

# 液相色谱-质谱/质谱法测定鸭蛋中氟苯尼考 残留量不确定度评定

辛丽娜, 黄燕红\*, 梁飞燕

(广西-东盟食品检验检测中心, 南宁 530021)

**摘 要:** **目的** 对液相色谱-质谱/质谱法测定鸭蛋中氟苯尼考残留的不确定度进行评定, 确定影响检测结果准确性的关键因素, 提高检测结果准确性。**方法** 按照 GB/T 22338-2008《动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》液相色谱-质谱/质谱法对鸭蛋中氟苯尼考残留量进行测定。依据 CNAS-GL006:2018《化学分析中不确定度的评估指南》建立数学模型, 对影响测量结果的不确定度来源如标准物质的纯度、标准物质的称量、标准曲线的配制、样品的称量、样品的制备、标准曲线的拟合、样品测量重复性等因素进行了分析和评定。**结果** 鸭蛋中氟苯尼考残留量为 210  $\mu\text{g/kg}$ , 扩展不确定度为 18  $\mu\text{g/kg}$ , 测定结果表示为:  $X=(210\pm 18) \mu\text{g/kg}(k=2)$ 。**结论** 样品测量重复性和标准曲线配制是本次测定不确定度的主要来源, 在检测过程中应加以控制。

**关键词:** 鸭蛋; 氟苯尼考; 残留; 不确定度; 液相色谱-质谱/质谱法

## Uncertainty evaluation for the determination of florfenicol residue in duck eggs by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

XIN Li-Na, HUANG Yan-Hong\*, LIANG Fei-Yan

(Guangxi-Asean Food Inspection Center, Nanning 530021, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the uncertainty for the determination of florfenicol residue in duck eggs by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS), determine the key factors affecting the accuracy of the detection results, and improve the accuracy of the detection results. **Methods** Florfenicol residues in duck eggs were determined by LC-MS/MS according to GB/T 22338-2008 *Determination of chloramphenicol residues in food of animal origin*. According to CNAS-GL006:2018 *Guide for evaluation of uncertainty in chemical analysis*, a mathematical model was established to analyze and evaluate the sources of uncertainty such as purity of reference materials, weighing of reference materials, preparation of standard curves, weighing of samples, preparation of samples, fitting of standard curves, repeatability of sample measurement, etc. **Results** The florfenicol residue in the duck egg was 210  $\mu\text{g/kg}$  and the extended uncertainty was 18  $\mu\text{g/kg}$ . The determination results were expressed as  $X=(210\pm 18) \mu\text{g/kg} (k=2)$ . **Conclusion** The repeatability of sample measurement and the preparation of standard curve are the main sources of measurement uncertainty, which should be controlled in the detection process.

**KEY WORDS:** duck eggs; florfenicol; residue; uncertainty; liquid chromatography-tandem mass spectrometry

\*通讯作者: 黄燕红, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: 340518006@qq.com

\*Corresponding author: HUANG Yan-Hong, Engineer, Guangxi-Asean Food Inspection Center, Nanning 530021, China. E-mail: 340518006@qq.com

## 1 引言

氟苯尼考(florfenicol)又称氟甲砜霉素,是一种新型的氯霉素类广谱抗生素,是氯霉素类广谱抗菌药中甲砜霉素的 3 位氟衍生物,其最大特点是抗菌谱广、吸收良好、体内分布广泛,在动物体内的代谢产物有氟苯尼考胺、氟苯尼考醇、氟苯尼考草氨酸和单氯氟苯尼考等,其中,氟苯尼考胺是在动物肝脏中存在时间最长的代谢物,一般将氟苯尼考胺作为动物源食品中氟苯尼考的指示性残留物之一<sup>[1-3]</sup>。由于氟苯尼考消除半衰期长的特性和部分在临床中使用不规范的情况,氟苯尼考仍有残留在鲜鸭蛋中的情况,且在咸鸭蛋的生产过程中经腌制、高温灭菌仍无法消除<sup>[4]</sup>,会随咸鸭蛋产品或咸鸭蛋副产品被消费者食用而进入人体。与早期的酰胺醇类药物相比,氟苯尼考虽不会引起再生障碍性贫血,但却能够可逆性地抑制红细胞生成,且具有胚胎毒性,因此动物性组织中残留的氟苯尼考或其代谢物氟苯尼考胺会对消费者的健康造成巨大威胁<sup>[5]</sup>。GB 31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》<sup>[6]</sup>规定,禽蛋中不得检出氟苯尼考(氟甲砜霉素)。氟苯尼考(氟甲砜霉素)为我国食品安全监督抽检中禽肉的常检项目,国家市场监督管理总局关于禽蛋中氟苯尼考残留超标也常有通告<sup>[7-11]</sup>。为此,为准确把握检测过程关键影响因素,提高结果的准确性和可靠性,对于判定氟苯尼考残留是否超标、样品是否合格具有重要意义<sup>[12-16]</sup>。

测量不确定度是表征合理地赋予被测量之值的分散性,与测量结果相联系的参数<sup>[17]</sup>。通过进行测量不确定度评估,可以更加科学合理地表达测量结果,同时在评估过程中对影响测量结果准确性的各分量进行分析和评定,可以充分掌握影响测量结果的关键因素并加以控制,有利于提高测量结果的准确性,加强实验室的质量控制。之前鸭蛋中氟苯尼考残留量测定不确定度分析报道较少,本研究以 GB/T 22338-2008《动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》<sup>[18]</sup>为检测方法,参照 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》<sup>[19]</sup>和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[20]</sup>,分析液相色谱-质谱/质谱法测定鸭蛋中氟苯尼考残留量的不确定度,通过分析影响不确定度的主要因素,确保检验结果的可靠性,以期为实验室测量结果的准确性提供依据,为测定其他兽药残留的不确定度分析提供参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器、试剂与样品

Triple Quad 4500 三重四极杆液相色谱-质谱联用仪(美国 AB SCIEX 公司); MS303TS 电子天平[梅特勒-托利

多仪器(上海)有限公司]; KS-9986 超声波清洗仪(宁波海曙科生超声设备有限公司); Multi Reax 多管式涡旋振荡器(德国 Heidolph 集团); 320R 台式冷冻离心机(德国 Hettich 公司); Multivap 氮吹仪(美国 Organomation 公司)。

氟苯尼考(氟甲砜霉素)标准物质(99.0%, 北京曼哈格生物科技有限公司, 批号: 160722,  $U=\pm 2.0\%$ )。

乙腈、正己烷(色谱纯, 德国默克公司); 丙酮(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 正丙醇(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); LC-Si 硅胶小柱(3 mL, 200 mg, 美国 WATERS 公司); 0.22  $\mu\text{m}$  水系 PES 滤膜(天津津腾公司); 实验室用水为 Milli-Q 超纯水。

样品为南宁市某超市购买的鸭蛋。

### 2.2 实验方法

#### 2.2.1 标准曲线系列溶液的配制

精密称取氟苯尼考标准物质 10.41 mg(氟苯尼考标准物质含量: 99.0%), 加乙腈溶解, 转移于 10 mL 容量瓶(A 级), 加乙腈定容至刻度, 制得浓度为 1.0306 mg/mL 氟苯尼考标准储备液。精密量取 0.10 mL 标准储备液至 100 mL 容量瓶中, 乙腈定容, 得到标准工作液。精密量取 1.0 mL 标准工作液于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈定容, 得到标准工作液。精密量取标准工作液 0.1、0.5、1.5、3.0、4.0、8.0 mL, 分别置于 6 个 10 mL 容量瓶中, 用水定容, 得到浓度为 1.03、5.15、15.46、30.92、41.22、82.45 ng/mL 的标准曲线系列溶液。

#### 2.2.2 样品提取方法

称取试样 5 g, 置于 50 mL 离心管中, 加入 30 mL 乙腈, 匀浆, 离心 5 min。将上清液移入 250 mL 分液漏斗中, 加 15 mL 乙腈饱和的正己烷, 振荡 5 min, 静置分层, 转移乙腈层至棕色心形瓶中, 残渣再加入 30 mL 乙腈, 振摇 3 min, 离心 5 min, 取上清液转移至同一分液漏斗中, 振荡 5 min, 静置分层, 转移乙腈层至同一棕色心形瓶中, 向心形瓶中加入 5 mL 正丙醇, 于 40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中旋转蒸发至近干, 氮吹至干, 加 5 mL 丙酮-正己烷(1:9, V:V, 下同)溶解残渣。

用 5 mL 丙酮-正己烷(1:9, V:V)淋洗硅胶小柱, 弃去淋洗液, 将残渣溶解溶液转移到固相萃取小柱上, 弃去流出液, 用 5 mL 丙酮-正己烷(6:4, V:V)洗脱, 收集洗脱液于心形瓶中, 40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中旋转蒸发至近干, 氮气吹干, 用 20 mL 水定容, 定容液通过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜至进样瓶, 待测定。

#### 2.2.3 样品测定方法

按照 GB/T 22338-2008《动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》<sup>[18]</sup>液相色谱-质谱/质谱法进行测定。

## 3 结果与分析

### 3.1 数学模型的建立

根据实验方法得到样品中氟苯尼考的数学模型为:

$$c = \frac{A_{\text{样}} - B_{0\text{标}}}{B_{1\text{标}}} \quad (1)$$

$$X = \frac{V \times c \times 1000}{m \times 1000} \quad (2)$$

式中:  $A_{\text{样}}$  为进样液中测得的氟苯尼考的积分峰面积;  $B_{0\text{标}}$  为校准标准曲线的截距;  $B_{1\text{标}}$  为校准标准曲线的斜率, mL/ng;  $X$  为试样中氟苯尼考的含量,  $\mu\text{g/kg}$ ;  $V$  为试样稀释总体积, mL;  $c$  为进样液中氟苯尼考的浓度, ng/mL;  $m$  为称取试样的质量, g; 1000 为换算系数。

### 3.2 不确定度来源分析

从测定过程和数学模型分析, 鸭蛋中氟苯尼考测定的测量不确定度主要来源于: 标准物质纯度的不确定度  $u(\text{标纯})$ ; 标准物质称量引入的不确定度  $u(\text{标称})$ ; 标准曲线配制引入的不确定度  $u(\text{标配})$ ; 样品称量引入的不确定度  $u(\text{样称})$ ; 样品制备过程引入的不确定度  $u(\text{样配})$ ; 标准曲线拟合引入的不确定度  $u(\text{标曲})$ ; 样品测量重复性引入的不确定度  $u(\text{重复})$ 。

### 3.3 测定不确定度的评定

#### 3.3.1 标准物质的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标纯})$

由标准物质证书中可知, 标准含量值为 99.0%, 标准值的相对标准不确定度为  $\pm 2.0\%$ , 扩展因子  $k=2$ , 则其对标准系列溶液浓度定值的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{标纯}) = \frac{0.02}{2 \times 99.0\%} = 0.0101。$$

#### 3.3.2 标准物质称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标称})$

标准物质的称量质量盐酸氟苯尼考为 10.41 mg, 用梅特勒 XSE205DU 电子天平( $d=0.01$  mg), 称量样品, 在称量程范围内, 根据检定证书可知所用电子天平的最小分度值为 0.01 mg,  $e=10 \times 0.01=0.1$  mg, 天平示值最大允许误差(maximum permissible error value, MPEV)的绝对值为  $MPEV=0.5e=0.5 \times 0.1$  mg=0.05 mg, 按均匀分布计算, 称量标准质量时由天平的最大允许误差引起的标准不确定度为:

$$u(\text{标称}) = \frac{0.00005}{\sqrt{3}} = 0.0000289 \text{ mg};$$

按单次测量计, 则称量标准物质质量时由天平的最大允许误差引起的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{标称}) = \frac{0.0000289}{0.01041} = 0.00278。$$

#### 3.3.3 标准曲线溶液配制引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标配})$

标准曲线溶液配制过程共使用了 100 mL 容量瓶(A 级)1 个, 10 mL 容量瓶(A 级)8 个, 使用了 2 次 0.1 mL 移液器, 1 次 0.15 mL 移液器, 1 次 0.3 mL 移液器, 1 次 0.4 mL 移液器, 1 次 0.5 mL 移液器, 1 次 0.8 mL 移液器, 1 次 1.0 mL 移液器。

由使用上述器皿定值时的最大容量允差或容量允许

误差<sup>[21,22]</sup>以及因定值的器皿引起的标准不确定度和定容溶剂因温差产生的体积膨胀引起的标准不确定度详见表 1。

其中, 玻璃器皿和移液器体积定值准确性引入的不确定度服从三角分布, 包含因子  $k=\sqrt{6}$ ; 定容溶剂因温差(实验室温度 25 °C)产生的体积膨胀带来不确定度服从均匀分布, 包含因子  $k=\sqrt{3}$ 。

表 1 中:  $u(\text{器皿标})$ 、 $u(\text{溶剂标})$ 、 $u(\text{标配合成})$ 计算公式如下:

$$u(\text{器皿标}) = \frac{\text{最大容量允差}}{k};$$

$$u(\text{溶剂标}) = \frac{\text{器皿(移取)体积} \times \text{体积膨胀系数} \times \text{实验室温差}}{k};$$

$$u_{\text{rel}}(\text{标配合成}) = \frac{\sqrt{u(\text{器皿标})^2 + u(\text{溶剂标})^2}}{\text{器皿(移取)体积}};$$

$$u_{\text{rel}}(\text{标配}) = \sqrt{\frac{1 \times u_{\text{rel}}(\text{标配合成}_1)^2 + 2 \times u_{\text{rel}}(\text{标配合成}_2)^2 + 6 \times u_{\text{rel}}(\text{标配合成}_3)^2 + \dots + 1 \times u_{\text{rel}}(\text{标配合成}_8)^2 + 1 \times u_{\text{rel}}(\text{标配合成}_9)^2}{}}。$$

#### 3.3.4 样品称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{样称})$

##### (1) 天平示值的不确定度

称取 5.00 g 样品 10 份, 取样量如表 2 所示, 平均值 5.040 g。使用的梅特勒 MS303TS 电子天平( $d=1$  mg), 检定分度值  $e=10d=10$  mg, 在本次测量使用的量程范围内, 天平示值最大允许误差的绝对值为  $MPEV=0.5e=0.5 \times 10$  mg=5 mg=0.005 g, 服从均匀分布, 称量样品质量时由天平最大允许误差引起的标准不确定度为:

$$u(\text{样称}_1) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.00289 \text{ g}。$$

##### (2) 天平称量重复性的不确定度

使用的梅特勒 MS303TS 电子天平( $d=1$  mg), 检定分度值  $e=10d=10$  mg, 天平检定重复性最大允许误差为  $MPEV=1.5e=1.5 \times 10$  mg=15 mg=0.015 g, 服从均匀分布, 使用天平重复称量样品引起的标准不确定度为:

$$u(\text{样称}_2) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.00866 \text{ g};$$

使用该天平称量样品的标准合成不确定度为:

$$u(\text{样称}) = \sqrt{u(\text{样称}_1)^2 + u(\text{样称}_2)^2} = 0.00913 \text{ g};$$

实际称取样品按单次测量计, 则称量样品质量时由天平的最大允许误差引起的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{样称}) = \frac{0.00913}{10.0015} = 0.000913 \text{ g}。$$

#### 3.3.5 样品制备过程引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{样配})$

样品制备过程使用了 10 mL 移液器移取 10 mL 体积 2 次, 由移液器定值引起的不确定度及定容溶剂因温差产生的体积膨胀引起的不确定度详见表 3。其中, 移液器定值准确性引入的不确定度服从三角分布, 包含因子  $k=\sqrt{6}$ , 定容溶剂因温差(实验室温度 25 °C)产生的体积膨胀带来的不确定度服从均匀分布, 包含因子  $k=\sqrt{3}$ 。

表 1 标准曲线配制引入的不确定度  
Table 1 Uncertainties introduced by standard curve

| 合成不确定度名称                 | 器皿名称         | 器皿(移取)<br>体积/mL | 最大容量允差<br>/mL | $u$ (器皿标) | 定容溶剂 | 体积膨胀系数<br>/(mL/°C) | 实验室温差/°C | $u$ (溶剂标) | $u_{rel}$ (标配合成) | 使用次数 | $u_{rel}$ (标配) |
|--------------------------|--------------|-----------------|---------------|-----------|------|--------------------|----------|-----------|------------------|------|----------------|
| $u$ (标配合成 <sub>1</sub> ) | 100 mL 玻璃容量瓶 | 100             | 0.100         | 0.0408    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.395     | 0.00398          | 1    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>2</sub> ) | 10 mL 玻璃容量瓶  | 10              | 0.020         | 0.0082    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.0395    | 0.00404          | 2    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>3</sub> ) | 10 mL 玻璃容量瓶  | 10              | 0.020         | 0.0082    | 水    | 2.10E-04           | 5        | 0.00606   | 0.00102          | 6    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>4</sub> ) | 0.1 mL 移液器   | 0.1             | 0.00200       | 0.0008    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.000395  | 0.0091           | 2    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>5</sub> ) | 0.2 mL 移液器   | 0.15            | 0.00225       | 0.0009    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.000593  | 0.00729          | 1    | 0.020          |
| $u$ (标配合成 <sub>6</sub> ) | 1 mL 移液器     | 0.3             | 0.003         | 0.0012    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.00119   | 0.00568          | 1    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>7</sub> ) | 1 mL 移液器     | 0.4             | 0.004         | 0.0016    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.00158   | 0.00568          | 1    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>8</sub> ) | 1 mL 移液器     | 0.8             | 0.008         | 0.0033    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.00316   | 0.00568          | 1    |                |
| $u$ (标配合成 <sub>9</sub> ) | 1 mL 移液器     | 1.0             | 0.01          | 0.0041    | 乙醇   | 1.37E-03           | 5        | 0.00395   | 0.00568          | 1    |                |

表 2 样品取样量  
Table 2 The weight of samples

| 序号    | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 平均    |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 取样量/g | 4.967 | 5.006 | 5.109 | 5.134 | 4.866 | 5.138 | 5.016 | 5.001 | 5.152 | 5.006 | 5.040 |

表 3 样品制备过程引入的不确定度  
Table 3 Uncertainties introduced during sample preparation

| 合成不确定度名称                 | 器皿名称      | 器皿(移取)体积/mL | 最大容量允差/mL | $u$ (器皿标) | 定容溶剂 | 体积膨胀系数(mL/°C) | 实验室温差/°C | $u$ (溶剂标) | $u$ (样配合成) | 使用次数 | $u$ (样配) |
|--------------------------|-----------|-------------|-----------|-----------|------|---------------|----------|-----------|------------|------|----------|
| $u$ (样配合成 <sub>1</sub> ) | 10 mL 移液器 | 10          | 0.06      | 0.0245    | 水    | 2.10E-04      | 5        | 0.00606   | 0.00252    | 2    | 0.0036   |



3.3.8 合成不确定度的计算和结果表示

本次测定, 鸭蛋中氟苯尼考的含量  $\bar{X}$  为 123.8  $\mu\text{g/kg}$ , 通过测定过程的不确定度来源进行分析, 计算该方法相对合成不确定度和合成不确定度, 见表 6。其中:

$$u_{\text{rel}}(\text{合成}) = \sqrt{\frac{u_{\text{rel}}(\text{标纯})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标称})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标配})^2 + u_{\text{rel}}(\text{样称})^2 + u_{\text{rel}}(\text{样配})^2}{u_{\text{rel}}(\text{标纯})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标称})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标配})^2 + u_{\text{rel}}(\text{样称})^2 + u_{\text{rel}}(\text{样配})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标曲})^2 + u_{\text{rel}}(\text{重复})^2}}, u(\text{合})$$

成)  $\bar{X} \times u_{\text{rel}}(\text{合成})$ 。

按照 CNAS-GL006-2018 《化学分析中不确定度的评估指南》<sup>[17]</sup>, 该方法属于正态分布, 选择 95%置信水平时, 包含因子  $k=2$ , 则测量结果的扩展不确定度  $U$  为:

$$U=k \times u(\text{合成})=2 \times 8.98 \mu\text{g/kg} = 18 \mu\text{g/kg}。$$

鸭蛋中氟苯尼考的测定平均结果为: 210  $\mu\text{g/kg}$ , 测定结果表示为:  $X=(210 \pm 18) \mu\text{g/kg}$ ,  $k=2$ 。

表 6 相对合成不确定度和合成不确定度结果  
Table 6 The results of relative composite uncertainty and composite uncertainty

| 不确定度分量                          | 不确定度来源             | 不确定度数值  |
|---------------------------------|--------------------|---------|
| $u_{\text{rel}}(\text{标纯})$     | 标准物质纯度的相对标准不确定度    | 0.0101  |
| $u_{\text{rel}}(\text{标称})$     | 标准物质称量引入的相对标准不确定度  | 0.00278 |
| $u_{\text{rel}}(\text{标配})$     | 标准曲线配制引入的相对标准不确定度  | 0.020   |
| $u_{\text{rel}}(\text{样称})$     | 样品称量引入的相对标准不确定度    | 0.00913 |
| $u_{\text{rel}}(\text{样配})$     | 样品制备过程引入的相对标准不确定度  | 0.0036  |
| $u_{\text{rel}}(\text{标曲})$     | 标准曲线拟合引入的相对标准不确定度  | 0.0343  |
| $u_{\text{rel}}(\text{重复})$     | 样品测量重复性引入的相对标准不确定度 | 0.0115  |
| $u_{\text{rel}}(\text{合成})$     | 相对合成标准不确定度         | 0.0428  |
| $u(\text{合成})/(\mu\text{g/kg})$ | 合成不确定度             | 8.98    |

4 结论与讨论

本研究依据 GB/T 22338-2008 《动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》液相色谱-质谱/质谱法对鸭蛋中氟苯尼考进行了检测, 通过对整个实验过程的不确定度来源进行了分析和评定, 发现对实验结果准确度影响最大的因素主要为标准曲线拟合、标准曲线配制、样品测量重复性。标准曲线拟合和标准曲线配制所产生的不确定度, 可通过增加混合标准系列溶液的测定次数, 增加平行样品测定, 保持仪器较高灵敏度, 定期对所涉及仪器进行检定和提高操作人员的熟练水平, 从而减小不确定度; 样品的测量重复性贯穿于样品的称量、提取和净化过程, 样品称量带来的不确定度权重占比较小, 样品的提取净化过程与实验操作和量器的精度有关。为保证和提高本次实验测量结果的准确性, 建议操作过程中要严格规范实验操作, 正确使用玻璃量器和移液器, 净化过程要注意过柱和洗脱的速度, 且固相萃取小柱不能流干; 要定期做好做量器的校准, 采用精度更高的量器; 要注意控制好实验室温湿度, 各种溶液要平衡至室温再操作, 避免温度波动过大, 造成液体膨胀体积差异而带来更大的误差, 从而减小测量不确定度, 保证测量结果的准确性。

参考文献

[1] 李世宏, 刘希望, 杨亚军, 等. 氟苯尼考的应用与残留研究进展[J]. 安

徽农业科学, 2019, 47(2): 15-17.  
Li SH, Liu XW, Yang YY, et al. Progress in application and residue studies of florfenicol [J]. Anhui Agric Sci, 2019, 47(2): 15-17.  
[2] 孙雷, 张骊, 徐倩, 等. 氟苯尼考的毒性及残留检测方法研究进展[J]. 中国兽药杂志, 2009, 43(6): 49-52.  
Sun L, Zhang L, Xu Q, et al. Research progress on toxicity and residue detection methods of florfenicol [J]. Chin J Vet Med, 2009, 43(6): 49-52.  
[3] 姚宜林. 鸡蛋中甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺残留检测方法及其消除规律的研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2010.  
Yao YL. Detection method and elimination rule of residues of methylenamycin, flumphenicol and flumphenicol in eggs [D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2010.  
[4] 周鹏, 李炜, 董国权. 氟苯尼考在动物疾病治疗中的应用效果[J]. 中国畜禽种业, 2019, (8): 45.  
Zhou P, Li W, Dong GQ. Application effect of flurfenicol in the treatment of animal diseases [J]. China Livestock Poul Breed, 2019, (8): 45.  
[5] 刘传发, 杨帆. 动物源食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留检测方法的研究进展[J]. 广东畜牧兽医科技, 2015, 40(3): 1-7.  
Liu CF, Yang F. Progress in the detection of flurfenicol and flurfeniconidine residues in animal-derived foods [J]. Guangdong J Anim Vet Sci, 2015, 40(3): 1-7.  
[6] GB 31650-2019 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量[S].  
GB 31650-2019 National food safety standard-Maximum residue limits for veterinary drugs in foods [S].  
[7] 市场监管总局关于 17 批次食品不合格情况的通告(2018 年第 15 号)[EB/OL]. [2018-06-19]. [http://gk ml.samr.gov.cn/nsjg/bgt/2 01902/t20 190222\\_291082.html](http://gk ml.samr.gov.cn/nsjg/bgt/2 01902/t20 190222_291082.html).  
Notice of the State Administration of Market Regulation on the

- unqualified situation of 17 batches of food (No.15 of 2018) [EB/OL]. [2018-06-19].  
[http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/bgt/201902/t20190222\\_291082.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/bgt/201902/t20190222_291082.html).
- [8] 市场监管总局关于 12 批次食品不合格情况的通告(2019 年第 6 号)[EB/OL]. [2019-02-22]. [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222\\_291098.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222_291098.html).  
Notice of the State Administration of Market Regulation on 12 batches of substandard food (No.6 of 2019) [EB/OL]. [2019-02-22]. [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222\\_291098.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201902/t20190222_291098.html).
- [9] 市场监管总局关于 10 批次食品不合格情况的通告(2019 年第 18 号)[EB/OL]. [2019-05-31]. [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201905/t20190531\\_301978.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201905/t20190531_301978.html).  
Notice of the State Administration of Market Regulation on the unqualified situation of 10 batches of food (No.18 of 2019) [EB/OL]. [2019-05-31].  
[http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201905/t20190531\\_301978.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201905/t20190531_301978.html).
- [10] 市场监管总局关于 5 批次食品不合格情况的通告(2019 年第 41 号)[EB/OL]. [2019-11-13]. [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201911/t20191113\\_308644.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201911/t20191113_308644.html).  
Notice of the State Administration of Market Regulation on the unqualified situation of 5 batches of food (No.41 of 2019) [EB/OL]. [2019-11-13].  
[http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201911/t20191113\\_308644.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201911/t20191113_308644.html).
- [11] 市场监管总局关于 9 批次食品不合格情况的通告(2019 年第 44 号)[EB/OL]. [2019-12-02]. [http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201912/t20191202\\_309082.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201912/t20191202_309082.html).  
Notice of the State Administration of Market Regulation on the unqualified situation of 9 batches of food (No. 44 of 2019)[EB/OL]. [2019-12-02].  
[http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201912/t20191202\\_309082.html](http://gkml.samr.gov.cn/nsjg/spcjs/201912/t20191202_309082.html).
- [12] 赵飞, 曹轶男. 高效液相色谱法测定葡萄酒中纳他霉素含量的测量不确定度评定[J]. 中国检验检疫, 2019, (6): 28–30, 38.  
Zhao F, Cao YN. Evaluation of uncertainty in the determination of natamycin content in wine by high performance liquid chromatography [J]. China Inspect Body Lab, 2019, (6): 28–30, 38.
- [13] 田甜, 文金华, 曾祥林. 气相色谱-质谱法测定芹菜中甲拌磷残留量的测量不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(17): 5653–5660.  
Tian T, Wen JH, Zeng XL. Evaluation of the uncertainty in the determination of phosphorus residue in celery by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(17): 5653–5660.
- [14] Wang B, Zhao X, Xie X, *et al.* Development of an accelerated solvent extraction approach for quantitative analysis of chloramphenicol, thiamphenicol, florfenicol, and florfenicol amine in poultry eggs [J]. Food Anal Method, 2019, 12(8): 1705–1714.
- [15] Gabriela KS, Arpad A. Distribution of pesticide residues in soil and uncertainty of sampling [J]. J Environ Sci Health B, 2017, 52(8): 1–7.
- [16] 王英, 许利琴, 严敏鸣, 等. 高效液相色谱法测定鸡蛋中氟苯尼考残留量的不确定度研究[J]. 上海畜牧兽医通讯, 2018, (6): 28–29.  
Wang Y, Xu LQ, Yan MM, *et al.* Uncertainty of determination of flubenicol residue in eggs by HPLC [J]. Shanghai J Anim Husband Vet Med, 2018, (6): 28–29.
- [17] CNAS-GL006:2018 化学分析中不确定度的评估指南[S].  
CNAS-GL006:2018 Guidelines for the assessment of uncertainty in chemical analysis [S].
- [18] GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定[S].  
GB/T 22338-2008 Determination of residual chloramphenicol in food of animal origin [S].
- [19] JJF 1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].  
JJF 1135-2005 Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement [S].
- [20] 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].
- [21] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].  
JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [22] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].  
JJG 646-2006 Locomotive pipette [S].

(责任编辑: 韩晓红)

## 作者简介



辛丽娜, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: 89065222@qq.com



黄燕红, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: 340518006@qq.com