高效液相色谱法测定乳粉中维生素 K₁ 含量 不确定度评定

徐向峰, 马若影, 常建军, 宋晓东*

(内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司, 呼和浩特 011517)

摘要: 目的 评定高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定奶粉中维生素 K₁ 的测量结果的不确定度。**方法** 分析与量化高效液相色谱法测定奶粉中维生素 K₁ 的实验过程, 对标准物质、样品前处理、测量重复性及分析仪器等方面进行不确定度分析, 建立数学模型, 通过检测奶粉样品来计算测定结果的扩展不确定度。**结果** HPLC 测定奶粉中得到维生素 K₁ 含量的测定结果的扩展不确定度为 1.68 μg/100 g, 奶粉中维生素 K₁ 含量的测定结果为(65.5±1.68) μg/100 g。**结论** 在维生素 K₁ 含量测定过程中, 最小二乘法拟合曲线产生的不确定度在该法中影响最大, 即标准溶液曲线所涉及到的浓度值是影响测量不确定度的主要因素, 故在样品测定时应对其加以控制, 提高检测结果的可靠性, 增强测量结果之间的可比性。

关键词: 测量不确定度; 扩展不确定度; 维生素 K₁; 高效液相色谱仪

Evaluation of the measurement uncertainty of vitamin K₁ content in milk power by high performance liquid chromatography

XU Xiang-Feng, MA Ruo-Ying, CHANG Jian-Jun, SONG Xiao-Dong*

(Inner Mongolia Mengniu Dairy (group) Co. LTD, Hohhot 011517, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the measurement uncertainty of vitamin K₁ content in milk power by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** The process of determination of vitamin K₁ in milk powder by high performance liquid chromatography was analyzed and quantified. Uncertainty analysis of reference materials, sample preparation, measurement repeatability, and analytical instruments were conducted. A mathematical model was established and the extended uncertainty of the measurement result was calculated by detecting the milk powder sample. **Results** The expanded uncertainty of vitamin K₁ content was 1.68 μg/100 g. The content of vitamin K₁ in milk power was (65.5±1.68) μg/100 g. **Conclusions** In the process of measuring vitamin K₁ content, the uncertainty caused by the least squares fitting curve has the greatest influence in the method. That is, the concentration value involved in the standard solution curve is the main factor affecting the measurement uncertainty. Therefore, it should be controlled during sample measurement to improve the reliability of the test results and enhance the comparability between the measurement results.

KEY WORDS: measurement uncertainty; expanded uncertainty; vitamin K₁; high performance liquid chromatography

*通讯作者: 宋晓东, 硕士, 工程师, 主要研究方向为乳品检测技术和产品质量控制。E-mail: mnsxd88@163.com

*Corresponding author: SONG Xiao-Dong, Master, Engineer, Inner Mongolia Mengniu Dairy (Group) Co, Ltd, Huhhot 011517, China. E-mail: mnsxd88@163.com

1 引言

在化学分析检测中, 分析结果与真值之间往往存在着一定的误差, 由于测量误差的存在, 测量值的可信度较低, 因此, 为使测量结果更加准确可信, 需要进行不确定度评定, 不确定度是测量结果质量的指标。不确定度越小, 所测结果与被测量的真值越接近, 质量越高, 测定水平越高, 其使用价值越高; 不确定度越大, 测量结果的质量越低, 测定水平越低, 其使用价值也越低。由于不确定度的大小可以反映测量结果的可信度和可接受性, 因此, 完整的测量结果应该包括测量不确定度, 用标准偏差表示时称为标准不确定度, 用置信水准区间的半宽度表示时则称为扩展不确定^[1-4]。

维生素 K₁ 为脂溶性维生素, 是肝内合成凝血酶原的必需物质, 当缺乏时可造成凝血障碍。当血液中凝血酶原缺乏时, 血液的凝固就会出现迟缓, 这时, 补充适量的维生素 K₁ 可促使肝脏合成凝血酶原, 起到止血的作用^[5-10], 因此, 维生素 K₁ 不仅作为辅助因子参与肝脏合成凝血因子 II、VII、XII、X, 更能促进纤维蛋白原转变为纤维蛋白, 提高血浆纤维蛋白凝块的弹性, 也增加肠蠕动和分泌功能, 增加胆总管括约肌的张力, 特别是对某些类型的绞痛有明显的镇痛作用^[10-16], 因此准确测定产品中添加的维生素 K₁ 的含量结果至关重要。

目前测定维生素 K₁ 的方法有高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC), 液相色谱-串联质谱法, 气相色谱-质谱法。GB 5009.158-2016 食品中维生素 K₁ 的测定^[17]中也明确规定了婴幼儿配方食品和乳粉中对维生素 K₁ 含量的测定方法, 是高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法。但液相色谱-串联质谱法、气相色谱-质谱法检测成本较高, 不适合大批量检测工作, 对于高效液相色谱法测定维生素 K₁, 对于基质复杂的奶粉, 容易被其它物质干扰, 无法满足检测需求。

本研究依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定和表示》^[18], 对实验过程进行了不确定度评定, 对实验过程中各不确定度因素进行了分析和计算, 明确了各不确定度分量对结果的影响, 以期对检测结果的确认和改进实验操作, 提高结果的可靠性提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 试剂和仪器

2.1.1 试剂

标准物质: 维生素 K₁ 标准品(纯度>99%, 美国 Sigma 公司)。

试剂: 无水乙醇、四氢呋喃(色谱纯, 北京化工厂); 碳酸钾、正己烷、冰乙酸、氯化锌、脂肪酶、氢氧化钾、磷酸二氢钾(分析纯)、无水乙酸钠(优级纯)(国药试剂集团);

甲醇(色谱纯, 美国 Fisher 公司)。

2.1.2 仪器

U-3000 高效液相色谱仪(美国 Thermo Fisher 公司); AQ C₁₈ 反相色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)(日本资生堂公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 前处理方法

称取 2.0 g(精确到 0.0001 g)乳粉样品于 150 mL 具塞三角瓶中。加入 7 mL 的 50 °C 左右纯水, 充分摇匀溶解, 加入 5 mL 磷酸盐缓冲液, 混匀, 加入 0.2 g 脂肪酶, 混匀后置于 (37±2) °C 恒温水浴振荡器中振荡 2 h 以上, 使其充分酶解^[4]。取出酶解好的试样, 分别加入 10 mL 无水乙醇以及 1 g 碳酸钾, 混匀后加入 10 mL 正己烷和 10 mL 水, 涡旋或振荡提取 10 min, 6000 r/min 离心 5 min, 转移上清液至 100 mL 旋转蒸发瓶中, 再加入 10 mL 正己烷, 重复操作一次, 合并上清液至旋转蒸发瓶中。将上述正己烷提取液旋蒸至近干, 用氮气吹干, 加入 5 mL 甲醇, 摇匀, 0.22 μm 滤膜过滤, 滤液待进样^[5]。

2.2.2 色谱条件

参考 GB 5009.158-2016 食品中维生素 K₁ 的测定中的条件。

2.2.3 数学模型和不确定度来源

1) 数学模型

$$X = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times 100}{m \times V_2 \times 1000}$$

式中: X—试样中维生素 K₁ 的含量, μg/100 g;

ρ—由标准曲线得到的试样溶液中维生素 K₁ 的浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

V₁—提取液总体积, mL;

V₃—定容液总体积, mL;

100—将结果单位由 μg/g 换算为 μg/100 g 的换算系数;

m—试样质量, g;

V₂—分取的提取液体积(婴幼儿食品和乳品 V₁=V₂), 单位为 mL;

1000—将浓度单位由 ng/mL 换算为 μg/mL 的换算系数。

2) 不确定度的来源

①: 标准品引入的标准不确定度, u(c);

②: 样品体积引入的标准不确定度, u(v);

③: 样品质量引入的标准不确定度, u(m);

④: 标准曲线引入的标准不确定度, u(q);

⑤: 仪器引入的标准不确定度, u(s);

⑥: 样品测量重复性引入的标准不确定度, u(r);

3 结果与分析

3.1 标准品引入的标准不确定度 u(c)

3.1.1 标准溶液校正引入的不确定度 u(c0)

1) 标准工作液使用 100 mL 容量瓶定容, 其最大允许

误差为 ± 0.10 ,按三角分布,容量瓶的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(ca)=0.1/\sqrt{6}/100=4.08\times 10^{-4}$$

2) 标准工作液配制过程中使用了 1 mL 分度移液管,其最大允许误差为 ± 0.008 ,按三角分布,1 mL 分度移液管的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(cb)=0.008/\sqrt{6}/1=3.27\times 10^{-3}$$

3) 玻璃器具在 20 °C 进行校正,本实验室的温度一般为 (20 ± 5) °C,由温度波动引起的不确定度可通过估算温度范围和体积膨胀系数进行计算,液体的膨胀系数远高于玻璃的膨胀系数,所以玻璃的膨胀系数可忽略。标准工作液是用甲醇稀释配制,用 1 mL 分度移液管移取,定容到 100 mL 容量瓶中,甲醇的膨胀系数为 1.2×10^{-3} °C⁻¹,计算标准不确定度时,假设温度变化为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ 。其对应的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(cc)=10\times 5\times 1.2\times 10^{-3}/\sqrt{3}/10=3.46\times 10^{-3}$$

$$u_{rel}(cd)=100\times 5\times 1.2\times 10^{-3}/\sqrt{3}/100=3.46\times 10^{-3}$$

其标准工作液引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(c0)=\sqrt{u_{rel}(ca)^2+u_{rel}(cb)^2+u_{rel}(cc)^2+u_{rel}(cd)^2}=5.90\times 10^{-3}$$

3.1.2 标准品校正时仪器的标准不确定度 $u(c1)$

使用分光光度计校正维生素 K₁ 标准品,根据仪器的校准证书,其扩展不确定度 $U=0.5\%$,包含因子 $k=2$ 。其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(c1)=0.005/2=2.5\times 10^{-3}$$

其标准品引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(c)=\sqrt{u_{rel}(c0)^2+u_{rel}(c1)^2}=6.41\times 10^{-3}$$

3.2 样品体积引入的标准不确定度 $u(v)$

样品经旋转蒸发仪蒸干后,用甲醇溶解蒸发瓶内的样品,使用了 5 mL 分度移液管,其最大允许误差为 ± 0.025 ,按三角分布,5 mL 分度移液管的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(v1)=0.025/\sqrt{6}/5=2.04\times 10^{-3}$$

玻璃器具在 20 °C 进行校正,本实验室的温度一般为

(20 ± 5) °C,由温度波动引起的不确定度可通过估算温度范围和体积膨胀系数进行计算,液体的膨胀系数远高于玻璃的膨胀系数,所以玻璃的膨胀系数可忽略。用甲醇稀释溶解,用 5 mL 分度移液管移取,甲醇的膨胀系数为 1.2×10^{-3} °C⁻¹,计算标准不确定度时,假设温度变化为矩形分布,即 $k=\sqrt{3}$ 。其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(v2)=5\times 5\times 1.2\times 10^{-3}/\sqrt{3}/5=3.46\times 10^{-3}$$

其样品体积引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(v)=\sqrt{u_{rel}(v1)^2+u_{rel}(v2)^2}=4.02\times 10^{-3}$$

3.3 样品质量引入的标准不确定度 $u(m)$

使用万分之一天平称取 2.0000 g 样品,根据称量使用的电子天平校准证书,其扩展不确定度 $U=0.5$ mg,包含因子 $k=2$ 。其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m)=0.5/2/2/1000=1.25\times 10^{-4}$$

3.4 标准曲线引入的标准不确定度 $u(q)$

配制质量浓度分别为 0.01、0.019、0.038、0.095、0.190、0.380 μg/mL 的维生素 K₁ 标准工作曲线,每个质量浓度测量 1 次,用最小二乘法拟合标准溶液质量浓度-峰面积曲线,标准曲线数据见表 1。

$$\hat{A}=bc+a$$

式中: $\hat{A}$ —对应于校准用标准溶液浓度 c 的峰面积;

c —校准用标准溶液的浓度,μg/mL;

a —截距;

b —斜率。

由表 1 的数据计算给出斜率、截距和相关系数如下:

$$\text{斜率: } b = \frac{\sum_{i=1}^n [(c-\bar{c})(A-\bar{A})]}{\sum_{i=1}^n (c-\bar{c})^2} = 21078.9951$$

$$\text{截距: } a = \bar{A} - b\bar{c} = 2594.547 - 21078.9951 \times 0.12192 = 24.59592$$

相关系数:

表 1 最小二乘法拟合标准溶液质量浓度-峰面积曲线

Table 1 Least squares fitting standard solution mass concentration-Peak area curve

序号	$c(\mu\text{g/mL})$	A	$c-\bar{c}$	$(c-\bar{c})^2$	$A-\bar{A}$	$(A-\bar{A})^2$	$(c-\bar{c})(A-\bar{A})$	$(A-\hat{A})^2$
1	0.010	276.32	-0.11242	0.01263	-2318.2	5374174.	260.6073144	3255.03
2	0.019	441.57	-0.10292	0.01059	-2152.9	4635308.	221.5771819	476.936
3	0.038	777.89	-0.08392	0.00704	-1816.6	3300241.	152.4477719	1829.20
4	0.095	1998.9	-0.02692	0.00072	-595.65	354794.9	16.03282278	602.388
5	0.190	4026.7	0.068083	0.00463	1432.15	2051063.	97.50577278	1.91598
6	0.380	8045.9	0.28083	0.06660	5451.35	29717253	1406.903439	72.8398
$\hat{A} = 21101.4799c + 18.803009$						$r^2 = 0.99994$		
$b = 21078.9951, a = 24.5489174$								

$$R = \frac{\sum_{i=1}^n [(c - \bar{c})(A - \bar{A})]}{\sqrt{\left[\sum_{i=1}^n (c - \bar{c})^2 \right] \left[\sum_{i=1}^n (A - \bar{A})^2 \right]}}$$

$$= \frac{2155.074303}{\sqrt{0.102238 \times 45432836.14}} = 0.99993$$

由上述数据求出校准曲线为:

$$A = bc + a = 21078.9951c + 24.5959$$

对奶粉试样进行 2 次 (m=2) 平行测定, 结果如表 2 所示, 得到平均峰面积 A 和平均试样浓度 c 为:

$$A_0 = \frac{A_{01} + A_{02}}{2} = 5551.893$$

$$c_{01} = \frac{A_{01} - a}{b} = 0.261711 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

$$c_{02} = \frac{A_{02} - a}{b} = 0.262829 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

$$c_0 = \frac{c_{01} + c_{02}}{2} = 0.26227 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

由此可计算出最小二乘法-拟合校准曲线引入的溶液浓度 c 测定的标准不确定度分量 u(q):

回归的标准偏差: $s = \sqrt{\frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^n (A - \hat{A})^2} = \sqrt{\frac{1}{6-2} \times 6238.326} = 39.4915371$

$$u(q) = s(c_0) \frac{s}{b} \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(A_0 - \bar{A})^2}{b^2 \sum_{i=1}^n (c - \bar{c})^2}}$$

$$= \frac{39.4915371}{21078.9951} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{6} + \frac{(5551.893 - 2594.5)^2}{21078.9951^2 \times 0.102238}}$$

$$= 0.00174 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

式中: n=6---为数据的数目;

m=2---奶粉试样平行测量次数。

重复测定 2 次, 引起的相对标准不确定为: $urel(q) =$

$$\frac{u(q)}{c_0} = \frac{0.00174}{0.26227} = 0.663\%$$

表 2 对奶粉试样平行测量结果

平行样	峰面积	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	含量/($\mu\text{g}/100 \text{ g}$)
样 1	5540.11	0.262	65.41377
样 2	5563.67	0.263	65.69291

3.5 仪器引入的标准不确定度 u(s)

根据高效液相色谱仪仪器检定证书提供的信息, 高效液相色谱仪的相对扩展不确定度 $U=0.1\%$, 包含因子 $k=2$, 其相对标准不确定度为:

$$urel(s1) = 0.001/2 = 5 \times 10^{-4}$$

3.6 样品测量重复性引入的标准不确定度 u(r)

对同一批次乳粉试样中的维生素 K₁ 进行一系列平行测试, 以获得分析数据的总的随机变化, 表 3 为测定相同批次样品中维生素 K₁ 含量的测定结果, 乳粉样品重复测定 10 次, 结果见表 3。

表 3 重复进样 10 次的实验结果

Table 3 Experimental results of 10 times repeated injection

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值
数值/($\mu\text{g}/100\text{g}$)	65.4	65.7	66	63	64.7	64.9	63.6	64.9	63.2	60.6	64.2

通过重复测量样品进行评定, 所测结果 r 平均值的标准不确定度 $u(\bar{r})$ 采用平均值的标准偏差 $s(\bar{x})$ 表征。计算公式如下:

$$u(r) = s(\bar{x}) = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (r_i - \bar{r})^2}}{\sqrt{n}} = \frac{1.630269235}{\sqrt{10}} = 0.515536$$

其相对标准不确定度为: $urel(r) = 0.3005365/64.2 = 8.03 \times 10^{-3}$

3.7 合成相对标准不确定度

乳粉中维生素 K₁ 的相对标准不确定度来源汇总如表 4。

表 4 乳粉中 K₁ 的相对标准不确定度来源汇总

Table 4 Summary of sources of relative standard uncertainty for K₁ in milk powder

序号	来源	符号	相对标准不确定度
1	标准品	u(c)	6.41×10^{-3}
2	样品定容体积	u(v)	4.02×10^{-3}
3	样品质量	u(m)	1.25×10^{-4}
4	标准曲线	u(q)	0.00663
5	仪器	u(s)	5×10^{-4}
6	测量重复性	u(r)	8.03×10^{-3}

根据前述结果,得到高效液相色谱法测定乳粉中 K_1 的合成不确定度为:

$$u = \bar{x} \sqrt{\frac{u_{\text{rel}}(c)^2 + u_{\text{rel}}(v)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2}{u_{\text{rel}}(q)^2 + u_{\text{rel}}(s)^2 + u_{\text{rel}}(r)^2}} = 0.84 \mu\text{g}/100 \text{ g}$$

3.8 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 对应的置信水平 $p=95\%$ 时, $U = k \times uc(x) = 2 \times 0.84 = 1.68 \mu\text{g}/100 \text{ g}$

4 结论与讨论

奶粉样品中 VK_1 含量 $X=65.5 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, $U=1.68 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, (包含因子 $k=2$), 即测量不确定度的完整表达为 $X=(65.5 \pm 1.68) \mu\text{g}/100 \text{ g}$, ($k=2$), 通过分析与量化高效液相色谱法测定奶粉中维生素 K_1 的实验过程, 对标准物质、样品前处理、测量重复性及分析仪器等方面不确定度分析, 在测定过程中, 最小二乘法拟合曲线产生的不确定度在该法中影响最大, 即标准溶液曲线所涉及到的浓度值是影响测量不确定度的主要因素, 故在样品测定时应对其加以控制, 提高检测结果的可靠性, 增强测量结果之间的可比性。

参考文献

- 王晓红, 周波, 肖金. 沈阳市市售蔬菜中维生素 K_1 的含量[J]. 营养学报, 2008, 30(5): 528-529.
Wang XH, Zhou B, Xiao J. Content of vitamin K_1 in vegetables marketed in Shenyang city [J]. Acta Agro, 2008, 30(5): 528-529.
- 江秀红, 陈瑞清, 陈如登. 高效液相色谱法测定饲料中维生素 A 含量的测量不确定度评定[J]. 福建畜牧兽医, 2009, 31(3): 46-48.
Jiang XH, Chen RQ, Chen RD. Evaluation of measurement uncertainty in determination of vitamin a in feed by high performance liquid chromatography [J]. Fujian J Anim Husbandr Veter Med, 2009, 31(3): 46-48.
- 张之鑫, 宋志峰, 杨建, 等. 网袋法快速测定燕麦中不溶性膳食纤维含量的不确定度评定[J]. 中国食品添加剂, 2018, 173(7): 194-198.
Zhang ZX, Song ZF, Yang J, et al. Uncertainty evaluation of rapid determination of insoluble dietary fiber content in oats by net bag method [J]. Chin Food Addit, 2018, 173(7): 194-198.
- 邵艳, 翟立斐, 王焕新, 等. 高效液相色谱法测定乳粉中维生素 K_1 的改进[J]. 中国乳品工业, 2016, 44(11): 57-58.
Shao Y, Zhai LF, Wang HX, et al. Determination of vitamin K_1 in milk powder by high performance liquid chromatography [J]. Chin Dairy Ind, 2016, 44(11): 57-58.
- 江丽, 杭太俊, 张婷婷, 等. 柱前衍生化 HPLC 法测定复方布洛芬片中精氨酸的含量[J]. 药学进展, 2006, 32(5): 221-224.
Jiang L, Hang TJ, Zhang TT, et al. Determination of arginine in compound ibuprofen tablets by pre-column derivatization HPLC [J]. Pharm Prog, 2006, 32(5): 221-224.
- 刘占利, 朗亚琴, 陈从艳, 等. 同位素稀释超高效液相色谱-串联质谱法检测人血清中维生素 K_1 含量[J]. 临床检验杂志, 2018, 36(6): 415-417.
Liu ZL, Lang YQ, Chen CY, et al. Determination of vitamin K_1 in human serum by isotope dilution ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Clin Lab Med, 2018, 36(6): 415-417.
- 徐琳, 苏筱渲, 吴娜. 维生素 C 含量测量不确定度的评定[J]. 河南科技, 2011, (11): 67-68.
Xu L, Su YX, Wu N. Evaluation of uncertainty in measurement of vitamin C content [J]. Henan Sci Technol, 2011, (11): 67-68.
- 张宏宏, 纪宏, 刘朋宇, 等. 气相色谱法测定果糕中甜蜜素含量的不确定度评定[J]. 中国食品添加剂, 2018, (5): 173-176.
Zhang HH, Ji H, Liu PY, et al. Uncertainty evaluation of determination of sodium cyclamate in fruit cake by gas chromatography [J]. China Food Addit, 2018, (5): 173-176.
- 章顺增. 测量不确定度[J]. 川化, 1998, (1): 24.
Zhang SZ. Measurement uncertainty [J]. Chuan Chem, 1998, (1): 24.
- 罗卓雅. 食品药品检测测量不确定度评定实例[M]. 北京: 中国质检出版社, 2015.
Luo ZY. Example of uncertainty evaluation of food and drug testing and measurement [M]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2015.
- 昞向君, 陈世山, 刘心同. 食品安全检测实验室测量不确定度的评定与应用[M]. 青岛: 青岛大学出版社, 2007.
Ze XJ, Chen SS, Liu XT. Evaluation and application of measurement uncertainty in food safety testing laboratory [M]. Qingdao: Qingdao University Press, 2007.
- 吴小松, 刘沐雨, 曹玉发, 等. HPLC 法测定婴儿配方奶粉中维生素 A 含量的不确定度评定[J]. 食品工业科技, 2013, 34(9): 309-311.
Wu XS, Liu MY, Cao YF, et al. Uncertainty evaluation of determination of vitamin A in infant formula by HPLC [J]. Sci Technol Food Ind, 2013, 34(9): 309-311.
- 郑艳青, 刘向国, 冯德民, 等. 维 C 银翘颗粒中维生素 C 含量的测量不确定度分析[J]. 中国药业, 2013, 22(18): 58-59.
Zheng YQ, Liu XG, Feng DM, et al. Uncertainty analysis of vitamin C content in Wei C Yinqiao granules [J]. Chin Pharm, 2013, 22(18): 58-59.
- 黄挺, 张伟, 刘军, 等. 高效液相色谱法-同位素稀释质谱联用法对奶粉中维生素 A 含量的检测[C]// 全国有机质谱学术会议, 2008.
Huang T, Zhang W, Liu J, et al. Determination of vitamin A in milk powder by high performance liquid chromatography-isotope dilution mass spectrometry [C]// National Conference on Organic Mass Spectrometry, 2008.
- 郭金喜, 菅丽君, 王霞. 婴幼儿配方乳粉中维生素 B_{12} 的测量不确定度评定[J]. 中国食品工业, 2016, (10): 66-67.
Guo JX, Guan LJ, Wang X. Evaluation of uncertainty in measurement of vitamin B_{12} in infant formula milk powder [J]. Chin Food Ind, 2016, (10): 66-67.

- [16] 祝海珍. HPLC法测定动物肝脏中维生素 A 含量的不确定度评定[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(7): 160-165.
Zhu HZ. Evaluation of uncertainty in determination of vitamin A in animal liver by HPLC [J]. Food Res Dev, 2018, 39(7): 160-165.
- [17] GB 5009.158-2016 食品中维生素 K₁ 的测定[S].
GB 5009.158-2016 Determination of vitamin K₁ in food [S].
- [18] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定和表示[S].
JJF 1059.1-2012 Measurement uncertainty assessment and representation [S].

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介

徐向峰, 工程师, 主要研究方向食品检测技术和产品质量控制。

E-mail: xuxiangfeng@mengniu.cn

宋晓东, 硕士, 工程师, 主要研究方向为乳品检测技术和产品质量控制。

E-mail: mnsxd88@163.com