

液相色谱质谱法测定马口铁涂层中三聚氰胺 迁移量不确定度的评定

陈明*, 钱凯, 殷丽燕, 潘祥华

(常州进出口工业及消费品安全检测中心, 常州 213000)

摘要: **目的** 评定液相色谱质谱法测定马口铁涂层中三聚氰胺迁移量的不确定度。**方法** 采用液相色谱质谱法测定马口铁涂层中三聚氰胺迁移量, 建立数学模型。根据不确定度评定相关规则和标准对实验过程中的不确定度因素包括重复性、标准溶液配制、仪器校准、标准曲线拟合、浸泡面积、浸泡体积等进行不确定度评定。**结果** 当 50%(V:V) 乙醇溶液中三聚氰胺迁移量为 0.038 mg/kg 时, 其扩展不确定度为 0.007 mg/kg ($P=95\%$, $k=2$)。**结论** 马口铁涂层中三聚氰胺迁移量的不确定度主要来源有重复性测定、标准溶液配制和标准曲线拟合。

关键词: 马口铁涂层; 三聚氰胺; 迁移量; 不确定度; 液相色谱质谱法

Uncertainty evaluation in determination of melamine migration in tinplate coating by liquid chromatography-mass spectrometry

CHEN Ming*, QIAN Kai, YIN Li-Yan, PAN Xiang-Hua

(Changzhou Import and Export Industry and Consumer Product Safety Testing Center, Changzhou 213000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty in determination of melamine migration in tinplate coating by liquid chromatography-mass spectrometry. **Methods** Liquid chromatography-mass spectrometry was used to determine the amount of melamine migration in the coating of tinplate, and a mathematical model was established. According to relevant rules and standards for uncertainty evaluation, the uncertainty was evaluated including repeatability, standard solution preparation, instrument calibration, standard curve fitting, soaking area, soaking volume, etc. **Results** When the migration amount of melamine in 50% (V:V) ethanol solution was 0.038 mg/kg, the expanded uncertainty was 0.007 mg/kg ($P=95\%$, $k=2$). **Conclusion** The uncertainty of melamine migration in tinplate coating mainly comes from repeatability, standard solution preparation and standard curve fitting.

KEY WORDS: tinplate coating; melamine; migration; uncertainty; liquid chromatography-mass spectrometry

1 引言

三聚氰胺, 俗称密胺、蛋白精, 是一种重要的食品接触材料添加剂, 常用于制造日用器皿、板材、涂料、模塑粉等^[1]。马口铁罐内壁使用涂料一般并非以三聚氰胺为原

料生产而成, 但不少研究^[2-4]发现罐装食品或饮料中有三聚氰胺迁出现象, 这可能是三聚氰胺作为改良剂加入罐子涂料中, 用以提高材质的抗热性和耐水性^[5], 这些涂料中的三聚氰胺会向内壁发生迁移并最终进入罐装内容物中^[6], 从而危害人体健康^[7-10]。我国食品安全国家标准

*通讯作者: 陈明, 工程师, 主要研究方向为食品接触材料检验检测。E-mail: chenmingciq@126.com

*Corresponding author: CHEN Ming, Engineer, Changzhou Import and Export Industry and Consumer Product Safety Testing Center, Changzhou 213000, China. E-mail: chenmingciq@126.com

GB 9685-2016《食品接触材料及制品用添加剂使用标准》^[11]明确规定了食品接触用涂料和涂层中三聚氰胺添加剂限量范围 ≤ 2.5 mg/kg,用于生产婴幼儿产品时 ≤ 1 mg/kg。

受三聚氰胺食品安全事件的影响,许多食品接触材料金属罐生产企业增强了风险防控意识,对三聚氰胺的管控格外严格,要求迁移量不得检出(≤ 0.01 mg/kg)。而我国现行有效的三聚氰胺检测方法 GB 31604.15-2016^[12]方法检出限仅为 0.2 mg/L,无法满足企业要求。因此,本研究采用液相色谱质谱法检测马口铁涂层在 50%乙醇中三聚氰胺的迁移量,并依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[13]分析实验过程各因素产生的不确定度^[14-16],确定影响检验结果不确定度的主要因素,以期提高三聚氰胺迁移量检测精准度,对检验过程的质量控制产生指导意义。

2 材料与方 法

2.1 仪器与试剂

1290-6460 液相色谱-串联质谱仪(美国安捷伦公司); SX-500 高压蒸汽灭菌器(日本 TOMY 公司); XS104 分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司); IQ7000 纯水仪(德国默克密理博公司)。

三聚氰胺标准品(99.05%, 德国 Dr.Ehrenstorfe GmbH 公司; 无水乙醇(分析纯, 江苏强盛公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

称取 50 mg 三聚氰胺标准品,用水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,定容至刻度线,得到浓度为 1000 mg/L 的标准贮备液。再吸取 0.5 mL 标准贮备液于 50 mL 容量瓶中,用水定容,得到 10 mg/L 的标准中间液。最后将标准中间液用 50%乙醇(V:V)逐级稀释为 0.00、0.01、0.02、0.05 和 0.10 mg/L 的系列标准溶液。

2.2.2 样品制备

将 3 片带有涂层的马口铁片剪成 3 份面积 $S=0.10$ dm² 的测试样,分别放入 3 个顶空瓶中,经 $V=15.0$ mL 50%乙醇在灭菌锅温度 $T=130$ °C 下浸泡时间 $t=0.5$ h 后,移取 2 mL 浸泡样经 0.22 μ m 滤膜过滤至进样小瓶中,采用液相色谱-串联质谱仪测定模拟液中三聚氰胺的浓度 C 。

2.2.3 色谱条件

色谱柱:安谱 HILIC Plus 柱(100 mm \times 2.1 mm, 3.5 μ m); 洗脱方式:等度洗脱;流动相:乙腈:缓冲溶液(5 mmol/L 乙酸铵+3%(V:V)乙酸)=30:70;流速:0.35 mL/min;进样量:2 μ L;柱温:30 °C。

2.2.4 质谱条件

电喷雾离子源:ESI 源;离子模式:正离子模式;采集方式:多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM);离子源温度:350 °C;鞘气温度:370 °C;鞘气流量:11 L/min;

驻留时间:150 ms;毛细管电压:3.5 kV;质谱扫描模式参数见表 1。

表 1 质谱扫描模式参数表
Table 1 Mass spectrum scanning mode parameter table

化合物	母离子 [M-H]	碎裂电压 /eV	子离子 /(m/z)	碰撞能 /eV
三聚氰胺	127.1	120	84.8	18
			68.1	32

2.3 数学模型

待测样品中三聚氰胺迁移量计算公式:

$$X = \frac{C \times D \times V}{1000S} \times f$$

X: 三聚氰胺迁移量, mg/kg; C: 模拟液中三聚氰胺浓度, mg/L; D: 稀释因子; V: 浸泡体积, mL; S: 浸泡样品面积, dm²; f: 换算系数(马口铁成型品与食品接触面积/实际拟装食品体积=1.78 dm²/0.155 kg)。

3 结果与分析

3.1 不确定度来源分析

通过分析实验流程,三聚氰胺不确定度的来源主要有:样品多次平行测量的重复性引入的相对标准不确定度 $u(A)$ 、测定浸泡液中三聚氰胺的浓度 C 引入的不确定度 $u(C)$ 、浸泡面积引入的不确定度 $u(S)$ 、浸泡体积引入的不确定度 $u(V)$ 。

3.2 样品多次平行测量的重复性引入的相对标准不确定度 $u(A)$

实验室事先由两位实验人员对马口铁涂层片三聚氰胺的阳性样品按 50%乙醇在温度 $T=130$ °C 下浸泡时间 $t=0.5$ h 的浸泡条件,各平行测试 5 次,结果见表 2。

表 2 马口铁涂层样品中三聚氰胺迁移量的测试结果
Table 2 Test results of melamine migration in tinplate coating samples

平行样序号	单位	1	2	3	4	5
A	mg/kg	0.034	0.034	0.035	0.032	0.030
B	mg/kg	0.032	0.033	0.032	0.034	0.031
平均值		0.033 mg/kg				
标准偏差		0.001567 mg/kg				
相对标准偏差		0.04792				

对于制备的马口铁片待测样,取 3 个平行样,以 3 次平行测定结果 $X_1=0.039$ mg/kg, $X_2=0.037$ mg/kg, $X_3=0.038$ mg/kg 的平均值作为最终结果, $X=0.038$ mg/kg。样品

多次平行测量的重复性引入的相对标准不确定度 $u_{A,rel}(\bar{X})$, 自由度为 9。

$$u_{A,rel}(\bar{X}) = \frac{S(\bar{X})}{\sqrt{m}} = \frac{0.04792}{\sqrt{3}} = 0.027667$$

3.3 浓度 C 引入的不确定度 $u(C)$

3.3.1 由标准溶液配制引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(CP)$

(1) 标准物质纯度引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(P)$

根据三聚氰胺标准物质证书信息, 三聚氰胺纯度 $r=99.05\%(g/g)$, 相对扩展不确定度 $U=0.53\%(g/g)$, $k=2$, 因此标准物质纯度引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(P) = \frac{U}{k} = \frac{0.0053}{2} = 0.00265$

(2) 由标准物质称量引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(m)$

本例使用 METTLER TOLEDO 天平(型号 XS 104), 根据校准证书, 可知其扩展不确定度 $U=0.0001 g(k=2)$ 。因此, 称取质量 $p=0.05 g$ 三聚氰胺标准物质引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(m) = \frac{U}{p} = \frac{0.0001}{0.05} = 0.001$ 。

(3) 配制标准系列溶液引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(D)$

标准系列溶液配制过程中使用了一系列玻璃量器和移液器, 根据相应校准证书列出的扩展不确定度分别计算相对标准不确定度 $\left(\frac{U}{K}\right)$, 实际使用规格, 具体数据见表 3。

因此, 由玻璃量器和移液器校准引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(D) = \sqrt{\sum_{i=1}^n n_i \times u_i^2} = \sqrt{2 \times 0.0002^2 + 6 \times 0.0001^2 + \dots + 0.00205^2 + 3 \times 0.0026^2} = 0.00377。$$

最后, 由标准溶液配制引入的相对标准不确定度

$$u_{rel}(CP) = \sqrt{u_{rel}(P)^2 + u_{rel}(m)^2 + u_{rel}(D)^2} = \sqrt{0.00265^2 + 0.001^2 + 0.00377^2} = 0.004715$$

3.3.2 由仪器校准引入的不确定度 $u_{rel}(E)$

查得仪器校准证书, 信噪比的扩展不确定度为 8%, $k=2$, 则有仪器校准引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(E) = \frac{U}{k} = \frac{0.08}{2} = 0.04$ 。

3.3.3 由标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{rel}(CV)$

此次测试使用的三聚氰胺线性方程为 $Y=4776631.951X-2940.110776$, 相关系数 $r^2=0.9997$, 根据标曲计算出 50%乙醇溶液中三聚氰胺的浓度为 $C=0.0222 mg/L$ 。

根据公式 $S^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - (a + bc_i))^2 / n - 2$, 故计算标曲的残差

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - a - bc_i)^2}{n - 2}} = 10910.05458。$$

其中: a 为截距, b 为斜率, C_i 为校准溶液的浓度, y_i 为校准溶液的响应值, n 为校准溶液个数。

根据公式, 计算标曲拟合引入的不确定度

$$u(CV) = \frac{S}{b} \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(c - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}} = 0.001722567 mg/L。$$

式中: m 为平行样个数, n 为校准数据点的个数, c 为三聚氰胺浓度的测试平均值, \bar{c} 为校准溶液浓度的平均值。

计算标曲拟合引入的相对标准不确定度

$$u_{rel}(CV) = \frac{u(CV)}{C} = \frac{0.001722567}{0.0222} = 0.07748。$$

3 个不确定度分量相互不相关, 因此浓度 C 引入的相对标准不确定度计算公式为

$$u_{rel}(C) = \sqrt{u_{rel}(CP)^2 + u_{rel}(E)^2 + u_{rel}(CV)^2} = 0.08732。$$

表 3 玻璃量器及移液器校准的相对标准不确定度
Table 3 Relative uncertainty of calibration of glass gauge and pipette

使用设备	使用规格	扩展不确定度 U	k	使用次数 n	相对标准不确定度 u_i
50 mL 容量瓶 A 级	50 mL	0.02 mL	2	2	$u_1=0.0002$
100 mL 容量瓶 A 级	100 mL	0.02 mL	2	6	$u_2=0.0001$
5000 μ L 移液器	5000 μ L	2.1 μ L	2	1	$u_3=0.00021$
1000 μ L 移液器	1000 μ L	1.52 μ L	2	3	$u_4=0.00076$
1000 μ L 移液器	500 μ L	0.82 μ L	2	2	$u_5=0.00082$
1000 μ L 移液器	200 μ L	0.82 μ L	2	1	$u_6=0.00205$
100 μ L 移液器	100 μ L	0.52 μ L	2	3	$u_7=0.0026$

3.4 浸泡面积引入的不确定度 $u(S)$

根据钢直尺的检定规程, 实验室使用的钢直尺的示值误差为 0.1 mm, 假定为均匀分布, 则在量取长度为 4 cm 时, 引入的不确定度 $u_1(S) = \frac{0.001}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-4} \text{ dm}$; 同理在量取长度为 2.5 cm 时, 引入的不确定度 $u_2(S) = \frac{0.001}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-4} \text{ dm}$; 由于是同一个实验人员使用同一把钢直尺, 长度和宽度的测量完全正相关, 相关系数为 1, 则浸泡面积 $S=0.10 \text{ dm}^2$ 引入的不确定度

$$u(S) = u_c(S) = S \times \left(\frac{5.77 \times 10^{-4}}{0.4} + \frac{5.77 \times 10^{-4}}{0.25} \right) = 0.000375 \text{ dm}^2。$$

3.5 浸泡体积引入的不确定度 $u(V)$

根据量筒的检定规程, 查得 50 mL 量筒的允差为 0.25 mL, 参考欧洲分析化学中心的说法, 假定为三角分布, 则采用量筒量取 10 mL 模拟液引入的不确定度 $u_1(V) = \frac{0.25}{\sqrt{6}} = 0.102 \text{ mL}$;

量取时实验室温度范围为 $(20 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.08 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 乙醇的膨胀系数为 $1.09 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 50% 乙醇的膨胀系数近似为 $(2.08 \times 10^{-4} + 1.09 \times 10^{-3})/2 = 6.49 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 则温度引起的体积变化为 $6.49 \times 10^{-4} \times 2 \times 50 = 0.01947 \text{ mL}$ 。假定为均匀分布, 则温度引起的体积的不确定度 $u_2(V) = \frac{0.01947}{\sqrt{3}} = 0.0112 \text{ mL}$ 。

量筒引入和温度引入的不确定度之间假定为不相关, 相关系数为 0, 则浸泡体积引入的不确定度 $u(V) = \sqrt{u_1(V)^2 + u_2(V)^2} = \sqrt{0.102^2 + 0.0112^2} = 0.1027 \text{ mL}$ 。

3.6 迁移实验过程引入的不确定度 $u_{rel}(MIG)$

3.6.1 浸泡时间对迁移量的修正系数的相对标准不确定度 $u_{rel}(f_t)$

使用 50% 乙醇在 $130 \text{ }^\circ\text{C}$ 下不同时间对阳性样品进行迁移实验, 测试结果如表 4。

迁出浓度近似与浸泡时间成正比, 变化比率为 0.9%/min。浸泡时间 0.5 h+1min, 假定为均匀分布, 则浸泡

时间对迁移量的修正系数的相对标准不确定度

$$u_{rel}(f_t) = \frac{1 \times 0.9\%}{2 \times \sqrt{3}} = 0.026。$$

表 4 不同浸泡时间迁移实验结果
Table 4 Results of migration tests at different soaking time

浸泡时间/h	0.5	1	2	3
浓度/(mg/L)	0.033	0.040	0.049	0.060

3.6.2 浸泡温度对迁移量的修正系数的不确定度 $u_{rel}(f_T)$

使用 50% 乙醇在 2 h 下不同温度对阳性样品进行迁移实验, 测试结果如表 5。

表 5 不同温度下迁移实验结果
Table 5 Results of migration tests at different temperature

温度/ $^\circ\text{C}$	100	121	130	150
浓度/(mg/L)	0.015	0.026	0.033	0.043

迁出浓度近似与浸泡温度成正比, 变化比率为 $2.7\%/^\circ\text{C}$ 。浸泡温度 $(130 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$, 假定为均匀分布, 则浸泡温度对迁移量的修正系数的相对标准不确定度 $u_{rel}(f_T) = \frac{5 \times 2.7\%}{\sqrt{3}} = 0.0779$ 。

浸泡过程中的温度、时间影响互不相关, 因此迁移实验过程引入 $u_{rel}(MIG) = \sqrt{(u_{rel}(f_t))^2 + (u_{rel}(f_T))^2} = \sqrt{0.026^2 + 0.0779^2} = 0.0821$ 。

3.7 合成不确定度计算

马口铁涂层三聚氰胺迁移量的测试结果不确定度分量一览表见表 6。

各不确定度分量彼此间独立无关, 则合成不确定度:

$$u_c(x) = X \times \sqrt{u_{Arel}(\bar{X})^2 + u_{rel}(c)^2 + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2 + (u_{rel}(MIG))^2} = 0.038 \times \sqrt{0.027667^2 + 0.08732^2 + 0.00375^2 + 0.00685^2 + 0.0821^2} = 0.00349 \text{ mg/kg}$$

本次实验中不确定度分量较多, 假定为正态分布, 95% 置信水平下 k 取 2, 三聚氰胺迁移量的测试结果扩展不确定度为:

表 6 马口铁涂层三聚氰胺迁移量的测试结果不确定度分量一览表
Table 6 List of uncertainty components in test results of melamine migration of tinplate coating

分量	来源	本次测量值	不确定度
$u_{Arel}(\bar{X})$	重复性测试	0.038 mg/kg	0.027667
$U_{rel}(C)$	标准物质、仪器和标曲拟合	0.0222 mg/L	0.08732
$u(S)$	钢直尺	0.10 dm^2	0.000375 dm^2
$u(V)$	量筒和温度	15 mL	0.1027 mL
$u_{rel}(MIG)$	浸泡时间和温度	1	0.0821

$$U=u_c(x) \times k=0.00349 \times 2=0.007 \text{ mg/kg}。$$

最终报告结果: 对于马口铁片在 130°C、0.5 h、50% 乙醇模拟物的浸泡条件下, 三聚氰胺的迁移量 $X=0.038 \text{ mg/kg}$, 扩展不确定度为 0.007 mg/kg 。

4 结论与讨论

马口铁涂层中三聚氰胺迁移量的测量不确定度的评定对检测结果的符合性判定和后续实验优化工作具有重要的指导意义, 其不确定度来源于重复性测定、标准溶液配制、标准曲线拟合。标准溶液的配制引入的不确定度主要来源于计量器具的选择, 标准曲线的拟合引入的不确定度和检测值的浓度有一定相关性。当三聚氰胺迁移量为 0.038 mg/kg 时, 其扩展不确定度为 0.007 mg/kg ($P=95\%$, $k=2$)。因此在实际检测工作中, 可以通过增加样品测定次数、使用精度高的计量器具、调整标准曲线的线性范围使待测点落在标准曲线中间范围、严格控制浸泡体积和浸泡温度来尽量减小方法测试的不确定度。

参考文献

- [1] 李春红. 三聚氰胺在食品接触品种的迁移量的实验检测方法[J]. 民营科技, 2015, (3): 39.
Li CH. Test method for migration of melamine in food contacted varieties [J]. Private Technol, 2015, (3): 39.
- [2] 尹中, 李月樵, 韦何雯. 反相高效液相色谱法测定金属灌装饮料中三聚氰胺单体迁移量[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, (8): 2085–2086.
Yin Z, Li YQ, Wei HW. Determination of melamine monomer migration in metal-filled beverages by reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, (8): 2085–2086.
- [3] 徐彦辉, 陈戈, 顾亮, 等. 金属罐内层涂料三聚氰胺迁移量的测定[J]. 包装与食品机械, 2011, (3): 66–68.
Xu YH, Chen G, Gu L, et al. Metallic cans-determination of melamine migration in inner coatings [J]. Packag Food Mach, 2011, (3): 66–68.
- [4] 王红松, 陈焯, 刘君峰, 等. 金属食品包装罐中三聚氰胺迁移规律的研究[J]. 检验检疫学刊, 2014, (2): 48–51.
Wang HS, Chen Y, Liu JF, et al. Study on migration law of melamine in metal food packaging tanks [J]. J Inspect Quarant, 2014, (2): 48–51.
- [5] 韩冰冰, 宋文生, 李雪娟. 三聚氰胺及其衍生物的应用[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2007, (6): 26–30.
Han BB, Song WS, Li XJ. Application of melamine and its derivatives [J]. Chem Propell Polym Mater, 2007, (6): 26–30.
- [6] 凌光耀. 食品用金属包装内涂卫生安全标准探讨[J]. 中国包装, 2011, (6): 60–62.
Ling GY. Discussion on hygienic and safety standards for interior coating of metal packaging for food [J]. China Packag, 2011, (6): 60–62.
- [7] 井伟, 唐熙, 吕水源, 等. LC-ESI MS/MS 测定蜜胺餐具中三聚氰胺的迁移量[J]. 分析测试学报, 2011, 30(3): 269–276.
Jing W, Tang X, Lv SY, et al. Determination of melamine migration in melamine tableware by LC-ESI MS/MS [J]. J Instrum Anal, 2011, 30(3): 269–276.
- [8] 陈晏实, 井伟, 吕水源, 等. 高效液相色谱法检测食品接触产品中三聚氰胺及其衍生物的迁移量[J]. 分析化学, 2011, 39(10): 1572–1576.
Chen YS, Jing W, Lv SY, et al. Determination of migration of melamine and its derivatives in food contact products by HPLC [J]. Chin J Anal Chem, 2011, 39(10): 1572–1576.
- [9] 井伟, 陈晏实, 李小晶, 等. HPLC 同时检测食品接触材料中三聚氰胺与三聚氰酸单体迁移量[J]. 分析实验室, 2011, 30(4): 34–38.
Jing W, Chen YS, Li XJ, et al. Simultaneous determination of melamine and cyanuric acid monomer migration in food contact materials by HPLC [J]. Assay Lab, 2011, 30(4): 34–38.
- [10] 井伟, 李小晶, 吕水源, 等. CdS 修饰玻碳电极电化学发光法检测三聚氰胺[J]. 分析科学学报, 2011, 27(5): 607–610.
Jing W, Li XJ, Lv SY, et al. Determination of melamine by electrochemiluminescence with CdS modified glassy carbon electrode [J]. J Anal Sci, 2011, 27(5): 607–610.
- [11] GB 9685-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准[S].
GB 9685-2016 National food safety standard-Standards for the use of additives for food contact materials and products [S].
- [12] GB 31604.15-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品三聚氰胺迁移量的测定[S].
GB 31604.15-2016 National food safety standard-Determination of melamine migration in food contact materials and products [S].
- [13] 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].
- [14] 邓春涛, 杨勇, 谷茜, 等. 食品模拟液中双酚 A 的测量不确定度评定[J]. 广州化工, 2016, 44(22): 99–103.
Deng CT, Yang Y, Gu X, et al. Evaluation of uncertainty in measurement of bisphenol A in food analogue [J]. Guangzhou Chem Ind, 2016, 44(22): 99–103.
- [15] 黄丹丹, 段云鹏, 付滔, 等. 评定高效液相色谱法测定植物油中苯并芘的不确定度[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(20): 7011–7014.
Huang DD, Duan YP, Fu T, et al. To evaluate the uncertainty of determination of benzopyrene in vegetable oil by HPLC [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(20): 7011–7014.
- [16] 宋鸽, 何娇, 李慧娟, 等. 分光光度法测定乳粉中亚硝酸盐含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(21): 7401–7405.
Song G, He J, Li HJ, et al. Evaluation of uncertainty in the determination of nitrite content in milk powder by spectrophotometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(21): 7401–7405.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



陈明, 工程师, 主要研究方向为食品接触材料检验检测。
E-mail: chenmingciq@126.com