

液相色谱法测定食用油中苯并(a)芘含量结果的不确定度评定

刘笑笑^{1,2}, 苗 茜^{1,2}, 张 滢¹, 丁 辉^{1,2*}, 彭 涛^{1,2}, 吴福祥^{1,2}, 周 围¹

(1. 兰州市食品药品检验所, 兰州 741250;
2. 甘肃省种植中药材外源性污染物监测工程研究中心, 兰州 741250)

摘 要: **目的** 评定液相色谱法测定食用油中苯并(a)芘含量结果的不确定度。**方法** 依据 GB 5009.27-2016 《食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定》测定食用油中苯并(a)芘的含量, 建立液相色谱-荧光检测器法测定食用油中苯并(a)芘的不确定度数学模型, 通过分析其测定的过程, 确定影响测定结果的不确定度主要分量来源, 并计算出扩展不确定度。**结果** 称样量约为 1 g 时, 测量结果为: 17.2 $\mu\text{g/kg}$, 扩展不确定度 U_p 为 1.3 $\mu\text{g/kg}$, 合成不确定度 $U_{C-\text{rel}}$ 为 $3.9 \times 10^{-2} \mu\text{g/kg}$, 包含因子 $k=2$ 。**结论** 建立了液相色谱-荧光检测法测定食用油中苯并(a)芘的测量不确定度评定方法。

关键词: 食用油; 液相色谱-荧光检测器; 苯并(a)芘; 不确定度

Evaluation of uncertainty in determination of benzo (a) pyrene in edible oil by liquid chromatography

LIU Xiao-Xiao^{1,2}, MIAO Qian^{1,2}, ZHANG Ying¹, DING Hui^{1,2*}, PENG Tao^{1,2}, WU Fu-Xiang^{1,2}, ZHOU Wei¹

(1. Lanzhou Institute of Food and Drug Control, Lanzhou 740050, China; 2. Engineering Research Center for Monitoring Exogenous Pollutants in Planting Chinese Medicinal in Gansu, Lanzhou 740050, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of the determination of benzo (a) pyrene content in edible oil by liquid chromatography. **Methods** The content of benzo (a) pyrene in edible oil was determined according to GB 5009.27-2016 "Determination of Benzo (a) pyrene in National Food Safety Standard Food". A mathematical model of uncertainty for the determination of benzo (a) pyrene in edible oil by liquid chromatography-fluorescence detector was established. By analyzing the determination process, the main component sources of uncertainty affecting the determination results were determined, and the extended uncertainty was calculated. **Results** When the weighing amount was about 1 g, the measurement result was 17.2 $\mu\text{g/kg}$, the extended uncertainty up was 1.3 $\mu\text{g/kg}$, the synthetic uncertainty $U_{C-\text{rel}}$ was $3.9 \times 10^{-2} \mu\text{g/kg}$, and the inclusion factor was $k=2$. **Conclusion** The uncertainty evaluation method for the determination of benzo (a) pyrene in edible oil by liquid chromatography-fluorescence detection is established.

KEY WORDS: edible oil; liquid chromatography-fluorescence detector; benzo (a) pyrene measurement; uncertainty

基金项目: 甘肃省食品药品重点研发项目(2017GSFDA003), 甘肃省市场监督管理局科技计划项目

Fund: Supported by Gansu Province Food and Drug Research Project (2017GSFDA003), Supported by Gansu Administration of market supervision Science and Technology Program

*通讯作者: 丁辉, 工程师, 主要研究方向为食品营养及安全性的研究。E-mail: 371676144@qq.com

*Corresponding author: DING Hui, Engineer, Lanzhou Institute for Food and Drug Control, Lanzhou 730000, China, E-mail: 371676144@qq.com

1 引言

食用油是指在食品制作过程中使用的动物或植物油脂,常见的有猪油、菜籽油、大豆油、花生油、橄榄油、芝麻油、山茶油、核桃油等。食用油与人类的生活密不可分,全世界每年将消耗掉上亿吨的食用油,世界上最大的油脂生产和消费国是中国。因此,食用植物油的质量安全倍受关注,食用油中苯类多环芳烃类化合物的污染,逐渐引起生产企业和监管部门的高度关注。苯并(a)芘是一类典型持久性有机污染物^[1-3]。世界各国规定了食用油脂中苯并(a)芘的最大残留限量^[4]。大部分的苯并(a)芘随着气体或者食物进入到人体后留在人体组织中,极少部分的苯并(a)芘随着代谢作用排到体外。食用了含有苯并(a)芘的食物后,进入到人体的苯并(a)芘会在人体肝、肺等器官作用下,形成诱发癌症的物质条件^[5-8]。故能否准确检测食用油中苯并(a)芘的含量,评定检测过程中的不确定度较为重要。苯并(a)芘较多采用液相色谱-荧光检测法(liquid chromatography-fluorescence detection)和气相色谱-质谱联用仪(gas chromatography-mass spectrometer, GC-MS)测定,气相质谱成本高,耗时长,一般用于工业材料的检测。液相色谱荧光检测法是检测食用油中苯并(a)芘含量最常见的方法。

测量不确定度能够合理地赋予各个被测量值的分散性,与测量结果相联系的参数^[9]。测量不确定度是判断测量结果质量准确性的重要依据,是评定测量条件和测量方法的重要指标^[10-12]。目前,食用油中的苯并(a)芘含量的不确定度评定不够全面,本文根据 GB 5009.27-2016《食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定》^[7]和 JJF 1059-2012《测量不确定度评定与表示》^[8]计量技术规范的要求^[9-12],对液相色谱-荧光检测器法测定食用油中苯并(a)芘的不确定度进行分析^[13]。以期对评定食用油中苯并(a)芘检测结果的可靠程度提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LC-20A 高效液相色谱仪(日本岛津公司); Milli-Q 超纯水仪(德国默克密理博公司); GVA50A 氮吹仪(美国 Organomation 公司); Eppendorf 5810R 高速冷冻离心机(德国艾本德曼公司); BSA2202S-CW 分析天平(美国梅特勒公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯,德国默克公司,纯度 $\geq 99.8\%$); 0.22 μm 有机系滤膜(天津津膜公司); 实验室用水为 Milli-Q 超纯水; 苯并(a)芘混合材料分子印迹柱(艾杰尔公司)。

标准物质: 苯并(a)芘(benzo[a] pyrene BaP)(99.0%, 德国 Dr.Ehrenstorfer 公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 色谱条件

色谱柱编号: SP-YX-48 C_{18} 柱(5.0 μm , 150 mm $\times$ 4.6 mm); 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$; 荧光检测器: 激发 384 nm 发射 406 nm; 恒比例: 乙腈: 水(82: 18); 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL 。

2.2.2 样品测定

样品处理: 取供试品 1.000 g 精密称定, 置于 10 mL 容量瓶中, 加入正己烷溶液溶解, 并定容至刻度, 旋涡混合 0.5 min, 待净化。

净化: 采用苯并(a)芘分子印迹柱, 依次用 5 mL 二氯甲烷及 5 mL 正己烷活化柱。准确移取待净化液 5.00 mL 转移进柱子, 待液面降至柱床时, 用 6 mL 正己烷淋洗柱子, 弃去流出液。用 6 mL 二氯甲烷洗脱并收集净化液到试管中。将净化液在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下氮气缓缓吹至近干, 准确吸取 1.0 mL 乙腈涡旋复溶 0.5 min, 过微孔滤膜后供液相色谱测定^[7]。

2.2.3 标准溶液的配制

精密称取对照品 99.0%L 苯并(a)芘 9.899 mg 至 50 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并定容, 配制成浓度为 0.196 mg/mL 的标准储备液, 精密取上述标准储备液 50.0 μL , 至 50 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并定容, 配制成浓度为 0.196 $\mu\text{g/mL}$ 的标准使用液; 分别准确吸取浓度为 0.196 $\mu\text{g/mL}$ 苯并(a)芘的标准使用液, 稀释并配制成浓度为: 0.9800、1.960、5.880、7.840、9.800、11.76、15.68、19.60 ng/mL 的系列标准使用液。

3 结果与分析

3.1 测量模型及不确定度来源

3.1.1 测量模型

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \times F$$

其中: X —试样中苯并(a)芘的含量, $\mu\text{g/kg}$;

C —由标准曲线查得的样液中苯并(a)芘的浓度, ng/mL;

V —试样定容体积, mL;

m —试样质量, g;

F —稀释倍数。

3.1.2 不确定度来源

依据国家计量技术规范 JJF1059.1-2014《测量不确定度评定与表示》^[8]分析苯并(a)芘的测定不确定因素来源, 主要来源有: 样品的称量、样品的前处理、重复性测试、加标回收率、标准储备液配制、标准系列溶液配制、拟合标准工作曲线等^[14-16]。

3.2 样品称重引入的相对标准不确定度 $u_{w,\text{rel}}$

(1) 万分之一天平的分辨率为 0.1 mg, 当称样量在 0~5 g 时, 最大允许误差为 ± 0.5 mg, 因此不确定度为:

$$u_1 = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.058 \text{ mg}$$

$$u_2 = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.29 \text{ mg}$$

(2) 供试品称样量约 1 g, 取 1 g 砝码, 重复称重至少 10 次, 标准偏差为 0.13 mg。

则: 称重的相对不确定度为:

$$u_{W, \text{rel}} = \frac{\sqrt{0.058^2 + 0.29^2 + 0.13^2}}{1 \times 1000} = 3.2 \times 10^{-4}$$

3.3 样品定容体积 V 的相对标准不确定度评定 $u_{v, \text{rel}}$

3.3.1 测量重复性引入的标准不确定度

选择本次试验用到的样品定容的 A 级 10 mL 单标线容量瓶, 对该容量瓶定容至少 10 次, 并通过称量重量求其标准偏差, 来评价容量瓶定容的重复性, 得到其标准偏差为 0.015 mL。

3.3.2 5 mL A 级单标线移液管引入的不确定度:

(1) 误差引起的不确定度

允许误差为 ± 0.015 mL, 依据三角分布, 则

$$u_1 = \frac{0.015}{\sqrt{6}} = 0.0061 \text{ mL}$$

(2) 温度效应引入的不确定度

假设移液过程在 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 条件下进行, 查得对水体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 则不确定度为

$$u_2 = \frac{5 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.0018 \text{ mL}$$

(3) 重复性产生的相对标准不确定度

对该移液管连续移液超过 10 次, 得到其标准偏差为 0.0004 mL。

则标准溶液稀释定容引入的标准不确定度为:

$$U_{v5, \text{rel}} = \frac{\sqrt{0.0061^2 + 0.0018^2 + 0.0004^2}}{5} = 1.27 \times 10^{-3}$$

3.3.3 温度引起的不确定度

依据实验室温湿度要求, 定容在 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 条件下进行, 查得该温湿度下对水体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 则不确定度为:

$$u_2 = \frac{100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.036 \text{ mL}$$

则定容产生的相对不确定度为:

$$u_{v0, \text{rel}} = \frac{\sqrt{0.015^2 + (1.27 \times 10^{-3})^2 + 0.036^2}}{100} = 0.39 \times 10^{-4}$$

3.4 测定用样液 V 的相对标准不确定度评定 $u_{v, \text{rel}}$

3.4.1 测量重复性引入的标准不确定度

选择本次试验用到的样液移取的 A 级 20 mL 单标线移液管重复测量超过 10 次, 并称重求其标准偏差来评定其容量配置的重复性, 得到其标准偏差为 0.018 mL。

3.4.2 移液管误差

20 mL 移液管允许误差为 0.03 mL, 服从正态分布, 则其不确定度为:

$$u_1 = \frac{0.03}{\sqrt{3}} = 0.017$$

3.4.3 温度引起的不确定度

假设定容在 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 条件下进行, 对水体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 则不确定度为:

$$u_2 = \frac{20 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.0072 \text{ mL}$$

则测定用样液 V 的相对不确定度为:

$$U_{v, \text{rel}} = \frac{\sqrt{0.018^2 + 0.017^2 + 0.0072^2}}{20} = 1.3 \times 10^{-3}$$

3.5 由标准物质引入的不确定度 $u_{c, \text{rel}}$

由标准物质求得结果 A 引入的不确定度, 包括物质的配制和标准曲线所引入的不确定度。

3.5.1 苯并(a)芘标准溶液引入的不确定度

苯并(a)芘标准溶液向国家标准物质中心采购, 纯度为 99.0%, 标准证书给出的相对扩展不确定度为 0.7%, 包含因子为 2, 则其引入的相对标准不确定度为:

$$u_B = \frac{0.007}{2} = 0.0035$$

3.5.2 配制苯并(a)芘标准使用溶液引入的不确定度

标准溶液稀释使用到 50 mL A 级容量瓶, 10 mL A 级容量瓶, 1 mL A 级单标线移液管, 其不确定度评定如下:

(1) 50 mL A 级容量瓶不确定度

允许误差 ± 0.010 mL, 假设服从三角分布, 则

$$u_1 = \frac{0.050}{\sqrt{6}} = 0.0205 \text{ mL}$$

温度效应引入的不确定度: $u_2 = \frac{10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} =$

0.0036 mL

重复性产生的相对标准不确定度: 连续定容 10 次, 并称其重量, 得到其标准偏差为 0.012 mL。

则标准溶液稀释定容引入的标准不确定度为:

$$u_{v50, \text{rel}} = \frac{\sqrt{0.0205^2 + 0.0036^2 + 0.012^2}}{100} = 2.41 \times 10^{-4}$$

(2) 10 mL A 级容量瓶不确定度

允许误差 ± 0.010 mL, 假设服从三角分布, 则

$$u_1 = \frac{0.010}{\sqrt{6}} = 0.0041 \text{ mL}$$

温度效应引入的不确定度: $u_2 = \frac{10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} =$

0.0036 mL

重复性产生的相对标准不确定度: 加水进行 10 次定容称重, 得到其标准偏差为 0.012 mL。

则标准溶液稀释定容引入的标准不确定度为:

$$u_{v10,rel} = \frac{\sqrt{0.0041^2 + 0.0036^2 + 0.012^2}}{100} = 1.39 \times 10^{-4}$$

(3) 1 mL A 级单标线移液管引入的不确定度

允许误差为 ± 0.008 mL, 误差成三角分布, 则

$$u_1 = \frac{0.008}{\sqrt{6}} = 0.0033 \text{ mL}$$

$$\text{温度效应引入的不确定度: } u_2 = \frac{1 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} =$$

0.00036 mL

重复性产生的相对标准不确定度: 重复称重 10 次, 得到其标准偏差为 0.0011 mL。

则标准溶液稀释定容引入的标准不确定度为:

$$u_{v1,rel} = \frac{\sqrt{0.0033^2 + 0.00036^2 + 0.0011^2}}{1} = 3.50 \times 10^{-3}$$

(4) 稀释因子引入的不确定度

标准溶液制备过程中使用 10 mL 容量瓶 11 次, 1 mL 移液管 12 次, 50 mL 容量瓶 2 次, 则相对不确定度为:

$$u_{x,rel} = \sqrt{u_{v10,rel}^2 \times 11 + 12 \times u_{v1,rel}^2 + 2 \times u_{v50,rel}^2}$$

$$= \sqrt{(1.39 \times 10^{-4})^2 \times 11 + 12 \times (3.5 \times 10^{-3})^2 + 2 \times (2.41 \times 10^{-4})^2} = 1.2 \times 10^{-3}$$

3.5.3 合成标准溶液配置引入的不确定度

$$u_{rel} = \sqrt{u_B^2 + u_{x,rel}^2} = \sqrt{0.0035^2 + (1.2 \times 10^{-3})^2} = 0.37 \times 10^{-2}$$

3.6 标准曲线拟合引入的不确定度

由标准曲线拟合引入的标准偏差可由下式标示:

$$u_c = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{s_{xx}}}$$

$$s_{xx} = \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2$$

$$\text{其中: } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (B_0 + B_1 C_i)]^2}{n-2}}$$

P ---被测样品的测量次数, 1;

n ---工作曲线的校准点测量次数, 7

C_0 ---被测样品浓度的平均值, 8.647 $\mu\text{g/mL}$

标准曲线: $Y = 56102X + 0$

标准曲线浓度及峰面积如表 1。

表 1 标准曲线浓度
Table 1 Concentration of standard curve

	标曲 第一个点	标曲 第二个点	标曲 第三个点	标曲 第四个点	标曲 第五个点	标曲 第六个点	标曲 第七个点
浓度/ $(\mu\text{g/mL})$	0.9800	1.960	3.920	7.840	11.76	15.68	19.60
峰面积	56189	102697	212179	430156	655413	876149	1111144
平均值/ $(\mu\text{g/mL})$	8.820						

S 计算:

第 1 个点: $[56189 - (56102 \times 0.9800 + 0)]^2$

第 2 个点: $[102697 - (56102 \times 1.960 + 0)]^2$

第 3 个点: $[212179 - (56102 \times 3.92 + 0)]^2$

.....

8 个点之和: $3443927s = \sqrt{\frac{3443927}{7-2}} = 829.9$

s_{xx} 计算:

$$s_{xx-Cu} = (0.9800 - 8.820)^2 + (1.960 - 8.820)^2 + (3.920 - 8.820)^2 + (7.840 - 8.820)^2 + (11.76 - 8.820)^2 + (15.68 - 8.820)^2 + (19.60 - 8.820)^2 = 305.4$$

代入计算:

$$u_c = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{s_{xx}}} = \frac{829.9}{56102} \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{7} + \frac{(8.647 - 8.82)^2}{305.4}} = 0.017$$

则标准曲线拟合引入的不确定度为:

$$U_{c,rel} = \frac{u_c}{c_0} = \frac{0.017}{17.2} = 0.00099$$

根据 A 类不确定度评定, 因重复性引入的相对不确定度为:

$$u_{c,rel} = \frac{u_{c-rel}}{\sqrt{n}} = \frac{0.00099}{\sqrt{2}} = 0.71 \times 10^{-3}$$

3.7 样品回收率引入的不确定度 $u_{(rec),rel}$

由于样品提取不完全或者固相萃取过程造成样品的污染或者苯并芘的挥发损失等, 不可能 100% 的加以回收, 本方法的加标回收率为 88.5~94.1%, 根据 JJF 1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》 $u^2_{(rec)} = (b_+ + b_-)^2 / 12$

$$b_+ = (100 - 94.1)\% = 5.9\% ; \quad b_- = (100 - 88.5)\% = 11.5\%$$

$$u_{(rec),rel} = \sqrt{\frac{(b_+ + b_-)^2}{12}} = \sqrt{\frac{(0.059 + 0.115)^2}{12}} = 0.037$$

3.8 重复测定 6 次引入的不确定度 $u_{r,rel}$

在重复性条件下, 对样品进行了 6 次独立测定, 测试结果如表 2 所示。

表 2 重复性测定
Table 2 Results of repeatability test

测定值/(μg/kg)						平均值/(μg/kg)	标准偏差 $S(C)$ /(μg/kg)
1	2	3	4	5	6		
16.7	16.6	16.1	16.3	17.5	16.7	17.2	0.48

$$u(c)=\frac{S(C)}{\sqrt{6}}=\frac{0.48}{\sqrt{6}}=0.196$$

$$u_{r,rel}=\frac{u(c)}{c}=\frac{0.196}{17.2}=0.011$$

重复测定 6 次引入的不确定度 $u_{r,rel}=1.1\times10^{-2}$ 。

3.9 合成不确定度 U_{C-rel}

$$U_{C-rel}=\sqrt{u_{w,rel}^2+u_{v0,rel}^2+u_{v,rel}^2+u_{c,rel}^2+u_{rel}^2+u_{(rec),rel}^2+u_{r,rel}^2}=\sqrt{(3.2\times10^{-4})^2+(0.39\times10^{-4})^2+(1.3\times10^{-3})^2+(0.37\times10^{-2})^2+(0.71\times10^{-3})^2+(3.7\times10^{-2})^2+(1.1\times10^{-2})^2}=0.039$$

3.10 扩展不确定度 U_p

$$X=\frac{C\times V\times1000}{m\times1000}\times F$$

$m_1=1.024\text{ g}$; $m_2=1.0010\text{ g}$ 带入上述公式计算含量的平均值为 $17.2\text{ }\mu\text{g/kg}$

$$U_{c(w)-x}\times u_{rel}=17.2\times0.039=0.67\text{ }\mu\text{g/kg}$$

扩展不确定度 $U_p=k\times U_{c(w)}$, 置信概率为 95%, $k=2$

则 $U_p=2\times0.67=1.3\text{ }\mu\text{g/kg}$

3.11 测量结果和不确定度报告

称样量约为 1 g 时, 测量结果为: $17.2\text{ }\mu\text{g/kg}$, 扩展不确定度 U_p 为 $1.3\text{ }\mu\text{g/kg}$,

合成不确定度 U_{C-rel} 为 $3.9\times10^{-2}\text{ }\mu\text{g/kg}$, 包含因子 $k=2$ 。

4 结 论

样品测量结果的不确定度的分量很多, 数值大小不同, 对测定结果的不确定度评定结果贡献也不同。液相色谱-荧光检测器测定食用油中的苯并(a)芘, 其主要不确定度来源为样品制备过程中萃取过程带来的不确定度以及曲线拟和时引入的不确定度, 其它分量相对较小。因此, 要想获得满意的结果, 应注意样品的萃取过程, 减少损失, 提高回收率, 曲线拟和也应给以同样重视。

参考文献

[1] 聂静, 钱岩, 段小丽, 等. 食品中多环芳烃污染的健康危害及其防治措施[J]. 环境与可持续发展, 2009, 33(4): 8-41.
Nie J, Qian Y, Duan XL, *et al.* Health hazards and prevention measures of polycyclic aromatic hydrocarbon pollution in food [J]. Environ Sustainable Dev, 2009, 33(4): 8-41.

[2] Wenzll T, Simon R, Kleiner J, *et al.* Analytical methods for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in food and the environment needed for new food legislation in the European Union [J]. Trends Anal Chem, 2006, (25): 716-725.
[3] 吕名蕊, 张骊, 李燕杰, 等. 植物油中多环芳烃脱出技术的研究[J]. 中国油脂, 2016, 7(41): 60-63.
Lv MR, Zhang L, Li YJ, *et al.* Study on the technology of removing Polycyclic aromatic hydrocarbon from vegetable oil for environment and sustainable development [J]. Chin Fat, 2016, 7(41): 60-63.
[4] Yebra-Pimentel I, Martinez-Carballo E, Regueiro J, *et al.* The potential of solvent minimized extraction methods in the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in fish oil [J]. Food Chem, 2013, 139(1-4): 1036-1043.
[5] Drabova L, Tomaniova M, Kalachova K, *et al.* Application of solid phase extraction and two dimensional gas chromatography coupled with time of flight mass spectrometry for fast analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils [J]. Food Control, 2013, 33(2): 489-497.
[6] Payanan T, Leepipatpiboon N, Varanusupakul P. Low-temperature clean up with solid phase extraction for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oils by reversed phase liquid chromatography with fluorescence detection [J]. Food Chem, 2013, 141(3): 2720-2726.
[7] GB5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定[S].
GB5009.27-2016 National standard for food safety-Determination of Bap in food [S].
[8] JJF1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF1059.1-2012 Evaluation and expression of measurement uncertainty [S].
[9] 倪育才. 实用测量不确定度评定[M]. 北京: 中国计量出版社, 2004.
Ni YC. Evaluation of uncertainty in practical measurement [M]. BeiJing: China Metrology Publishing, 2004.
[10] 刘立译. 量化分析测量不确定度指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2003.
Liu LY. Guide for measuring uncertainty in quantitative analysis [M]. China Metrology Publishing: China Metrology Publishing, 2003.
[11] 朱仁愿, 邱国玉, 张彩霞, 等. 评定 ICP-MS 法测定黄芩中重金属含量的不确定度[J]. 西部中医药, 2017, 30(3): 32-35.
Zhu RY, Qiu GY, Zhang CX, *et al.* The uncertainty evaluation of determination of heavy metals in HuangQi by ICP-MS [J]. West J Tradit Chin Med, 2017, 30(3): 32-35.
[12] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
GB/T 27404-2008 Standard for quality control of laboratories, physical and chemical testing of food [S].
[13] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulation of glass measuring apparatus in common use [S].
[14] 曹宏燕. 分析测试中测量不确定度及评定 第四部分实例(4): 标准溶

液配制、标定及稀释的不确定度评定[J]. 冶金分析, 2006, 26(1): 79–84.

Cao HY. Measurement uncertainty and evaluation in analysis and testing, part IV examples(4): Evaluation of uncertainty in preparation, calibration and dilution of standard solution [J]. Metall Anal, 2006, 26(1): 79–84.

- [15] 杨娟, 王立云, 杨龙华, 等. 测量不确定度在化学药物质量控制中的应用及研究进展[J]. 中国药师, 2020, 23(3): 530–534.

Yang J, Wang LY, Yang LH, *et al.* Application and research progress of measurement uncertainty in quality control of chemical drugs [J]. Chin Pharm, 2020, 23(3): 530–534.

- [16] 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.* Evaluation of uncertainty in the determination of Benzopyrene in vegetable oils by High-performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(20): 7011–7014.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



刘笑笑, 硕士研究生, 工程师, 主要研究方向为食用农产品营养与安全检测技术的研究。

E-mail: 371676144@qq.com



丁 辉, 工程师, 主要研究方向为食品营养及安全性的研究。

E-mail: 371676144@qq.com