

# 自动电位滴定法测定钙片中钙含量的 不确定度评定

李 锦, 秦晓娟, 付志斌, 燕 阔, 刘玉欣\*, 卢振敏, 常凤启, 高 佳

(河北省疾病预防控制中心, 石家庄 050021)

**摘要:** **目的** 评估自动电位滴定法测定钙片中钙含量的不确定度。**方法** 对自动电位滴定法测定钙片中钙含量的全过程进行分析, 建立数学模型, 分析各不确定度分量。根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》对各个不确定度分量进行评估, 计算扩展不确定度。**结果** 自动电位滴定法测定某品牌钙片中钙含量为  $(17.85 \pm 0.17)$  g/100 g,  $k=2$ 。**结论** 该方法不确定度较低, 结果可靠。

**关键词:** 自动电位滴定法; 钙片; 含量测定; 不确定度

## Uncertainty evaluation for the determination of calcium content in calcium tablets by automatic potentiometric titration

LI Jin, QIN Xiao-Juan, FU Zhi-Bin, YAN Kuo, LIU Yu-Xin\*, LU Zhen-Min, CHANG Feng-Qi, GAO Jia

(Hebei Provincial Center for Disease Control and Prevention, Shijiazhuang 050021, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the uncertainty for determination of calcium content in calcium tablets by automatic potentiometric titration. **Methods** The whole process of determination of calcium content in calcium tablets by automatic potentiometric titration was analyzed, a mathematical model was established, and various uncertainty components were analyzed. According to JJF 1059.1-2012 *Evaluation and expression of measurement uncertainty*, each uncertainty component was evaluated and the extended uncertainty was calculated. **Results** The content of calcium in a brand calcium tablet determined by automatic potentiometric titration was  $(17.85 \pm 0.17)$  g/100 g,  $k=2$ . **Conclusion** The uncertainty of this method is low and the results are reliable.

**KEY WORDS:** automaticpotentiometric titration; calcium tablets; content determination; uncertainty

## 1 引 言

不确定度是根据所用到的信息, 表征赋予被测量值分散性的非负参数<sup>[1]</sup>, 定量说明测量结果质量的一个参数, 测量结果的可靠性很大程度上取决于其不确定度的大小<sup>[2-5]</sup>。钙片作为钙补充剂被人们广泛使用, 通常采用滴定法来测定钙片中的钙含量<sup>[6]</sup>。随着自动电位滴定仪的普及, 越来越多的实验室采用自动电位滴

定代替手工滴定。利用自动电位滴定仪控制实验过程具有自动化高、快捷准确、干扰少、重现性好等特点<sup>[6]</sup>。本文结合实验室实际实验过程和测量数据, 根据 JJF1059. 1-2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[7]</sup>, 对使用自动电位滴定仪测定钙片中钙含量的方法进行不确定度评定, 分析并计算各个不确定度分量, 确定不确定度的主要来源<sup>[8-10]</sup>, 以为实验过程的质量控制和结果评估提供科学依据。

\*通讯作者: 刘玉欣, 主任技师, 主要研究方向为食品及饮用水质量与安全检测技术。E-mail: hbcde1208@163.com

\*Corresponding author: LIU Yu-Xin, Senior Technologist, Hebei Provincial Center for Disease Control and Prevention, Shijiazhuang 050021, China. E-mail: hbcde1208@163.com

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与试剂

809Titrand 自动电位滴定仪、钙复合电极(瑞士万通公司); AL204-IC 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); 微波消解仪(美国 CEM 公司)。

供试样品为市售某品牌钙片, 标签注明钙含量为 17 g/100 g; 所用化学试剂为氢氧化钠溶液(100 g/L)、硫化钠溶液(10 g/L)、柠檬酸钠溶液(14.7 g/L)、乙二胺四乙酸二钠标准溶液(ethylene diaminetetraacetic acid-2Na, EDTA-2Na)(0.050 mol/L)(编号为 GBW(E)080459)(中国计量科学研究院)。

### 2.2 标准使用溶液配制

准确吸取 EDTA-2Na 标准溶液 20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 摇匀, 浓度为 0.010 mol/L。临用现配。

### 2.3 样品处理和实验步骤

取 10 片样品片剂于研钵中充分研磨, 准确称取试样 0.3 g(精确至 0.0001 g), 于微波消解罐中, 加入 7 mL 硝酸, 按照微波消解的操作步骤进行消解。消解结束后冷却取出消解罐, 在电热板上于 140~160 °C 赶酸至 1 mL 左右。消解罐放冷后, 将消化液转移至 50 mL 容量瓶中, 用少量水洗涤消解罐 3~4 次, 合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度<sup>[11]</sup>。取 2 mL 消化液于烧杯中, 加入 0.1 mL 硫化钠溶液, 0.1 mL 柠檬酸钠溶液, 5 mL 氢氧化钠溶液, 加水至 50 mL, 以 EDTA-2Na 标准使用溶液作为滴定剂, 将滴定头和钙复合电极放入试样溶液中, 开始滴定, 仪器自动识别滴定终点, 记录结果。同时做试剂空白实验<sup>[12]</sup>。

### 2.4 建立数学模型<sup>[12]</sup>

建立数学模型如下:

$$X = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times V_2 \times 40.08}{m \times V_3 \times 1000} \times 100$$

式中:

$X$ -试样中钙的含量, g/100 g;

$C$ -EDTA-2Na 标准使用溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ -滴定试样溶液时所消耗的 EDTA-2Na 标准使用溶液的体积, mL;

$V_0$ -滴定空白溶液时所消耗的 EDTA-2Na 标准使用溶液的体积, mL;

$V_2$ -试样消化液的定容体积, mL;

$m$ -试样质量或移取体积, g;

$V_3$ -滴定用试样消化液的体积, mL。

## 3 结果与分析

### 3.1 不确定度来源分析

从测量过程和数学模型分析, 自动电位滴定法测定保健食品中钙含量的不确定度主要来自于以下几个方面: (1)重复性测量引入的不确定度 $u_{rel}(\bar{x})$ ; (2)样品称量引入的不确定度 $u_{rel}(m)$ ; (3)样品消化后定容引入的不确定度 $u_{rel}(V_3)$ ; (4)标准溶液引入的不确定度 $u_{rel}(V_2)$ ; (5)标准使用溶液消耗体积引入的不确定度 $u_{rel}(V_1)$ ; (6)滴定用试样消化液体积引入的不确定度 $u_{rel}(V_3)$ ; (7)回收率引入的不确定度; (8)自动电位滴定仪引入的不确定度 $u_{rel}(e)$ 。

### 3.2 各不确定度分量的计算

#### 3.2.1 重复性测定引入的不确定度 $u_{rel}(\bar{x})$

重复性测定引入的不确定度 $u_{rel}(\bar{x})$ 主要由样品的均匀性, 前处理过程的一致性, 仪器稳定性以及人员操作等重复性过程引入。平行称取 10 份试样, 每份 0.3000 g, 按 2.3 进行前处理和实验, 空白实验消耗滴定液 0.022 mL, 数据和结果见表 1。

表 1 试样中钙含量重复测定结果( $n=10$ )

Table 1 The results of repeated determination of calcium content in the sample( $n=10$ )

序号	样品称重 $m$ /g	消耗滴定液体积 $V_1$ /mL	扣除空白后体积 ( $V_1 - V_0$ )/mL	含量/(g/100 g)	平均含量 $\bar{x}$ /(g/100 g)	RSD%
1	0.3000	5.384	5.362	17.909	17.851	0.719
2		5.401	5.379	17.966		
3		5.322	5.300	17.702		
4		5.400	5.378	17.963		
5		5.381	5.359	17.899		
6		5.399	5.377	17.959		
7		5.321	5.299	17.699		
8		5.346	5.324	17.782		
9		5.404	5.382	17.976		
10		5.307	5.285	17.652		

单次测定结果的标准偏差根据贝塞尔公式计算得到

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.128 \text{ g}/100\text{g}, \text{ 重复性测定引入的标准不确定度 } u(\bar{x}) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} = 0.041, \text{ 相对标准不确定度 } u_{\text{rel}}(\bar{x}) = \frac{u(\bar{x})}{\bar{x}} = \frac{0.041}{17.851} = 0.0023.$$

### 3.2.2 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

应用分度值为 0.0001 g 的分析天平, 准确称量样品 0.300 g, 精确到小数点后第 4 位, 查阅天平检定证书, 在 0~50 g 范围内, 天平的允差绝对值为 0.0001 g, 由天平称量导致样品质量的不确定度按矩形分布,  $k=\sqrt{3}$ , 则标准不确定度  $u(m) = \frac{0.0001}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-5} \text{ g}$ , 相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(m) = \frac{5.77 \times 10^{-5}}{0.300} = 0.000192$ .

### 3.2.3 样品消化后定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_2)$

样品定容引入的不确定度因素主要包括 50 mL 容量瓶体积校准和温度变化。根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[13]</sup>, B 级 50 mL 容量瓶最大允许误差为 0.10 mL, 按照矩形分布  $k=\sqrt{3}$ , 则  $u(V_{2.1}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.058 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{2.1}) = \frac{0.058}{50} = 0.0012$ 。容量瓶标示值为 20 °C 校正值, 实验中控制室温为 20 °C±3 °C, 水的体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4}/\text{°C}$ , 明显大于玻璃的体积膨胀, 因此只考虑水的体积膨胀产生的不确定度。由温度变化引起的水的体积变化  $\Delta V = 50 \times 2.1 \times 10^{-4} \text{°C} \times 3 = 0.0315 \text{ mL}$ , 按照矩形分布, 则  $u(V_{2.2}) = \frac{0.0315}{\sqrt{3}} = 0.0182 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{2.2}) = \frac{0.0182}{50} = 3.64 \times 10^{-4}$ 。样品消化后定容引入的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_2) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{2.1}) + u_{\text{rel}}^2(V_{2.2})} = 0.00125$ 。

### 3.2.4 标准溶液浓度引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C)$

标准溶液引入的不确定度主要包括标准溶液本身的不确定度和稀释定容引入的不确定度。根据标准物质证书, EDTA-2Na 标准溶液的相对扩展不确定度为 0.001,  $k=2$ , 则标准溶液本身的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(C_1) = \frac{0.001}{2} = 0.0005$ 。

标准溶液稀释定容的不确定度主要由 20 mL 移液管和 100 mL 容量瓶引入。根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[13]</sup>, A 级 20 mL 移液管最大允差为 0.030 mL, 按照三角分布  $k=\sqrt{6}$ , 则  $u(V_{c1}) = \frac{0.03}{\sqrt{6}} = 0.0122 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{c1}) = \frac{0.0122}{20} = 0.000612$ 。移液管标示值为 20 °C 校正值, 实验中控制室温为 20 °C±3 °C, 只考虑水的体积膨胀产生的不确定度。由温度变化引起的水的体积变化  $\Delta V = 20 \times 2.1 \times 10^{-4} \text{°C} \times 3 = 0.0126 \text{ mL}$ , 按照矩形分布, 则  $u(V_{c2}) = \frac{0.0126}{\sqrt{3}} = 0.00727 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{c2}) = \frac{0.00727}{20} = 0.000364$ 。那么 20 mL 移液管的不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{20}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{c1}) + u_{\text{rel}}^2(V_{c2})} = 0.000712$ 。同法, 计算 100 mL 容量瓶的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{100}) = 0.00121$ 。

合并上述不确定度分量得到由标准溶液浓度引入的相对

$$\text{标准不确定度 } u_{\text{rel}}(C) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_1) + u_{\text{rel}}^2(V_{20}) + u_{\text{rel}}^2(V_{100})} = 0.00149.$$

### 3.2.5 标准使用溶液消耗体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_1)$

标准使用溶液消耗体积的不确定度是由电位滴定仪加液单元引入的。本实验滴定使用的加液单元为 10 mL, 根据 JJG 814-2015《自动电位滴定仪检定规程》<sup>[14]</sup>最大允许误差为 0.025 mL, 按照三角分布  $k=\sqrt{6}$ , 则  $u(V_{1.1}) = \frac{0.025}{\sqrt{6}} = 0.0102 \text{ mL}$ , 滴定液平均消耗体积为 5.344 mL, 那么  $u_{\text{rel}}(V_{1.1}) = \frac{0.0102}{5.344} = 0.00191$ 。控制室温为 20 °C±3 °C, 只考虑水的体积膨胀产生的不确定度, 那么由温度变化引起的水的体积变化  $\Delta V = 5.344 \times 2.1 \times 10^{-4} \text{°C} \times 3 = 0.00337 \text{ mL}$ , 按照矩形分布, 则  $u(V_{1.2}) = \frac{0.00337}{\sqrt{3}} = 0.00195 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{1.2}) = \frac{0.00195}{5.344} = 0.000365$ 。标准使用溶液消耗体积引入的不确定度  $u_{\text{rel}}(V_1) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{1.1}) + u_{\text{rel}}^2(V_{1.2})} = 0.00195$ 。

### 3.2.6 滴定用试样消化液体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_3)$

使用 2 mL 移液管移取 2 mL 试样消化液至烧杯, 根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[13]</sup>, 2 mL A 级移液管最大允许误差为 0.010 mL, 按照三角分布  $k=\sqrt{6}$ , 则  $u(V_{3.1}) = \frac{0.010}{\sqrt{6}} = 0.00408 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{3.1}) = \frac{0.00408}{2} = 0.00204$ 。控制室温为 20 °C±3 °C, 只考虑水的体积膨胀产生的不确定度, 那么由温度变化引起的水的体积变化  $\Delta V = 2 \times 2.1 \times 10^{-4} \text{°C} \times 3 = 0.00126 \text{ mL}$ , 按照矩形分布, 则  $u(V_{3.2}) = \frac{0.00126}{\sqrt{3}} = 0.000728 \text{ mL}$ ,  $u_{\text{rel}}(V_{3.2}) = \frac{0.000728}{2} = 0.000364$ 。滴定用试样消化液体积引入的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_3) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{3.1}) + u_{\text{rel}}^2(V_{3.2})} = 0.00207$ 。

### 3.2.7 回收率引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{R})$

样品前处理过程中有可能会造成钙的损失或污染, 需要通过加标实验考察方法的回收率, 根据回收率数据评估回收率引入的不确定度<sup>[15]</sup>, 并判断测量结果是否需要修正。取 3.2.4 中 10 次测定结果的平均值 17.851 g/100 g 作为该样品中钙含量的本底值, 称取 10 份 0.300 g 样品, 分别加入 30 mg 钙, 按 2.3 进行前处理并测定钙含量, 计算回收率, 结果见表 2。

$$\text{回收率的标准偏差 } s(R) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{n-1}} = 0.00570, \text{ 标准不确定度 } u(\bar{R}) = \frac{s(R)}{\sqrt{n}} = \frac{0.00570}{\sqrt{10}} = 0.00180,$$

$$\text{相对标准不确定度 } u_{\text{rel}}(\bar{R}) = \frac{u(\bar{R})}{\bar{R}} = \frac{0.00180}{1.003} = 0.0018.$$

对加标回收率进行  $t$  检验, 以确定计算结果是否需要用加标回收率修正。 $t = \frac{|1-\bar{R}| - |1-1.003|}{u(\bar{R})} = \frac{0.003}{0.00180} = 1.67$ 。查  $t$  值表, 在自由度为 9, 95% 置信概率下的  $t_{95}(v)$  为 2.26,  $t < t_{95}(v)$ , 说明回收率  $R$  与 1 之间不存在显著性差异, 结果可以不用回收率进行修正。

表 2 加标回收率结果( $n=10$ )  
Table 2 The recovery results( $n=10$ )

本底值/ (g/100 g)	$C_{\text{加标}}/(g/100 g)$	加标量/ (g/100 g)	回收率( $R$ )
	27.806		0.995
	27.909		1.006
	27.956		1.010
	27.876		1.002
	27.946		1.009
17.851	27.832	10.0	0.998
	27.882		1.003
	27.922		1.007
	27.912		1.006
	27.792		0.994
平均值	27.883		1.003

### 3.2.8 自动电位滴定仪引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(e)$

查阅本实验所使用电位滴定仪的校准证书,该仪器电计示值误差为 0.01%FS,  $k=2$ ,由仪器引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(e) = \frac{0.01\%}{2} = 0.00005$ 。

### 3.3 计算本方法的合成相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x)$ 和扩展不确定度 $U$

将 3.2 中的各不确定度分量进行合并,得到本方法的合成相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\bar{x}) + u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(V_2) + u_{\text{rel}}^2(C) + u_{\text{rel}}^2(V_1) + u_{\text{rel}}^2(V_3) + u_{\text{rel}}^2(\bar{R}) + u_{\text{rel}}^2(e)}$$

$$= \sqrt{0.0023^2 + 0.000192^2 + 0.00125^2 + 0.00149^2 + 0.00195^2 + 0.00207^2 + 0.0018^2 + 0.00005^2} = 0.0046。$$

合成标准不确定度  $u(x) = u_{\text{rel}}(x) \times \bar{x} = 0.0046 \times 17.851 \frac{\text{g}}{100 \text{g}} = 0.082 \text{ g}/100 \text{g}$ 。95%置信概率下取包含因子  $k=2$ ,则扩展不确定度  $U = 2 \times u(x) = 2 \times 0.082 \text{ g}/100 \text{g} = 0.17 \text{ g}/100 \text{g}$ 。

综上,用自动电位滴定法测定钙片中钙含量,该试样中钙含量为 $(17.85 \pm 0.17) \text{ g}/100 \text{g}$ ,  $k=2$ 。

### 3.4 相对标准不确定度分量汇总

将上述各不确定度分量汇总于表 3,可以看出重复性测量对本方法的合成不确定度影响最大,滴定用试样消化液体积、标准使用溶液消耗体积、回收率、标准溶液以及样品消化后定容对合成不确定度也有一定影响。因此实验过程中可通过增加重复测量次数,严格控制样品称量、移取,标准溶液配制,样品加标等操作的质量来降低方法的不确定度,提高结果可靠性。

表 3 相对标准不确定度分量汇总表  
Table 3 Summary of the relative standard uncertainty components

各不确定度分量	相对标准不确定度	所占百分比/%
重复性测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{x})$	0.0023	20.7
样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$	0.000192	1.7
样品消化后定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_3)$	0.00125	11.3
标准溶液引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_2)$	0.00149	13.4
标准使用溶液消耗体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_1)$	0.00195	17.6
滴定用试样消化液体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_3)$	0.00207	18.6
回收率引入的不确定度	0.0018	16.2
自动电位滴定仪引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(e)$	0.00005	0.5

## 4 结 论

本文全面分析了自动电位滴定法测定钙片中钙含量实验过程中的各个因素,评估出相应的不确定度分量,并计算出合成不确定度和扩展不确定度。结果表明,所建立的自动电位滴定法测定保健食品中钙含量的方法不确定度较低,方法可控性较强,结果可靠,可以完全满足实验需求,具有一定的实用性。

## 参考文献

- [1] 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].
- [2] 倪育才. 实用测量不确定度评定(第 5 版)[M]. 北京: 中国质检出版社, 2016. Ni YC. Practical measurement uncertainty evaluation (V) [M]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2014.

- [3] 刘晶晶, 梁智渊, 李筱玲, 等. 电位滴定法测定格列齐特片含量的不确定度评定[J]. 中国药物评价, 2019, 36(1): 26–30.  
Liu JJ, Liang ZY, Li XL, *et al.* Valuation of uncertainty for determination of gliclazide tables by potentiometric titration [J]. Chin J Drug Eval, 2019, 36(1): 26–30.
- [4] 朱军生, 王一梅, 刘德丰, 等. 电位滴定法测定戊二醛消毒灭菌剂含量的不确定度评定[J]. 中国消毒学杂志, 2017, 34(3): 207–209.  
Zhu JS, Wang YM, Liu DF, *et al.* Uncertainty evaluation for glutaraldehyde quantitative analysis by potentiometric titration [J]. Chin J Disinf, 2017, 34(3): 207–209.
- [5] 史群峰, 徐赟. 电位滴定法测定阿伦膦酸钠含量的不确定度评估[J]. 临床医药文献杂志, 2015, 2(2): 266–267.  
Shi QF, Xu Y. Evaluation of uncertainty in the determination of alendronate by potentiometric titration [J]. J Clin Med Literat, 2015, 2(2): 266–267.
- [6] 胡曙光, 梁春穗, 王静, 等. 自动电位滴定法测定高钙食品中钙的方法研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(1): 57–58.  
Hu SG, Liang CH, Wang J, *et al.* Determination of calcium in high calcium food by automatic potentiometric titration [J]. Chin J Health Lab Technol, 2006, 16(1): 57–58.
- [7] 郝玉林. 化学分析测量不确定度评定应用实例[M]. 北京: 中国质检出版社, 2011.  
Hao YL. Application of uncertainty evaluation in chemical analysis [M]. Beijing: China Quality Inspection press, 2011.
- [8] Arrow KJ, Lind RC. Uncertainty and the evaluation of public investment decisions [J]. J Nat Res Policy Res, 2014, 6(1): 29–44.
- [9] 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 uncertainty measurement in quality control of chemical medicines [J]. China Pharm, 2020, 23(3): 530–534.
- [10] 陆明, 范国荣, 汪杨, 等. 测量不确定度在药品检测领域的研究进展[J]. 中国药事, 2013, 27(5): 485–492.  
Lu M, Fan GR, Wang Y, *et al.* Research progress of measurement uncertainty in drug detection [J]. Chin Pharm Affairs, 2013, 27(5): 485–492.
- [11] GB 5009.92–2016 食品安全国家标准食品中钙的测定[S].  
GB 5009.92–2016 National food safety standard-Determination of calcium in food [S].
- [12] DB 13/T 5016–2019 保健食品中钙的测定自动电位滴定法[S].  
DB 13/T 5016–2019 Determination of calcium in health food by automatic potentiometric titration [S].
- [13] JJG 196–2006 常用玻璃量器检定规程[S].  
JJG 196–2006 Verification regulation of working glass container [S].
- [14] JJG 814–2015 自动电位滴定仪检定规程[S].  
JJG 814–2015 Verification regulation of automatic potentiometric titrators [S].
- [15] 占永革, 龚剑, 黄湘燕. 关于化学分析回收率不确定度评估公式的思考[J]. 广州大学学报(自然科学版), 2014, 13(3): 40–45.  
Zhan YG, Gong J, Huang XY. Some thinkings about uncertainty evaluation formula of recovery rate in chemical analysis [J]. J Guangzhou Univ (Nat Sci Ed), 2014, 13(3): 40–45.

(责任编辑: 王 欣)

## 作者简介



李 锦, 副主任技师, 硕士, 主要研究方向为食品与饮用水理化检测技术。  
E-mail: 270823929@qq.com



刘玉欣, 主任技师, 主要研究方向为食品及饮用水质量与安全检测技术。  
E-mail: hbcdc1208@163.com