163$
	0.0030	0.200	$u_{rel3}=0.00122$

表 5 糙米中氯唑磷测定结果
Table 5 Results of isozofos in brown rice

编号	氯唑磷			
	溶液浓度/ $(\mu\text{g/mL})$	添加溶度/ (mg/kg)	实测浓度/ $(\mu\text{g/mL})$	回收率/%
1	0.2197	0.1	0.0879	87.9
2	0.2245	0.1	0.0898	89.8
3	0.2248	0.1	0.0898	89.9
4	0.2230	0.1	0.0892	89.2
5	0.2270	0.1	0.0908	90.8
6	0.2191	0.1	0.0876	87.6
平均值	0.2230	0.1	0.0892	89.2
标准偏差	0.00309	/	0.00123	1.23
不确定度	0.00126	/	0.000502	0.000502
相对标准不确定度	0.00565	/	0.00564	0.00564

3.4 氯唑磷准确度(回收率)引入的相对标准不确定度分量 $u_{rel}(R)$

取糙米中氯唑磷精密度试验中测量回收率结果(见 表 5), 则回收率带来的不确定度和相对标准不确定度分量为, 氯唑磷 $u_{rel}(R)$ =实测浓度的标准偏差/[(6)^{0.5}×添加浓度]=0.00564。

3.5 糙米样品称量所引入的相对标准不确定度分量 $u_{rel}(m)$

称取均匀制样的糙米样品 5.00 g, 所用的百分之一天平最大允许误差是 0.005 g, 按照均匀分布, 由百分之一天平的最大允许误差引入的样品质量的不确定度为 $u_{rel}(m)=u(m)/m=0.00295/5.00=0.00059$ 。

3.6 糙米中氯唑磷的合成相对标准不确定度

糙米中氯唑磷的相对标准不确定度分量见表 6。将数据代入公式 $u_{rel} = \sqrt{u_{rel}^2(C) + u_{rel}^2(x) + u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m)}$ 计算得出氯唑磷的不确定度如下: 氯唑磷 $u_{rel}(\rho)=0.04656$ 。

表 6 氯唑磷相对标准不确定度分量 Table 6 List of relative uncertainty components for isazofos		
不确定度	不确定度来源	氯唑磷
$u_{rel}(C)$	标准曲线拟合	0.01452
	储备液的配制	0.0239
	储备液的稀释	0.0159
$u_{rel}(x)$	标准系列溶液的配制	0.0327
$u_{rel}(R)$	测量重复性	0.00564
$u_{rel}(m)$	测量回收率	0.00564
u_{rel}	样品称量	0.00059
	合成相对不确定度	0.04656

3.7 相对扩展不确定度及结果表示

依据 CNAS-GL006 《化学分析中不确定度的评估指南》, 在 95%的置信水平下, 取包含因子 $k=2$, 糙米中氯唑磷的扩展不确定度 $U = \mu_{rel} \times \bar{X} \times 2$, 得到 QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷含量的结果, 见表 7。

表 7 不确定度评估结果 Table 7 Uncertainty evaluation for the determination	
项目	氯唑磷
合成相对不确定度	0.04656
实测值/(mg/kg)	0.0890
扩展不确定度 U /(mg/kg)	0.00829
检测结果($k=2$)/(mg/kg)	0.0890±0.00829

4 结 论

QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷残留的试验过程中, 样品称量、溶剂提取、QuEChERS 净化以及仪器分析均会引入不确定度, 本文通过对样品称量、玻璃器皿、氯唑磷储备液的配制和稀释、糙米样品重复性测试、加标回收以及标准曲线拟合等因素考虑, 发现 QuEChERS-气相色谱-质谱法测定糙米中氯唑磷含量方法中, 氯唑磷标准系列溶液的配制引入的不确定度最大。因此, 在实际检测工作中, 可通过增大移取标液体积和增大定容体积, 提高检测质量。

参考文献

[1] 李艳娟, 郭胜, 王英辉, 等. 氯唑磷的高效液相色谱分析[J]. 农药, 2006, 45(10): 683–685.
Li YJ, Guo S, Wang YH, et al. Determination of isazofos by HPLC [J]. Agrochemicals, 2006, 45(10): 683–685.
[2] GB 2763-2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2016 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
[3] 北京市食品药品监督管理局关于 2018 年食品安全监督抽检信息的公告(2018 年第 45 期)[EB/OL]. [2018-08-01]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/235226.html>.
Announcement of food safety supervision sampling from Beijing Food and Drug Administration (2018, 45) [EB/OL]. [2018-08-01]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/235226.html>.
[4] 青海省食品药品监督管理局食品安全监督抽检信息通告(2018 年第 7 号)[EB/OL]. [2018-01-26]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/225674.html>.
Notice of food safety supervision sampling from Qinghai Food and Drug Administration (2018,7) [EB/OL]. [2018-01-26]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/225674.html>.
[5] 甘肃省食品药品监督管理局关于 7 批次不合格食品抽检情况的通告(2018 年第 26 期总第 147 期)[EB/OL]. [2018-08-24]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/233961.html>.
Announcement of food safety supervision sampling from Gansu Food and Drug Administration (2018, 26 total 147) [EB/OL]. [2018-08-24]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/233961.html>.
[6] 北京市食品药品监督管理局关于 2018 年食品安全监督抽检信息的公告(2018 年第 43 期)[EB/OL]. [2018-07-24]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/235304.html>.
Announcement of food safety supervision sampling from Beijing Food and Drug Administration (2018, 43) [EB/OL]. [2018-07-24]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/235304.html>.
[7] CNAS-GL006-2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL006-2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [S].
[8] GB 23200.33-2016 食品安全国家标准 食品中解草啞、莎稗磷、二丙烯草胺等 110 种农药残留量的测定[S].
GB 23200.33-2016 National food safety standards-Determination of benoxacor, anilofos, allidochlor 110 pesticides residues in foods [S].
[9] BS EN 15662:2018. Foods of plant origin-Multimethod for the

- determination of pesticide residues using GC and LC-based analysis following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-Modular QuEChERS-method [S].
- [10] 李菊颖, 何健, 孔德洋, 等. 液相色谱串联质谱法测定大米中多菌灵残留量的不确定度分析[J]. 食品科学, 2015, 36(22): 169–172.
- Li JY, He J, Kong DY, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of carbendazim in rice by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2015, 36(22): 169–172.
- [11] 苏海雁. 气相色谱-质谱法测定柑橘中丙溴磷的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(10): 3024–3030.
- Su HY. Uncertainty evaluation for the determination of profenofos in citrus by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(10): 3024–3030.
- [12] 胡贝贞, 蔡海江, 宋伟华. 茶叶中氟虫脒等 8 种农药残留的液相色谱-串联质谱法测定及不确定度评定[J]. 色谱, 2012, 30(9): 889–895.
- Hu BZ, Cai HJ, Song WH. Determination of eight pesticide residues in tea by liquid chromatography-tandem mass spectrometry and its uncertainty evaluation [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(9): 889–895.
- [13] 王同珍, 阚广磊, 郑宇丽, 等. 同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中玉米赤霉醇含量的不确定度分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(13): 3267–3274.
- Wang TZ, Kan GL, Zheng YL, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of zearalanol in milk by isotope dilution-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(13): 3267–3274.
- [14] 徐幸, 张晓鸣, 舒平, 等. 超高效液相色谱-稳定性同位素稀释质谱法测定米线中乌洛托品的不确定度评估[J]. 食品科学, 2015, 36(16): 246–250.
- Xu X, Zhang XM, Shu P, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of urotropine in rice noodles by ultra performance liquid chromatography-stable isotope dilution mass spectrometry [J]. Food Sci, 2015, 36(16): 246–250.
- [15] 杜兵, 刘爱民, 黄业茹. 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法测定土壤样品中二恶英类化合物的等价毒性当量不确定度的评定[J]. 色谱, 2014, 32(9): 967–970.
- Du B, Liu AM, Huang YR. Uncertainty evaluation of the determination of toxic equivalent quantity of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in soil by isotope dilution high resolution gas chromatography and high resolution mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(9): 967–970.
- [16] 张燕, 徐幸, 郭启新, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中 3 种磺胺类药物残留不确定度的评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(1): 303–309.
- Zhang Y, Xu X, Guo QX, *et al.* Uncertainty evaluation of three sulfonamides residues in milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(1): 303–309.
- [17] 冯立顺, 刘洪燕. 火焰原子吸收法测定土壤中铜的测量不确定度评定[J]. 分析试验室, 2006, 25(4): 65–67.
- Feng LX, Liu HY. Evaluation of uncertainty of measurement of copper in soil by FAASS [J]. Chin J Anal, 2006, 25(4): 65–67.
- [18] JJG 196-2006 常用玻璃器具检定规程[S].
- JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [19] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].
- JJG 646-2006 Locomotive pipette [S].

(责任编辑: 武英华)

作者简介



吴奕煌, 主要研究方向为食品安全检测与分析。

E-mail: yihuang.wu@cttlab.com



王同珍, 硕士, 主要研究方向为食品安全检测与分析。

E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com