高效液相色谱-串联质谱法测定甘草中赭曲霉毒素 A 的不确定度评定

胡 玲^{1,2}, 马 侦¹, 王如坤¹, 贾江钢¹, 康传志³, 杨 健^{3*}

(1. 宁波海关技术中心, 宁波 315000; 2. 宁波检验检疫科学技术研究院, 宁波 315000;
3. 中国中医科学院中药资源中心道地药材国家重点实验室培育基地, 北京 100700)

摘 要: **目的** 评定高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定甘草中赭曲霉毒素 A(ochratoxin A, OTA)的不确定度。**方法** 采用 HPLC-MS/MS 法, 以 ¹³C-稳定同位素标记的 OTA 为内标, 测定甘草中 OTA 含量; 建立数学模型, 对测量重复性、标准曲线、样品前处理等不确定度来源进行分析和评定, 得出合成标准不确定度和扩展不确定度。**结果** 当甘草中 OTA 的含量为 7.59 μg/kg 时, 其扩展不确定度为 0.50 μg/kg(k=2)。**结论** 该方法测定甘草中 OTA 含量的不确定度总体较小, 测量不确定度的主要来源为标准曲线拟合, 其次为测量重复性和标准曲线溶液配制, 需要在实际操作过程中进行注意。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 甘草; 赭曲霉毒素 A; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of ochratoxin A in licorice by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

HU Ling^{1,2}, MA Zhen¹, WANG Ru-Kun¹, JIA Jiang-Gang¹, KANG Chuan-Zhi³, YANG Jian^{3*}

(1. Ningbo Customs Technical Center, Ningbo 315000, China; 2. Ningbo Academy of Inspection and Quarantine, Ningbo 315000, China; 3. National Resource Center for Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination of ochratoxin A (OTA) by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The concentration of OTA in licorice was determined by HPLC-MS/MS, using ¹³C-stable isotope labeled OTA as internal standard. Mathematical model was established to analyze and evaluate the sources of uncertainty such as measurement repeatability, standard curve, sample pretreatment, and the combined standard uncertainty and expanded uncertainty were determined. **Results** When the concentration of OTA in licorice was 7.59 μg/kg, its expanded uncertainty was 0.50 μg/kg (k=2). **Conclusion** The overall uncertainty of the method is low, and the main source of uncertainty results is from standard curve fitting, followed by measurement repeatability and standard curve solution preparation, which needs to be paid attention to in the actual operation process.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; licorice; ochratoxin A; uncertainty

基金项目: 中央本级重大增减支项目(2060302)、国家自然科学基金青年科学基金项目(81603241)

Fund: Supported by the Key Project at Central Government Level (2060302) and National Natural Science Foundation of China (81603241)

*通讯作者: 杨健, 博士, 主要研究方向为中药资源。E-mail: yangchem2012@163.com

*Corresponding author: YANG Jian, Ph.D, National Resource Center for Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China. E-mail: yangchem2012@163.com

1 引言

甘草为多年生草本植物甘草(*Glycyrrhiza uralensis* Fisch.)、胀果甘草(*Glycyrrhiza inflata* Bat.)和光果甘草(*Glycyrrhiza glabra* L.)的干燥根和根茎,是一味常用药食同源类中药材,具有清热解毒、去痰止咳、抗菌、抗病毒、抗炎症、降糖等功效^[1-3]。除了药用之外,甘草还被广泛用于糖果、饮料等食品中^[4]。

甘草主要产于我国干旱、半干旱荒漠草原地区^[5],由于产地气候环境干燥,发霉情况较少,但其在加工、运输和储存期间,则容易受到曲霉属(*Aspergillus*)、青霉属(*Penicillium*)等真菌的污染^[6],进而可能产生多种对人体有害的真菌毒素,其中,甘草中的赭曲霉毒素 A(ochratoxin A, OTA)近年来已引起了国内外的广泛关注,在我国、西班牙、意大利等国的甘草及其制品中均有检出^[7-9]。OTA 的毒性包括肾毒、免疫系统毒性、致癌、致畸等^[9,10],被国际癌症研究机构(International Agency for Research on Cancer, IARC)列为 2B 类致癌物^[11],欧盟对甘草及其提取物制定了限量标准^[9],规定甘草中 OTA 的含量不得超过 20 g/kg^[12]。

目前国内外常用的 OTA 检测方法有高效液相色谱法^[13](high performance liquid chromatography, HPLC)、高效液相色谱-串联质谱法^[14](HPLC-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)和酶联免疫吸附测定法^[15]等,但关于测量不确定度的文献报道很少见。邵亮亮等^[16]评定了 HPLC 法测定粮食中 OTA 含量的不确定度,而有关 HPLC-MS/MS 法的不确定度则未见报道。由于甘草的基质成分较谷物等粮食更为复杂,给准确测定其中的微量成分 OTA 带来了一定的难度,为了评价检测方法的可靠性,有必要进行相关不确定度的考察。本研究采用灵敏度和准确度较高的 HPLC-MS/MS 法测定甘草中 OTA 含量,并根据 CNAS-GL006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[17]和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[18],对测量不确定度来源进行分析,评定测量不确定度,以期为评价测量方法和结果的可靠性提供科学依据,为甘草的相关检测工作提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LC-30AD 高效液相色谱仪(日本岛津公司); AB

SciexQtrap 5500 质谱仪(美国 AB Sciex 公司); N-Evap 112 氮吹仪(美国 Organomation 公司); Sorvall ST 40R 离心机(美国 Thermo 公司); Mettler Toledo MS205DU 万分之一天平(瑞士梅特勒-托利多公司); Multi Reax 振荡器(德国 Heidolph 公司); Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

OTA 和^{[13]C₂₀}-OTA 标准物质、OTA 免疫亲和柱(immunoaffinity column, IAC)(10 μg/mL, 奥地利 Romer Labs 公司); 甲醇、甲酸(色谱纯, 美国 Tedia 公司); 磷酸盐缓冲液(phosphate buffered saline, PBS)(pH 7.2, 德国默克公司); 0.22 μm 尼龙滤膜(北京迪马公司); 实验用水为 Milli-Q 超纯水。

甘草样品购于中药店。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

甘草样品用粉碎机粉碎后,过 60 目筛。用万分之一天平称取 5.0 g(精确至 0.001 g)样品粉末,加入 20 mL 甲醇-水(80:20, V/V)溶液,振荡提取 30 min, 5000 r/min 离心 5 min, 取 4 mL 上清,加入 1 ng ^{[13]C₂₀}-OTA(100 μL×10 ng/mL),用 12 mL PBS 稀释后过 IAC 柱,以 2×10 mL PBS 冲洗,用 3 mL 甲醇洗脱 OTA,收集洗脱液,用氮气吹至约 0.5 mL,过 0.22 μm 滤膜,上机测试。

2.2.2 仪器条件

液相色谱条件:安捷伦 Eclipse XDB-C₈ 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 柱温 40 °C; 流动相:0.1%甲酸水溶液(A)-甲醇(B); 流速:0.8 mL/min, 进样量 5 μL。梯度洗脱程序:0~2.5 min, 40% B; 2.5~6.0 min, 40%~100% B; 6.0~8.0 min, 100% B; 8.0~9.0 min, 100%~40%B; 9.0~10.0 min, 40% B。

质谱条件:电喷雾电离(electrospray ionization, ESI)离子源,正离子扫描,多反应监测(multi-reaction monitor, MRM)模式,监测离子参数见表 1。

2.2.3 标准曲线绘制

用移液枪和容量瓶配制 OTA 标准物质储备溶液和工作溶液(稀释用溶剂为甲醇),并配制 OTA:^{[13]C₂₀}-OTA 浓度比分别为 1:10、1:5、1:2、1:1、2:1、5:1、10:1 的系列标准溶液,上机测试后,以 OTA 与内标的峰面积比值对 OTA 与内标的浓度比值绘制标准曲线,采用最小二乘法进行线性拟合,获得线性回归方程。

表 1 赭曲霉毒素 A 及内标的质谱参数

Table 1 MS parameters of ochratoxin A and its internal standard

待测物	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
OTA	404	239*, 221	70, 70	31, 50
^{[13]C₂₀} -OTA	424	250*	145	31

*定量离子

3 结果与分析

3.1 数学模型

甘草样品中 OTA 的含量 x 计算公式为:

$$x = \frac{r \times n \times V_1 \times 1000}{V_2 \times m \times 1000}$$

式中,

x 试样中 OTA 的含量, $\mu\text{g}/\text{kg}$;

r 进样溶液中 OTA 与内标的浓度比值, 根据标准曲线得出;

n 免疫亲和柱净化前加入的内标量, ng ;

V_1 —试样提取液体积, mL ;

V_2 —用于免疫亲和柱净化的试样上清液体积, mL ;

m —试样的称样量, g ;

1000—换算系数。

3.2 不确定度来源分析

通过对测量过程和含量计算公式的分析可知, 甘草样品中 OTA 含量测定的不确定度主要有以下来源:

测量重复性引入的不确定度;

标准曲线引入的不确定度, 包括: 标准物质引入的不确定度, 标准曲线溶液配制过程引入的不确定度, 标准曲线拟合引入的不确定度;

样品前处理过程引入的不确定度, 包括: 样品称量引入的不确定度, 量取提取液引入的不确定度, 添加内标引入的不确定度。

3.3 不确定度分量的量化

3.3.1 重复性引入的不确定度

对同一甘草样品按照 2.2 中的步骤进行 10 次重复性测定, 测定值分别为 7.946、7.299、7.898、7.321、7.867、7.966、7.279、7.045、8.071、7.211 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 平均值 $\bar{x}$ 为: 7.590 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。将结果代入下式计算标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i - \bar{x}}{n-1}}$$

式中 $n=10$, 得 $s = 0.390 \mu\text{g}/\text{kg}$, 则测量重复性引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(1) = \frac{s}{\bar{x} \times \sqrt{10}} = 0.01625。$$

3.3.2 标准曲线引入的不确定度

(1) 标准物质溶液引入的不确定度

OTA 标准物质证书给出的标准值为 10.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 扩展不确定度为 0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($k=2$), 则由 OTA 标准物质引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(2) = \frac{0.08}{2 \times 10.05} = 0.00398。$$

(2) 标准曲线溶液配制引入的不确定度

标准曲线配制过程的不确定度主要来源于量具自身的误差及溶剂在使用过程中因环境温度引起的体积变化。该过程使用检定合格的 10 mL 容量瓶与计量合格的移液枪。根据 JJG 196-2006 《常用玻璃量器》^[19] 检定规程的规定, 10 mL 容量瓶(A 级)的容量允差为 $\pm 0.02 \text{ mL}$, 由此引入的不确定度根据 JJF 1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》按 B 类不确定度、采用均匀分布 ($k=\sqrt{3}$) 计算, 因此, 由容量瓶允差引入的相对不确定度为 $\frac{0.02}{10 \times \sqrt{3}} = 1.15 \times 10^{-3}$ 。移液枪的扩展不确定度由有效期内的校准证书给出, 100 μL (使用体积 100 μL)、200 μL (使用体积 200 μL)、1 mL 移液枪 (使用体积 0.5 mL)、1 mL 移液枪 (使用体积 1 mL) 的扩展不确定度 $U(k=2)$ 分别为: 0.15、0.5、0.5、1.5 μL , 由移液枪引入的相对不确定度计算公式为: $\frac{U}{k \times V}$ 。量具在 20°C 检定或校准, 而实验室温度范围为 (20 $\pm$ 4) °C, 查得甲醇的体积膨胀系数为 $1.2 \times 10^{-3}/^\circ\text{C}$, 则由温度波动引入的相对不确定度为 (按均匀分布 $k=\sqrt{3}$): $u_{\text{rel}}(\text{温度}) = \frac{1.2 \times 10^{-3} \times 4}{\sqrt{3}} = 2.77 \times 10^{-3}$ 。由标准曲线溶液配制过程引入的不确定度分量详见表 2, 乘以使用次数合成后, 标准曲线溶液配制引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(3) = \sqrt{\frac{(12 \times 2.87^2 + 2 \times 3.04^2 + 2 \times 2.81^2 + 2.87^2 + 2 \times 3.00^2) \times 10^{-3 \times 2}}{}} = 0.01262。$$

(3) 标准曲线拟合引入的不确定度

标准曲线采用最小二乘法进行线性拟合, 所得回归方程为: $Y=2.7541X - 0.1526$, 相关系数 $r^2=0.9957$, 其中 Y 为 OTA 与内标的峰面积比值, X 为 OTA 与内标的浓度比值。由此引入的不确定度按以下公式计算:

表 2 标准曲线溶液配制中引入的不确定度

Table 2 Uncertainty introduced by standard curve solution preparation

量具	使用体积	使用次数	$u_{\text{rel}}(\text{量具})$	$u_{\text{rel}}(\text{温度})$	合成 u_{rel}
100 μL 移液枪	100 μL	12	7.5×10^{-4}	2.77×10^{-3}	2.87×10^{-3}
200 μL 移液枪	200 μL	2	1.25×10^{-3}	2.77×10^{-3}	3.04×10^{-3}
1 mL 移液枪	500 μL	2	5×10^{-4}	2.77×10^{-3}	2.81×10^{-3}
1 mL 移液枪	1 mL	1	7.5×10^{-4}	2.77×10^{-3}	2.87×10^{-3}
10 mL 容量瓶	10 mL	2	1.15×10^{-3}	2.77×10^{-3}	3.00×10^{-3}

$$u = \frac{s_e}{a} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

式中, s_e 为残差的标准偏差, 计算公式为 $s_e = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n |y_i - \hat{y}_i|^2}{n-2}}$, 其中 a 为标准曲线的斜率, b 为标准曲线的截距, y_i 为 OTA 与内标的峰面积仪器响应值的比值; $\hat{y}$ 为通过标准曲线拟合所得的 OTA 与内标的峰面积比值, $\hat{y}_i = ax_i + b$; P 为样品的平行测定次数, $P=10$; n 为标准曲线的数据点数, $n=7$; x_0 为样品中 OTA 与内标的浓度比值, 多次平行测定时取平均值; $\bar{x}$ 为标准曲线各点 OTA 与内标浓度比值的平均值。

由标准曲线拟合引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(4) = \frac{0.0952}{0.3631} \sqrt{\frac{1}{10} + \frac{1}{7} + 0.3014 \times \frac{1}{7.590}} = 0.02549.$$

3.3.3 样品前处理过程引入的不确定度

(1) 样品称量引入的不确定度

实验过程使用万分之一电子天平称量样品, 由此引入的不确定度为 B 类不确定度, 该天平有效期内的校准证书显示: 试验载荷为 5.0 g 时, 其扩展不确定度 $U=0.00016 \text{ g}(k=2)$ 。

因此, 由样品称量引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(5) = \frac{0.00016}{2 \times 5.0} = 1.6 \times 10^{-5}.$$

(2) 量取提取液引入的不确定度

样品提取时使用 20 mL 移液管量取甲醇-水(80:20, V/V)提取溶液, 根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器》检定规程的规定, 20 mL 移液管(A 级)的容量允差为 $\pm 0.03 \text{ mL}$, 由此引入的不确定度按照均匀分布($k=\sqrt{3}$)计算, 由移液管允差引入的相对不确定度为 $\frac{0.03}{20 \times \sqrt{3}} = 8.66 \times 10^{-4}$ 。样品提取后, 用 5 mL 移液枪量取 4 mL 上清液过免疫亲和柱净化, 根据该移液枪有效期内的校准证书提供的信息可知, 其扩展不确定度 $U=2.0 \mu\text{L}(k=2)$, 故由此引入的相对不确定度为 $\frac{2.0}{4000 \times 2} = 2.5 \times 10^{-4}$ 。

根据制造商提供的信息, 移液管校准温度为 $20 \text{ }^\circ\text{C}$, 而实验室温度为 $(20 \pm 4) \text{ }^\circ\text{C}$, 查得甲醇和水的体积膨胀系数分别为 1.2×10^{-3} 和 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 则由温度波动引起的甲醇-水(80:20, V/V)提取液的体积变化为 $(1.2 \times 10^{-3} \times 0.8 + 2.1 \times 10^{-4} \times 0.2) \times 4 \times 20 = 0.08 \text{ mL}$, 按均匀分布计算($k=\sqrt{3}$), 则由温度变化引入的相对不确定度为: $\frac{0.08}{\sqrt{3} \times 20} = 0.00231$ 。同理可得移液枪量取 4 mL 上清液时由温度变化引入的相对不确定度为 0.00231。

因此, 量取提取液引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(6) = \sqrt{\frac{(8.66 \times 10^{-4})^2 + (2.5 \times 10^{-4})^2}{2 \times 0.00231^2}} = 0.00339.$$

(3) 添加内标引入的不确定度

样品前处理过程中使用 $100 \mu\text{L}$ 移液枪添加 [$^{13}\text{C}_{20}$]-OTA 内标, 根据该移液枪有效期内的校准证书提供的信息可知, 量取液体体积为 $20 \mu\text{L}$ 时, 其扩展不确定度

$U=0.08 \mu\text{L}(k=2)$ 。因此, 添加内标引入的不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(7) = \frac{0.08}{2 \times 20} = 0.002.$$

3.4 不确定度的合成

3.3 中各种不同来源的不确定度分量相互独立, 故可采用下式合成相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{\sum_{i=1}^7 u_{\text{rel}}^2(x_i)} = \sqrt{\frac{0.01625^2 + 0.00398^2 + 0.01262^2 + 0.02549^2 + (1.6 \times 10^{-5})^2 + 0.00339^2 + 0.002^2}{0.03323}}$$

合成标准不确定度为:

$$u = \bar{x} \times u_{\text{rel}}(x) = 7.590 \times 0.03323 = 0.25223.$$

取 0.95 置信概率, 包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U = k \times u = 0.50447.$$

甘草中的赭曲霉毒素 A 含量最终结果报告为:

$$\omega = (7.59 \pm 0.50) \mu\text{g}/\text{kg}, k=2.$$

4 结论与讨论

本研究采用高效液相色谱-串联质谱法, 结合使用稳定同位素内标及免疫亲和柱净化, 测定了甘草中的赭曲霉毒素 A, 并对测量不确定度进行了分析和计算。结果表明, 该方法的总体不确定度较小, 不确定度的主要来源为标准曲线拟合, 其次为测量重复性和标准曲线溶液配制, 而标准物质溶液、量取提取液和添加内标引入的不确定度较小, 样品称量引入的不确定度则可以忽略不计。因此, 实验过程需严格控制标准曲线校准和标准曲线溶液配制过程, 并重视实验操作流程的标准化从而减小测量重复性带来的偏差。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China [M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2015.
- [2] Marjan NA, Hosseinzadeh H. Review of pharmacological effects of *Glycyrrhiza* sp. and its bioactive compounds [J]. *Phytother Res*, 2008, 22(6): 709-724.
- [3] Racková L, Jancinová V, Petříková M, et al. Mechanism of anti-inflammatory action of liquorice extract and glycyrrhizin [J]. *Nat Prod Res*, 2007, 21(14): 1234-1241.
- [4] 高雪岩, 王文全, 魏胜利, 等. 甘草及其活性成分的药理活性研究进展 [J]. *中国中药杂志*, 2009, 34(21): 2695-2700.
Gao XY, Wang WQ, Wei SL, et al. Review of pharmacological effects of *Glycyrrhiza radix* and its bioactive compounds [J]. *China J Chin Mater Med*, 2009, 34(21): 2695-2700.
- [5] 王玉庆, 朱玫. 我国甘草资源调查与分析 [J]. *山西农业大学学报(自然科学版)*, 2002, 22(4): 366-369.

- Wang YQ, Zhu M. Investigation and analysis on the resource of *Glycyrrhiza uralensis* fish in China [J]. *J Shanxi Agric Univ (Nat Sci Ed)*, 2002, 22(4): 366–369.
- [6] 陈娟, 杨蕾, 蔡飞, 等. 甘草药材上的污染真菌类群及其产毒素特性[J]. *菌物学报*, 2010, 29(3): 335–339.
- Chen J, Yang L, Cai F, *et al.* Fungi associated with *Glycyrrhiza uralensis* and their capability of mycotoxin production [J]. *Mycosystema*, 2010, 29(3): 335–339.
- [7] Yang L, Wang LN, Pan JY, *et al.* Determination of ochratoxin A in traditional Chinese medicinal plants by HPLC-FLD [J]. *Food Addit Contam Part A*, 2010, (27): 989–997.
- [8] Ariño A, Herrera M, Estopañan G, *et al.* High levels of ochratoxin A in licorice and derived products [J]. *Int J Food Microbiol*, 2007, 114(3), 366–369.
- [9] Pietri A, Rastelli S, Bertuzzi T. Ochratoxin A and aflatoxins in liquorice products [J]. *Toxins*, 2010, (2): 758–770.
- [10] Plešтина R. Nephrotoxicity of ochratoxin A [J]. *Food Addit Contam*, 1996, 13 (Suppl): 49–50.
- [11] International Agency for Research on Cancer (IARC). IARC monographs on evaluation of carcinogenic risk to humans [M]. France: IARC Press, 1993.
- [12] Regulation (EC) No 1881/2006 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs as regards ochratoxin A [S].
- [13] 谢刚, 李丽, 黎睿, 等. 全自动免疫亲和在线净化—高效液相色谱法快速测定粮食中赭曲霉毒素 A [J]. *中国粮油学报*, 2019, 34(6): 114–119.
- Xie G, Li L, Li R, *et al.* Development of a quick method for analysis of ochratoxin A in cereal using on-line immunoaffinity column clean-up and high performance liquid chromatography [J]. *J Chin Cere Oil Ass*, 2019, 34(6): 114–119.
- [14] 莫瑾, 龚强, 周慧平, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测茶叶中的赭曲霉毒素 A [J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(1): 190–195.
- Mo J, Gong Q, Zhou HP, *et al.* Determination of ochratoxin A in tea by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(1): 190–195.
- [15] 梁毅. 两种检测赭曲霉毒素 A 的新型酶联免疫吸附方法的研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2017.
- Liang Y. Study on two new enzyme-linked immunosorbent methods for detection of ochratoxin A [D]. Nanchang: Nanchang University, 2017.
- [16] 邵亮亮, 赵美凤, 房芳, 等. 高效液相色谱法测定粮食中赭曲霉毒素 A 含量的不确定度评定[J]. *粮食与食品工业*, 2019, 26(1): 60–67.
- Shao LL, Zhao MF, Fang F, *et al.* Uncertainty for determining ochratoxin A in grain by high performance liquid chromatography [J]. *Cere Food Ind*, 2019, 26(1): 60–67.
- [17] CNAS-GL006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S]. CNAS-GL006:2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [S].
- [18] 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].
- [19] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S]. JJG 196-2006 Working glass container [S].

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介

胡 玲, 博士, 主要研究方向为食品及中药材分析检测。

E-mail: hulyn@126.com

杨 健, 博士, 主要研究方向为中药资源。

E-mail: yangchem2012@163.com