高效液相色谱法测定能力验证样品(饮料)中 咖啡因含量不确定度评定

汤丽昌*、梁国华、陈高健

(北海市食品药品检验所, 北海 536000)

摘 要:目的 对高效液相色谱法测定能力验证样品(饮料)中咖啡因含量的不确定度进行评定。方法 根据 JJF1059.1-2012 标准要求,建立不确定度评估的数学模型,通过对不确定度的各主要分量进行分析计算,得出 合成不确定度以及扩展不确定度,最终进行测定结果的不确定度评定。结果 当能力验证样品中咖啡因的测定结果为 156.9 mg/kg 时,在 95%的置信区间下,其扩展不确定度为 5.8 mg/kg (*k*=2)。结论 采用高效液相色谱法测定饮料中咖啡因含量,其不确定度的主要来源为标准溶液配制和标准曲线拟合,该评估模型为检测饮料中咖啡因的不确定度评估提供了参考依据。

关键词: 不确定度; 咖啡因; 能力验证; 高效液相色谱法

Uncertainty evaluation for determination of caffeine in proficiency testing samples (beverages) by high performance liquid chromatography

TANG Li-Chang*, LIANG Guo-Hua, CHEN Gao-Jian

(Beihai Food & Drug Inspection and Testing Institute, Beihai 536000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty in the determination of caffeine in proficiency testing samples (beverages) by high performance liquid chromatography. **Methods** According to the JJF 1059.1-2012 standard requirement, the mathematical model of uncertainty evaluation was established after the sources of uncertainty were systematically analyzed. Through calculating the main components of uncertainty during analysis process, the combined and expanded uncertainties were obtained. **Results** When the content of caffeine in the proficiency testing sample was 156.9 mg/kg, the extended uncertainty was 5.8 mg/kg (k=2) under the 95% confidence interval. **Conclusions** The main sources of uncertainty are caused by the recovery for the preparation of standard solution and the establishment of standard curve with the least squares. It provides a reference for uncertainty evaluation of caffeine in beverages.

KEY WORDS: uncertainty; caffeine; proficiency testing; high performance liquid chromatography

1 引言

咖啡因广泛用于食品和医药等领域,如含咖啡因的 功能饮料、咖啡因类药物制剂等。然而咖啡因若长期慢性 或一次性大剂量摄入会对人体中枢神经系统造成损害,引发心脏病和高血压,且咖啡因具有成瘾性,一旦停用会出现浑身困乏疲软、精神萎顿等各种戒断症状^[1],因此,被列入国家管制的精神药品范围^[2]。此外,咖啡因能够兴奋神

^{*}通讯作者: 汤丽昌, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品安全与质量检测。E-mail: 363471255@qq.com

^{*}Corresponding author: TANG Li-Chang, Master, Pharmacist, Beihai Food & Drug Inspection and Testing Institute, Beihai 536000, China. E-mail: 363471255@qq.com

经、促进机能,增加身体灵活度,提高运动能力,是国际奥委会禁用的兴奋剂之一^[3,4];也可以通过胎盘屏障影响胎儿发育,大剂量情况下可导致畸胎^[1]。为了避免滥用,国家标准 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》明确规定了咖啡因在可乐型碳酸饮料中的最大使用限量为 0.15 g/kg^[5]。

为加强试验室的能力建设, 提高检测水平, 本试验室 参加了中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织的 ACAS-PT816 饮料中的咖啡因测定能力验证项目, 结果满 意。本试验室采用国家标准 GB 5009.139-2014《食品安全国 家标准 饮料中咖啡因的测定》中高效液相色谱法进行检 测[6], 其测得结果只能被测量估计值, 完整的测量结果还应 包括被测量的估计值及不确定度[7,8]。对实验结果进行不确 定度评定也是中国实验室认可委对实验室的基本要求[9]。不 确定度定义为表征合理地赋予被测量之值的分散性, 广义 而言, 意为对测量结果正确性的可疑程度。不确定度的评定 方法通常有A和B两种,A类评定是由一系列重复观测值计 算得到, 而 B 类评定是根据有关信息(假定的概率密度函数) 来评定[10]。为评估测定方法的准确性, 改进实验步骤, 提高 检测质量, 本研究根据相关的规范和指南[7-9]并参考相关文 献[11-13], 对能力验证样品饮料中咖啡因含量的不确定度进 行评价, 为测定饮料中咖啡因的质量控制提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

1260 高效液相色谱仪(配 DAD 测器, 美国 Agilent 公司); FX-200GD 电子天平(日本 AND 公司)。

甲醇中的咖啡因(批号: A1805011, GBW(E)082413, 500 μg/mL, 墨坛质检-国家标准物质中心); 甲醇(色谱纯, 美国 Fisher公司); 甲酸(色谱纯, 美国 Tedia公司); 氧化镁(优级纯, 天津市大茂化学试剂厂); 实验室用水为 Mili-Q 超纯水(德国 Merck 公司)。

测试样品来源于中国检验检疫科学研究院测试评价 中心的能力验证样品(样品编号: 19-V026)。

2.2 实验方法

2.2.1 供试品溶液的制备

称取 5 g(精确至 0.001 g)样品,加水定容至 50 mL,摇匀,加入 0.5 g 氧化镁。振摇,静置,取上清液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤,并按同一操作方法做空白实验。滤液供高效液相色谱仪(high performance liquid chromatography, HPLC)测试。

2.2.2 标准溶液的配制

精密吸取甲醇中咖啡因标准物质溶液 2 mL 置 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀作为标准工作溶液 (100 μg/mL)。分别精密吸取适量标准工作溶液(100 μg/mL)

用水依次稀释成浓度为 5.00、20.00、50.0、100.0、200.0 $\mu g/mL$ 的标准曲线工作溶液, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 供 HPLC 测试。

2.2.3 色谱条件

色谱柱: Agilengt Extend- C_{18} 柱 (4.6 m×250 mm, 5.00 μ m); 检测波长: 272 nm; 流动相: 恒比例(甲醇:水=24:76, V:V); 柱温: 30 °C; 进样量: 10 μ L。

2.2.4 测量模型

咖啡因含量的计算式: $X = \frac{C \times V \times 1000}{M \times 1000}$ 式(1)

式中

X——样品中咖啡因的含量, mg;

C——供试品溶液中咖啡因质量浓度, mg/mL;

V——样品溶液的定容体积, mL;

M──样品取样量, g。

3 结果与分析

3.1 测量不确定度的来源

饮料中咖啡因质量浓度测量结果的不确定度由 2 部分组成:第一部分是通过测量数据的标准偏差、测量次数及所要求的置信水平,按统计方法直接求得 A 类不确定度;第二部分是通过对测量影响参数和影响函数的分析,估计出其大小,同时考虑样品不均匀性和有效期内的变动性等其它因素所引起的不确定度 B 类不确定度,根据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[8],从标准品的制备、样品处理到测量数学模型分析,则咖啡因测定结果的测量不确定度来源主要有:天平称取试样质量 M 引入的标准不确定度u(M);试样溶液中咖啡因质量浓度的标准不确定度u(C),主要包括标准溶液配制时引入的标准不确定度 $u_1(C)$ 、 $u_2(C)$ 、工作曲线拟合时所引入的标准不确定度 $u_3(C)$;试样溶液定容体积V的标准不确定度u(V);重复性实验引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(rep)$;加样回收率引入的标准不确定度u(R)。

3.2 各标准不确定度分量的评定

3.2.1 天平称取试样质量 M 引入的相对标准不确定度 u(M)的评定

称取的试样质量为 5.000~g。从天平检定证书上得到,最大允许误差为 $\pm 0.005~g$,由于称量一次空盘,一次是盘加试样,由2次测量组成,按均匀分布,取包含因子 $k=\sqrt{3}$ 。

天平称取试样质量的标准不确定度为:

$$u(M) = \sqrt{2 \times (0.005 / \sqrt{3})^2} = 0.0029$$

相对标准不确定度为:

 $u_{\rm rel}(M) = 0.0029/5.000 = 5.8 \times 10^{-4}$

3.2.2 试样溶液中咖啡因质量浓度的标准不确定度 $u_{rel}(C)$ 的评定

(1) 标准系列溶液配制过程中引入的相对标准不确定 度 $u_{\text{Lrel}}(C)$

①标准储备溶液中咖啡因质量浓度的标准不确定度 $u_{1,\text{rel}}(C_1)$

测量所使用的咖啡因标准储备溶液质量浓度为500 μ g/mL,标准证书给出的相对扩展不确定度为3%,包含因子k=2。则相对标准不确定度为 u_{1} rel(C_1)=1.5×10⁻²。

②标准工作液稀释过程中引入的相对标准不确定度 $u_{1,rel}(C_2)$

以咖啡因标准储备液 500 μg/mL, 配制成 100 μg/mL 标准溶液。采用 A 级 5 mL 单标线吸量管和 A 级 25 mL 容量瓶完成标准工作液稀释,使用 2 种容量器具引入的相对标准不确定度评定^[14,15],结果见表 1。

标准工作液稀释过程中引入的相对标准不确定度为

$$u_{1 \text{ rel}}(C2) = \sqrt{(1.3 \times 10^{-3})^2 + (5.5 \times 10^{-4})^2} = 1.5 \times 10^{-3}$$

③标准系列溶液配制过程中引入的相对标准不确定 度 $u_{1,rel}(C_2)$

将 100 μg/mL 标准溶液用水依次稀释成浓度为 5、10、20、50、100 μg/mL 的系列标准溶液。采用 A 级 5 mL 分度吸量管和 A 级 10 mL 容量瓶完成标准系列溶液稀释,使用 2 种容量器具引入法人标准不确定度评定。配制系列标准溶液时的体积标准不确定度,以 5 mL 分量刻度吸管的

最大允许误差为依据而评定,结果见表 2。

标准系列溶液配制过程稀释过程中引入的相对标准 不确定度为

$$u_{1 \text{ rel}}(C_3) = \sqrt{(2.3 \times 10^{-3})^2 + (8.7 \times 10^{-4})^2} = 2.5 \times 10^{-3}$$

标准系列溶液配制过程中引入的相对标准不确定 度为

$$u_{1,\text{rel}}(C) = \sqrt{u_{1,\text{rel}}^2(C_1) + u_{1,\text{rel}}^2(C_2) + u_{1,\text{rel}}^2(C_3)}$$

$$= \sqrt{(1.5 \times 10^{-2})^2 + (1.5 \times 10^{-3})^2 + (2.5 \times 10^{-3})^2} = 1.6 \times 10^{-2}$$
(2) 工作曲线拟合时引入的相对标准不确定度 $u_{2,\text{rel}}(C)$

根据 HPLC 工作站及采集数据,对标准工作溶液进行测量,标准溶液浓度点为 5、10、20、50、100 $\mu g/mL$,测得其峰面积见表 3,以峰面积 A-浓度 C 做标准曲线[得到拟合的线性回归方程: $A=a+b\times C=28.96\times C-0.2580$,其中截距a=0.2579,斜率 b=28.96,相关系数 r=0.9999。由工作曲线拟合时引入的试样溶液中咖啡因浓度 C 的标准不确定度的计算式为:

$$u_2(C) = \frac{s}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{N} + \frac{(C - \overline{C})^2}{\sum_{i=1}^{n} (C_i - \overline{C})^2}}$$
 $\overline{x}^{(2)}$

表 1 标准品工作液稀释引入的不确定度 Table 1 Uncertainty introduced by dilution of the working standard solution

项目 _	器具		
	5 mL 单标线吸量管	25 mL 容量瓶	
20 ℃时允许差	±0.015 mL	±0.03 mL	
k 值(三角分布)	$\sqrt{6}$	$\sqrt{6}$	
体积标准不确定度	$0.015/\sqrt{6} = 6.2 \times 10^{-3} \text{ mL}$	$0.03/\sqrt{6} = 1.2 \times 10^{-2} \text{ mL}$	
与校正时温度不同引起的标准 不确定度	$\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3}{\sqrt{6}} = 1.3 \times 10^{-3} \text{ mL}$	$\frac{25 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3}{\sqrt{6}} = 6.5 \times 10^{-3} mL$	
相对标准不确定度	$\sqrt{\left(\frac{6.2\times10^{-3}}{5}\right)^2 + \left(\frac{1.3\times10^{-3}}{5}\right)^2} = 1.3\times10^{-3}$	$\sqrt{(\frac{0.012}{25})^2 + (\frac{6.5 \times 10^{-3}}{25})^2} = 5.5 \times 10^{-4}$	

注:*水的膨胀系数: 2.1×10⁻⁴ °C⁻¹。

表 2 标准系列溶液配制步骤引入的不确定度
Table 2 Uncertainty introduced by standard solution preparation procedures

16 日	器具		
项目 -	5 mL 分度吸量管	10 mL 容量瓶	
20 ℃时允许差	±0.025 mL	±0.02 mL	
k 值(三角分布))	$\sqrt{6}$	$\sqrt{6}$	
体积标准不确定度	$0.025/\sqrt{6} = 1.1 \times 10^{-2} \text{ mL}$	$0.02/\sqrt{6} = 8.2 \times 10^{-3} \text{ mL}$	
与校正时温度不同引起的标准 不确定度	$\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3}{\sqrt{6}} = 1.3 \times 10^{-3} \text{ mL}$	$\frac{10 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3}{\sqrt{6}} = 2.6 \times 10^{-3} \text{ mL}$	
相对标准不确定度	$\sqrt{(\frac{1.1\times10^{-2}}{5})^2 + (\frac{1.3\times10^{-3}}{5})^2} = 2.3\times10^{-3}$	$\sqrt{(\frac{8.2 \times 10^{-3}}{10})^2 + (\frac{2.6 \times 10^{-3}}{10})^2} = 8.7 \times 10^{-4}$	

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left[Ai - (a + bCi)\right]^{2}}{N - 2}}$$
 $\vec{x} \setminus (3)$

$$\overline{C} = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i}{\sum_{i=1}^{n} C_i} = 37.00$$

式中

*C*_i——建立工作曲线用标准系列溶液中咖啡因的质量浓度:

*A*_i——立工作曲线用标准系列溶液中咖啡因的质量浓度所对应的平均峰面积:

a——工作曲线的截距;

b——工作曲线的斜率;

s——为标准曲线的剩余标准差;

P——对试样溶液平行测定次数, P=6;

N——建立工作曲线用标准溶液测量总次数,每个标准溶液测量 3 次, N=15;

C——根据测得的峰面积平均值,利用工作曲线求得的试样溶液中咖啡因的质量浓度;

 \overline{C} ——标准系列溶液中咖啡因的平均质量浓度;

 $\sum_{i=1}^{n}(C_{i}-\overline{C})^{2}$ ——标准系列溶液中咖啡因的质量浓度 差方和。

根据测量数据计算求得 s=1.180; C=15.69 µg/mL; \overline{C} =37.00 µg/mL, 工作曲线拟合时引入的标准不确定度 $u_2(C)$ =0.023 µg/mL。 则 相 对 标 准 不 确 定 度 为 $u_{2,\mathrm{rel}}(C)$ =0.023/15.69=1.5×10⁻³。

试样溶液中咖啡因质量浓度的标准不确定度为

$$u_{\text{rel}}(C) = \sqrt{u_{1,\text{rel}}^2(C) + u_{2,\text{rel}}^2(C)}$$
$$= \sqrt{(1.6 \times 10^{-2})^2 + (1.5 \times 10^{-3})^2} = 1.7 \times 10^{-2}$$

3.2.3 试样溶液定容体积 V 的相对标准不确定度 $u_{\rm rel}(V)$ 的 评定

试样溶液定容于 A 级 50 mL 容量瓶, 其容许差为 ± 0.05 mL, 按三角分布换算成标准偏差: $0.05/\sqrt{6}=0.021$ mL 自由度为∞。使用与校正时温度不同引起的体积标准不确定度为: 实验室的温度在 ± 3 °C间变化, 水的体积膨胀系数为 2.1×10^{-4} °C $^{-1}$, 体积变化为 $50\times3\times2.1\times10^{-4}=0.0315$ mL。按三角分布,换算成标准偏差为 $0.0315/\sqrt{6}=0.013$ mL。则定 容 过 程 中 引 入 的 标 准 不 确 定 度 为 $u(V) = \sqrt{0.021^2 + 0.013^2} = 0.025$ mL,则相对不确定度 $u_{rel}(V)=0.025/50=5.0\times10^{-4}$ 。

3.2.4 重复性实验引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(rep)$ 的评定

能力验证待测样品溶液, 按试样方法分别进行 6 次测定,6 次测定结果为: 156.5、156.7、157.3、156.8、157.3、156.8 mg/kg, 平均值为 156.9 mg/kg, 标准偏差 S_{rep} =156.9,则 重 复 性 实 验 相 对 标 准 不 确 定 度 $u_{\text{rel}}(rep) = \frac{0.329}{\sqrt{6} \times 156.9} = 8.6 \times 10^{-4}$ 。

对空白样品进行 6 次加标回收试验,添加水平为 $20 \mu g/mL$, 回收率分别为 98.4%、98.8%、99.2%、98.8%、98.8%和 98.7%, 平均回收率为 98.8%, 标准偏差为 0.00257,由 回 收 率 引 入 的 相 对 不 确 定 度 为 $urel(R) = \frac{0.00257}{\sqrt{6} \times 98.8} = 1.1 \times 10^{-5}$ 。

表 3 系列标准工作溶液峰面积测定结果

Table 3 Peak area determination of series standard working solutions

标准工作溶液浓度 A_i / (mg/mL)	5.00	10.00	20.00	50.00	100.0
峰面积	143.3	290.3	579.1	1447.0	2898.9
	142.2	289.4	577.1	1453.5	2891.6
	141.9	289.2	579.2	1452.6	2890.6
峰面积平均值	142.5	289.6	578.5	1451.0	2893.7

3.3 咖啡因含量的合成标准不确定度和扩展不确定度

将各项相对标准不确定度分别列于表 4。计算合成标准不确定度为:

$$U\text{rel}(X) = \sqrt{\frac{u_{\text{rel}}^{2}(M)^{2} + u_{\text{rel}}^{2}(C)^{2} + u_{\text{rel}}^{2}(V)^{2}}{+u_{\text{rel}}^{2}(rep) + u_{\text{rel}}^{2}(R)}}$$

$$= \sqrt{\frac{\left(1.2 \times 10^{-4}\right)^2 + \left(1.7 \times 10^{-2}\right)^2 + \left(4.8 \times 10^{-4}\right)^2}{+\left(8.6 \times 10^{-4}\right)^2 + \left(1.1 \times 10^{-5}\right)^2}} = 1.8 \times 10^{-2}$$

根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[8], HPLC 测定咖啡因含量结果的合成不确定度为U(X)=156.9×1.8×10⁻²=2.9 mg/kg, 取包含因子 k(95)=2, 则咖啡因的扩展不确定度为 U_{rel} =2×2.9=5.8 mg/kg。该能力验

证样品中咖啡因含量的估测结果是 156.9 mg/kg,因此其真实结果可表示为 $(156.9\pm5.8) \text{ mg/kg}$,k=2。

表 4 各相对不确定度分量汇总表 Table 4 Summary of the uncertainty components

不确定度来源	不确定度分量	量值	
天平称取试样的质量	$u_{\rm rel}(M)$	В	1.2×10 ⁻⁴
试样溶液中咖啡因的质量浓度	$u_{\rm rel}(C)$	В	1.7×10^{-2}
试样定容的体积	$u_{\rm rel}(V)$	В	4.8×10^{-4}
重复性实验	$u_{\rm rel}(rep)$	A	8.6×10^{-4}
添加回收率	$u_{\rm rel}(R)$	A	1.1×10^{-5}

4 结 论

本研究检测的能力验证样品中样品称量、定容体积、添加回收率引入的不确定度影响均很小,可以忽略不计;测量不确定度的主要来源是咖啡因标准溶液和标准曲线拟合。因此,需要重点考虑标准溶液的配制及标准系列的稀释过程中引入的不确定度分量,建议检测工作中选择高纯度咖啡因标准溶液或标准品,以减少因标准溶液引入的不确定度,设置合理的标准曲线线性范围来减少标准曲线带来的不确定度,从而提高测量的质量。本研究建立的不确定度评定方法可为高效液相色谱法测定饮料中咖啡因含量的不确定度分析提供参考。

参考文献

- [1] 翟金晓, 崔文, 朱军. 咖啡因的中毒、检测及其应用研究进展[J]. 中国司法鉴定, 2017, (5): 30-35.
 - Zhai JX, Chui W, Zhu J. Recent advances on the study of the poisoning, analysis and application of caffeine [J]. Chin J Foren Sci, 2017, (5): 30–35.
- [2] 国家食品药品监管总局. 食品药品监管总局、公安部、国家卫生计生 委关于公布麻醉药品和精神药品品种目录的通知[Z].
 - China Food and Drug Administration. Notice of the general administration of china food and drug administration, the ministry of public security and the national health and family planning commission on issuing the catalogue of narcotic drugs and psychotropic substances [Z].
- [3] 武桂新. 运动员使用咖啡因对运动能力的影响[J]. 河南师范大学学报 (自然科学版), 2011, 39(6): 164-167.
 - Wu GX. Caffein usage and athletes performance [J]. J Henan Normal Univ (Nat Sci Ed), 2011, 39(6): 164–167.
- [4] 李淑翠, 张敏, 陈向明,等. 咖啡因抗运动性疲劳作用的实验研究[J]. 中国食品添加剂, 2012, (3): 120-124.
 - Li SC, Zhang M, Chen XM, et al. The effects of caffeine on

exercise-induced fatigue in mice [J]. Chin Food Addit, 2012, (3): 120-124.

第 11 卷

- [5] 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].
- [6] GB 5009.139-2014 食品安全国家标准 饮料中咖啡因的测定[S]
 GB 5009.121-2016 National food safety standard-The detection of caffeine in beverages [S].
- [7] CNAS-CL 07: 2011 测量不确定的要求[S].

 CNAS-CL 07: 2011 Requirements for measurement uncertainty [S].
- [8] 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].
- [9] CNAS-CL 01 检测和校准实验室能力认可准则[S].

 CNAS-CL 01 Testing and calibration laboratory criteria for recognition
 [S].
- [10] Ma K, Wang HF, Zhao M, et al. Purity determination and uncertainty evaluation of theophylline by mass balance method, high performance liquid chromatography and differential scanning calorimetry [J]. Anal Chim Acta, 2009, 650(2): 227–233.
- [11] 李莉, 曹进, 丁宏. 食品模拟物中甲醛含量测定的不确定度分析[J]. 中国药师, 2017, 20(8): 1508–1510. Li L, Cao J, Ding H, *et al.* Uncertainty analysis of formaldehyde content in
 - Li L, Cao J, Ding H, *et al.* Uncertainty analysis of formaldehyde content in food stimulant [J]. Chin Pharm, 2017, 20(8): 1508–1510.
- [12] 陈晨,陈妍,倪炜华,等. 高效液相色谱法测定食品中脱氢乙酸的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(9): 2660–2663.

 Chen C, Chen Y, Ni WH, et al. Evaluation of uncertainty for the determination of dehydroacetic acid in food by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(9): 2660–2663.
- [13] 江思瑶,郑玉芝. 高效液相色谱法测定橙汁中果糖含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(11): 3574–3578.

 Jiang SY, Zheng YZ. Uncertainty evaluation for the determination of fructose in orange juice by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(11): 3574–3578.
- [14] CNAS-GL 06: 2006 化学分析中不确定度的评估指南[S]. CNAS-GL 06: 2006 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [15] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].

 JJG 196-2006 Common standards for measuring glass [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



汤丽昌,硕士,主管药师,主要研究方 向为食品安全与质量检测。

E-mail: wangkongxinglang@qq.com