

分光光度法测定乳粉中亚硝酸盐含量的 不确定度评定

宋 鸽, 何 娇, 李慧娟*, 张俊龙, 刘海旭, 李晓波, 陈海燕

(蒙牛乳业(沈阳)有限责任公司 中粮蒙牛东北区域检测中心, 沈阳 110122)

摘 要: **目的** 研究分光光度法测定乳粉中亚硝酸盐的不确定度评定。**方法** 以乳粉为例, 参考 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 对 GB 5009.33-2016《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》第二法分光光度法测定亚硝酸盐的不确定度进行评定。**结果** 乳粉中亚硝酸盐的含量为 1.0 mg/kg 时, 测定结果的合成标准不确定度为 0.042 mg/kg, 取 $k=2$, 扩展不确定度为 0.084 mg/kg, 其结果可表示为 (1.0 ± 0.1) mg/kg。**结论** 测量结果的不确定度主要是标准曲线拟合、标准工作液配制、试样检测重复性和测定用样液体积。前两者引入的不确定度分量贡献较大。

关键词: 乳粉; 亚硝酸盐; 不确定度; 分光光度法

Evaluation of uncertainty in the determination of nitrite content in milk powder by spectrophotometry

SONG Ge, HE Jiao, LI Hui-Juan*, ZHANG Jun-Long, LIU Hai-Xu, LI Xiao-Bo, CHEN Hai-Yan

(Mengniu Dairy Industry (Shenyang) Co. Ltd. COFCO Mengniu Northeast Regional Testing Center, Shenyang 110122, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of nitrite content in milk powder by spectrophotometry. **Methods** Taking milk powder as an example, refer to JJF 1059.1-2012 *Measurement and expression of measurement uncertainty*, the uncertainty of the second method spectrophotometric determination of GB 5009.33-2016 *Determination of nitrite and nitrate in foods of national food safety standards* was assessed. **Results** When the content of nitrite in milk powder was 1.0 mg/kg, the synthetic standard uncertainty of the determination result was 0.042 mg/kg ($k=2$), and the expansion uncertainty was 0.084 mg/kg. The result can be expressed as (1.0 ± 0.1) mg/kg. **Conclusion** The uncertainties of the measurement results are mainly the standard curve fitting, standard working solution preparation, sample detection repeatability and measurement sample volume. The uncertainty components introduced by the former two factors contribute a lot.

KEY WORDS: milk powder; nitrite; uncertainty; spectrophotometry

1 引 言

测量不确定度的定义是“与测量结果相关联的参数,

表征合理的赋予被测量值的量值分散程度”, 重点在于分析人员相信能合理赋予被测量的值得范围, 测量不确定度一词没有对测量的有效性怀疑的意思, 而是表明对测量结

*通讯作者: 李慧娟, 工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: lihuijuan@mengniu.cn

*Corresponding author: LI Hui-Juan, Engineer, Inner Mongolia Mengniu Dairy (Group) CO., LTD. COFCO Mengniu Northeast Regional Testing Center, No.121, Shenbei Road, Shenbei New district, Shenyang 110122, China. E-mail: lihuijuan@mengniu.cn

果有效性的信心的增加^[1]。现在国内实验室评定不确定度的方法有很多, JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、GB/T 27418-2017《测量不确定度评定和表示》、CNAS-CL01-G003: 2019《测量不确定度的要求》、CNAS-GL006: 2019《化学分析中不确定度的评估指南》、JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》、GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》、GB/Z 22553-2010《利用重复性、再现性和正确度的估计值评估测量不确定度的指南》、GB/T 27419-2018《测量不确定度评定和表示 补充文件 1: 基于蒙特卡洛方法的分布传播》、RB/T 151-2016《食品微生物定量检测的测量不确定度评估指南》^[2-9]等。然而以上实验室评定不确定度存在一些不足, 如一些实验室未掌握评定不确定度的方法, 或因人员经验不足, 考虑测量不确定度的来源不全面, 参考依据没有重点等^[10,11]。

GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中对蔬菜及其制品、乳及乳制品、饮料类、特殊膳食食用食品中的亚硝酸盐限量均有明确规定, 其中乳粉亚硝酸盐(以 NaNO_2 计)限量标准为 2.0 mg/kg ^[12]。近年来国家对乳制品, 尤其是婴幼儿乳制品质量管控极其严格。

本研究以乳粉为例, 依据 GB 5009.33-2016《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》^[13]中第二法分光光度法, 建立测定食品中亚硝酸盐的不确定度评定方法, 以期今后更准确地测定乳粉中亚硝酸盐含量提供技术参考。

2 材料与方法

2.1 仪器、试剂与耗材

2.1.1 仪器

XSE204 电子天平(梅特勒-托利多(上海)有限公司); U-3900 紫外-可见分光光度计(日本 Hitachi 公司); TW20 恒温水箱(优莱博技术(北京)有限公司)。

2.1.2 试剂

乳粉样品, 市场随机购买。

亚铁氰化钾、乙酸锌、硼酸钠、对氨基苯磺酸、盐酸萘乙二胺(分析纯, 天津市福晨化学试剂厂)。

2.1.3 标准溶液

亚硝酸盐根离子标准溶液 998 mg/L (德国默克集团)。

2.2 测定方法及步骤

2.2.1 试液制备

按照 GB 5009.33-2016^[13]第二法操作, 称取试样 10 g , 置于 150 mL 具塞锥形瓶中, 加 12.5 mL 饱和硼砂溶液, 加入 70°C 左右的水约 150 mL , 混匀, 于沸水浴中加热 15 min , 取出置冷水浴中冷却, 并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化

钾溶液, 摇匀, 再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液, 以沉淀蛋白质。加水至刻度, 摇匀, 放置 30 min , 除去上层脂肪, 上清液用滤纸过滤, 弃去初滤液 30 mL , 滤液备用。

2.2.2 亚硝酸盐含量的测定

吸取 40.0 mL 上述滤液于 50 mL 带塞比色管中, 另吸取 0.00 、 0.05 、 0.10 、 0.15 、 0.20 、 0.40 、 0.60 、 0.80 、 1.00 、 1.50 、 2.00 、 2.50 mL 亚硝酸根标准使用液(相当于 0.0 、 0.25 、 0.5 、 0.75 、 1.0 、 2.0 、 3.0 、 4.0 、 5.0 、 7.5 、 10.0 、 $12.5 \mu\text{gNO}_3^-$), 分别置于 50 mL 带塞比色管中。于标准管与试样管中分别加入 2 mL 4 g/L 对氨基苯磺酸溶液, 混匀, 静置 $3\sim 5 \text{ min}$ 后各加入 1 mL 2 g/L 盐酸萘乙二胺溶液, 加水至刻度, 混匀, 静置 15 min , 用 1 cm 比色杯, 以零管调节零点, 于波长 538 nm 处测吸光度, 绘制标准曲线比较。同时做试剂空白。

3 结果与分析

3.1 数学模型建立

$$X = \frac{m_1 \times 1000}{m \times \frac{V_1}{V_0} \times 1000}$$

式中:

X —试样中亚硝酸钠的含量/(mg/kg);

m_1 —测定用样液中亚硝酸钠的质量/ μg ;

1000 —转换系数;

m —试样质量/ g ;

V_1 —测定用样液体积/ mL ;

V_0 —试样处理液总体积/ mL 。

3.2 不确定度的来源分析

3.2.1 分光光度法测定亚硝酸盐不确定度来源

结合数学模型, 分光光度法测定亚硝酸盐不确定度来源有以下 7 个部分

- (1) 总重复性 $u_A(x)$;
- (2) 称量质量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)$;
- (3) 紫外可见分光光度计引入的相对标准不确定度 $u_r(nm)$;
- (4) 亚硝酸根标准溶液浓度引入的相对标准不确定度 $u_r(c)$;
- (5) 试样处理液总体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V_0)$;
- (6) 测定用样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V_1)$;
- (7) 测定用样液中亚硝酸钠的质量 $u_r(C_0)$ 。

3.2.2 使用的标准物质、计量器具、主要仪器设备的相关参数

- (1) 万分之一电子天平, $0\sim 220 \text{ g}$, 精度 0.1 mg , 最大允许误差 $\pm 0.0005 \text{ g}$;
- (2) 紫外可见分光光度计, B 段波长 $340\sim 900 \text{ nm}$, $U=0.32 \text{ nm}$, $k=2$;
- (3) 亚硝酸根离子标准溶液, 998 mg/L , $U=7 \text{ mg/L}$,

$k=2$;

- (4) 移液器 1000 μL , $\pm 1.0\%$;
- (5) 容量瓶, 200 mL, $\pm 0.15\text{ mL}$;
- (6) 刻度吸管, 50 mL, $\pm 0.100\text{ mL}$ 。
- (7) 具塞比色管, 50 mL, $\pm 0.40\text{ mL}$

3.3 不确定度分量的量化

3.3.1 分光光度法测定亚硝酸盐不确定度的量化

对乳粉中亚硝酸盐含量进行 6 次重复测量, 测量值分别为 1.02、1.02、1.02、1.00、1.02、1.00 mg/kg, 平均值为 1.0 mg/kg, 用贝塞尔公式计算单次测量的标准偏差为

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.010\text{ mg/kg}$$

平均值的标准不确定度为

$$S(\bar{x}) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} = \frac{0.010\text{ mg/kg}}{\sqrt{6}} = 0.0041\text{ mg/kg}$$

平均值的相对标准不确定度为

$$u_A(x) = \frac{0.0041\text{ mg/kg}}{1.0\text{ mg/kg}} = 0.0041$$

3.3.2 称量质量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)$

称量样品时取平均质量 $m = 10.0030\text{ g}$, 称量质量在 $0\text{ g} \leq m \leq 50\text{ g}$ 时, 根据检定证书中电子天平的允差为 $\pm 0.0005\text{ g}$, 假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$

$$u = \frac{a}{k} = \frac{0.0005\text{ g}}{\sqrt{3}} = 0.00029\text{ g}$$

那么, 称量质量 m 的相对标准不确定度 $u_r(m)$

$$u_r(m) = \frac{u}{m} = \frac{0.00029\text{ g}}{10.0030\text{ g}} = 0.000029$$

3.3.3 紫外可见分光光度计引入的相对标准不确定度 $u_r(nm)$

样品在 538 nm 波长下检测, B 段波长(340~900) nm, 根据仪器检定证书中给出 $U = 0.32\text{ nm}$, $k = 2$; 可以计算出该仪器不确定度 u

$$u = \frac{U}{k} = \frac{0.32\text{ nm}}{2} = 0.16\text{ nm}$$

那么仪器的相对标准不确定度 $u_r(nm)$

$$u_r(nm) = \frac{u}{nm} = \frac{0.16\text{ nm}}{538\text{ nm}} = 0.00030$$

3.3.4 亚硝酸根标准溶液引入的相对标准不确定度 $u_r(c)$

(1) 亚硝酸根离子标准溶液的相对标准不确定度 $u_1(c)$

亚硝酸根离子标准溶液, 浓度为 998 mg/L, 标准溶液证书中提供的不确定度 $U = 7\text{ mg/L}$, $k = 2$; 标准溶液不确定度 u 为

$$u = \frac{U}{k} = \frac{7\text{ mg/L}}{2} = 3.2\text{ mg/L}$$

亚硝酸根标准溶液浓度的相对标准不确定度 $u_1(c)$ 为

$$u_1(c) = \frac{u}{c} = \frac{3.2\text{ mg/L}}{998\text{ mg/L}} = 0.0032$$

(2) 标准溶液稀释过程引入的相对标准不确定度

① 移液器体积的标准不确定度 $u_1(v)$

1000 μL 移液器检定证书给出允差为 $\pm 1.0\%$, 假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 移液器体积的标准不确定度为

$$u_1(v') = \frac{a}{k} = \frac{0.01\text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0.0058\text{ mL}$$

温度引入的不确定度: 玻璃量器校准时的温度为 20°C , 实验室全年的温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1}$, 玻璃的膨胀系数可忽略不计, 吸取体积为 0.668 mL。假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$ 。

温度标准不确定度为

$$u_1(v'') = \frac{0.668 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.00041\text{ mL}$$

合成上述 2 项不确定度 $u_1(v''') = \sqrt{u_1^2(v') + u_1^2(v'')}$

$$= \sqrt{0.0058^2 + 0.00041^2} = 0.0058\text{ mL}$$

移液器体积的标准不确定度

$$u_1(v) = \frac{u_1(v''')}{v'''} = \frac{0.0058\text{ mL}}{0.668\text{ mL}} = 0.0087$$

② 容量瓶体积的标准不确定度 $u_2(v)$

200 mL 容量瓶检定证书给出允差 $\pm 0.15\text{ mL}$ [14], 假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 校准产生的标准不确定度为

$$u_2(v') = \frac{0.15\text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0.087\text{ mL}$$

温度引入的不确定度: 玻璃量器校准时的温度为 20°C , 实验室全年的温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1}$, 玻璃的膨胀系数可忽略不计, 试样处理液总体积 200 mL。假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 温度的标准不确定度为:

$$u_2(v'') = \frac{200 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.12\text{ mL}$$

合成上述 2 项不确定度 $u_2(v''') = \sqrt{u_2^2(v') + u_2^2(v'')}$

$$= \sqrt{0.087^2 + 0.12^2} = 0.15\text{ mL}$$

相对标准不确定度为 $u_2(v) = \frac{u_2(v''')}{v'''} = \frac{0.15\text{ mL}}{200\text{ mL}}$

$= 0.00075$

(3) 将以上 3 个不确定度分量合成, 计算出标准溶液引入的相对标准不确定度为

$$u_r(C) = \sqrt{u_1^2(C) + u_1^2(v) + u_2^2(v)}$$

$$= \sqrt{0.0032^2 + 0.0087^2 + 0.00075^2} = 0.029$$

3.3.5 试样处理液总体积引入的相对标准不确定度 $u_r(v_0)$

(1) 校准引入的不确定度: 200ml 容量瓶校准证书给出的允差 $\pm 0.15\text{ mL}$, 假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 校准产

生的标准不确定度为 $u_1(v_0) = \frac{0.15 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0.087 \text{ mL}$ 。

(2) 温度引入的不确定度: 玻璃量器校准时的温度为 20°C , 实验室全年的温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 玻璃的膨胀系数可忽略不计, 试样处理液总体积 200 mL 。假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 温度的标准不确定度为:

$$u_2(v_0) = \frac{200 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.12 \text{ mL}$$

(3) 合成上述 2 项不确定度分量, 试样处理液总体积的标准不确定度 $u(v_0)$

$$u(V_0) = \sqrt{u_1^2(V_0) + u_2^2(V_0)} = \sqrt{0.087^2 + 0.12^2} = 0.15 \text{ mL}$$

(4) 试样处理液体积 V 的相对标准不确定度为

$$u_r(v_0) = \frac{u(V_0)}{V_0} = \frac{0.15 \text{ mL}}{200 \text{ mL}} = 0.00075$$

3.3.6 测定用样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(v_1)$

(1) 校准引入的不确定度: 50 mL 刻度吸管, 校准证书给出的允差 $\pm 0.100 \text{ mL}$, 假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 校准产生的标准不确定度为 $u_1(v_1) = \frac{0.100 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0.058 \text{ mL}$

(2) 温度引入的不确定度: 玻璃量器校准时的温度为 20°C , 实验室全年的温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 玻璃的膨胀系数可忽略不计, 测定用样液体积为 40 mL 。假设其符合均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 温度的标准不确定度为:

$$u_2(v_1) = \frac{40 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.024 \text{ mL}$$

(3) 合成上述 2 项不确定度分量, 测定用样液体积的标准不确定度 $u(v_1)$

$$u(V_1) = \sqrt{u_1^2(V_1) + u_2^2(V_1)} = \sqrt{0.058^2 + 0.024^2} = 0.063 \text{ mL}$$

(4) 试样处理液体积 V 的相对标准不确定度为

$$u_r(v_1) = \frac{u(V_1)}{V_1} = \frac{0.063 \text{ mL}}{40 \text{ mL}} = 0.0016$$

3.3.7 最小二乘法拟合标准曲线所产生的不确定度 $u_r(C_0)$

配制 12 个浓度为 $0, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5 \text{ } \mu\text{g}$ 亚硝酸钠标准溶液, 用分光光度计分别测量 2 次, 得到相应的吸光值, 用最小二乘法, 得到直线方程 $A = aC + b$ (b 为截距, a 为斜率) 和其相关系数 r , 见表 1。

用最小二乘法进行线性拟合, 得到亚硝酸盐标准曲线方程为 $A = 0.0218C + 0.0004$, 相关系数 $r^2 = 0.9998$, 本例对样品测定液测量 6 次, 样品质量浓度 C_0 为 $2.046 \text{ } \mu\text{g}$,

其与拟合工作曲线有关的不确定度 $u(C_0)$ 的计算按《化学分析中不确定度的评估指南》公式计算:

表 1 亚硝酸钠标准溶液浓度及吸光值结果

Table 1 Standard solution concentration of sodium nitrite and Absorption value results

$C_0/\mu\text{g}$	A_1	A_2
0	0.004	0.004
0.25	0.008	0.008
0.50	0.014	0.016
0.75	0.020	0.021
1.00	0.025	0.025
2.00	0.049	0.050
3.00	0.069	0.070
4.00	0.094	0.095
5.00	0.117	0.118
7.50	0.169	0.170
10.0	0.220	0.220
12.5	0.275	0.275

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

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

式中:

$u(C_0)$ —拟合曲线的不确定度;

S_R —拟合曲线残差标准偏差;

a —拟合曲线斜率, 0.0218 ;

b —拟合曲线截距, 0.0004 ;

p —测试样品的次数, $p=1$;

n —测试标准溶液的个数, $n=12$;

m —测试标准溶液的次数, $m=2$;

C_0 —被测样品浓度, $C_0=2.046 \text{ } \mu\text{g}$;

$\bar{C}$ —不同标准溶液浓度的平均值, $\bar{C}=1.94 \text{ } \mu\text{g}$;

C_i —第 i 次标准溶液浓度值;

A_i —标准溶液的吸光度测定值。

拟合标准曲线引入的不确定度

$$u_r(C_0) = \frac{u(C_0)}{C_0} = \frac{0.061 \text{ } \mu\text{g}}{2.046 \text{ } \mu\text{g}} = 0.030$$

3.4 合成标准不确定度 $u_c(y)$

实验中乳粉中亚硝酸盐的测定的各个不确定分量汇总见表 2。

合成以上相对标准不确定度为

$$u_c(y) = \bar{x} \times \sqrt{u_A^2(x) + u_r^2(m) + u_r^2(nm) + u_r^2(C)} \\ \sqrt{u_r^2(v_0) + u_r^2(v_1) + u_r^2(C_0)}$$

表 2 不确定度分量汇总

Table 2 Summary of the uncertainty components

来源	数值	标准 不确定度	相对标准 不确定度
试样质量 m	10.0030 g	0.00029 g	0.000029
紫外可见分光光度计	538 nm	0.16 nm	0.0003
标准溶液 C	998 mg/L	3.2 mg/L	0.029
试样处理液总体积 V_0	200 mL	0.15 mL	0.00075
测定用样液体积 V_1	40 mL	0.063 mL	0.0016
标准曲线拟合 m_1	2.046 μg	0.061 μg	0.03

$$=1.0\text{ mg/kg}\times\sqrt{0.0041^2+0.000029^2+0.00030^2+0.029^2+0.00075^2+0.0016^2+0.030^2}$$

$$=1.0\text{ mg/kg}\times0.042=0.042\text{ mg/kg}$$

3.5 扩展不确定度 U

假定包含概率为 95 %, 取包含因子 $k=2^{[6]}$, 则测量结果的扩展不确定度

$U_{rel}=2\times u_c(y)=2\times0.042=0.084\text{ mg/kg}$ 。

3.6 结果报告

该乳粉中亚硝酸盐的结果是 1.0 mg/kg, 因此其结果报告可表示为 $Y=(1.0\pm0.1)\text{ mg/kg}$, $k=2$ 。

4 结 论

通过不确定度分析, 采用 GB 5009.33-2016 第二法测定乳粉中亚硝酸盐含量, 测量结果的不确定度主要来源从主到次依次是标准曲线拟合、标准工作液配制、试样检测重复性和测定用样液体积, 前两者引入的不确定度分量贡献较大。因此在实际检测工作中, 通过增加标准工作液的测定次数, 一般至少为 2 次取平均值, 使用精度更高的玻璃仪器, 如使用 A 级玻璃仪器, 增加平行样的测定次数, 如果条件允许至少为 6 次, 同时规范操作, 掌握好检测方法的关键控制点, 从而保证结果的准确可靠。

参考文献

[1] CNAS-CL01-G 003: 2019 测量不确定度的要求[S].
CNAS CL01-G 003: 2019 Requirements for Measurement Uncertainty [S].

[2] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示指南[S].
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].

[3] GB/T 27418-2017 测量不确定评定和表示[S].
GB/T 27418-2017 Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].

[4] CNAS-GL 006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL 006:2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [S].

[5] 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].

[6] GB/T 27411-2012 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示[S].
GB/T 27411-2012 Routine methods for evaluation and expression of measurement uncertainty in testing laboratory [S].

[7] GB/Z 22553-2010 利用重复性、再现性和正确度的估计值评估测量不确定度的指南[S].
GB/Z 22553-2010 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation [S].

[8] GB/T 27419-2018 测量不确定度评定和表示 补充文件 1: 基于蒙特卡洛方法的分布传播[S].
GB/T 27419-2018 Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement-supplement 1: Propagation of distributions using a Monte Carlo method [S].

[9] RB/T 151-2016 食品微生物定量检测的测量不确定度评估指南[S].
RB/T 151-2016 Guidelines for the estimation of measurement uncertainty of food microbiological quantitative detection [S].

[10] GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定[S].
GB/T 8170 Rules of rounding off for numerical values & expression and judgement of limiting values [S].

[11] CNAS-CL 01: 检测和校准实验室能力认可准则[S].
CNAS-CL 01: Accreditation criteria for the competence of testing and calibration laboratories [S].

[12] GB 2762-2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量[S].
GB 2762-2017 National food safety standard-Contaminant limit in food [S].

[13] GB 5009.33-2016 食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定[S].
GB 5009.33-2016 National food safety standard-Determination of nitrite and nitrate in foods [S].

[14] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介

宋 鸽, 硕士, 工程师, 主要研究方向
食品常规检测研究。
E-mail: songge@mengniu.cn

李慧娟, 工程师, 主要研究方向为食品
安全与检测。
E-mail: lihuijuan@mengniu.cn