气相色谱-质谱法测定葡萄中苯醚甲环唑的不确定度评定

殷 超[1], 陈荣玲[1*], 鹿 毅[2]

(1. 新疆医科大学化学教研室, 乌鲁木齐 830011; 2. 新疆维吾尔自治区市场监督管理局, 乌鲁木齐 830003)

摘 要: 目的 评定气相色谱-质谱法测定葡萄中苯醚甲环唑时的不确定度。**方法** 根据 GB 23200.8-2016《食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》建立模型, 根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定评定和表示》对不确定度来源进行分析量化。**结果** 苯醚甲环唑的合成不确定度为 2.258%, 扩展不确定度为 0.0451, 葡萄中苯醚甲环唑测定结果为(0.06047±0.00273) mg/kg, *k*=2。**结论** 本方法不确定度主要来源为标准溶液配制及其曲线拟合, 重复性测定对实验结果准确性影响较小。

关键词: 葡萄; 苯醚甲环唑; 气相色谱-质谱法; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of difenoconazole in grape by gas chromatography-mass spectrometry

YIN Chao[1], CHEN Rong-Ling[1*], LU Yi[2]

(1. *Department of Chemistry of Xinjiang Medical University*, *Urumqi* 830011, *China*; 2. *Xinjiang Administration for Market Regulation*, *Urumqi* 830003, *China*)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination method of difenoconazole in grape by gas chromatography-mass spectrometry. **Methods** According to GB 23200.8–2016 *National food safety standards-Determination of* 500 *pesticides and related chemicals residues in fruits and vegetables-Gas chromatography mass spectrometry*, the model was established. And according to JJF 1059.1–2012 *Evaluation and expression of uncertainty in measurement*, the main factors influencing the accuracy of the experimental results were analyzed and quantified. **Results** The synthetic uncertainty in determination of difenoconazole in grape was 2.258% and the expanded uncertainty was 0.0451. The determination results were (0.06047±0.00273) mg/kg, *k*=2. **Conclusion** The results show that the preparation of standard solution and curve fitting has a great influence on the accuracy of the experimental results, and the repeatability determination has a smaller influence on the accuracy of the experimental results.

KEY WORDS: grape; difenoconazole; gas chromatography-mass spectrometry; uncertainty

基金项目: 新疆维吾尔自治区“十三五”重点学科建设经费资助项目

Fund: Supported by the Funding Project for the Construction of Key Disciplines in the 13th Five Year Plan of Xinjiang Uygur Autonomous Region

***通讯作者:** 陈荣玲, 主要研究方向为食品及药品安全检测。E-mail: 262380973@qq.com

***Corresponding author:** CHEN Rong-Ling, Department of Chemistry of Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China. E-mail: 262380973@qq.com

1 引　言

葡萄为葡萄科葡萄属木质藤本植物, 其根和藤可入药可止呕、安胎, 其果实酸甜可口可用于酿制葡萄酒[1–3]。苯醚甲环唑是一种内吸性杀菌剂, 常用于葡萄炭疽病与黑痘病的防治, 也可用于提高葡萄产量[4–6]。葡萄是葡萄酒的原材料, 葡萄品质的好坏直接影响葡萄酒的品质, 众所周知, 农药在喷洒过后会在作物表面残留, 这些残留在作物表面的农药残留是否会对人体健康产生影响、对葡萄品质产生影响、符合国家标准限量值, 需要检测人员对目标物进行准确测定。不确定度是评价实验中各因素对测量结果准确性的影响。不确定度值越小, 测量结果与真值越接近, 反之, 不确定度越大, 测量结果与真值相差越大, 可靠性越低[7,8]。目前苯醚甲环唑的检测方法有气相色谱法[9]、气相色谱质谱法[10–12]、高效液相色谱法[13]、超高效液相色谱-串联质谱法[14–16]等, 但 GB 2763-2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》[17]规定葡萄中苯醚甲环唑的检测标准为 GB 23200.8-2016《食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》[18]。本研究参照标准 JJF 1059.1-2012《测量不确定评定和表示》[19]与 GB 23200.8-2016 对葡萄中苯醚甲环唑测定不确定度进行分析, 明确实验操作过程中对实验结果影响的主要因素, 以期为水果中苯醚甲环唑的准确测定提供依据。

2 材料与方法

2.1 材料、试剂与仪器

葡萄样品(品种: 玫瑰香): 购买于新疆乌鲁木齐市新联农贸市场。

试剂: 乙腈、甲苯、二氯甲烷(色谱纯, 上海润捷化学试剂有限公司); 氯化钠(优级纯, 天津富宇精细化工有限公司); 无水硫酸钠(分析纯, 天津富宇精细化工有限公司); 丙酮、正己烷(分析纯, 天津盛奥化学试剂有限公司)。

标准品: 苯醚甲环唑(100 μg/mL, 坛墨质检科技股份有限公司); 环氧七氯(0.1 g, 北京坛墨质检科技股份有限公司)。

AE-100、XPR206DR/AC 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); 450-GC-EVOQ GC-TQ 三重四极杆气质联用仪(德国布鲁克公司); RV10 旋转蒸发仪(北京赛美思仪器设备有限公司); TD5A 离心机(金坛华城润华实验仪器厂)。

2.2 实验方法[18]

2.2.1 标准溶液配制

内标环氧七氯标准溶液配制: 准确称取 0.0035 g 环氧七氯于 100 mL 容量瓶内用甲苯定容至刻度, 待用。

准确移取 1.00 mL 苯醚甲环唑标准溶液于 25.00 mL 容量瓶中, 甲苯定容至刻度, 待用。再用 5 mL 吸量管分别移取 0.5、1.25、2.5、5 mL 于 10 mL 容量瓶内, 用甲苯定容至刻度, 配制成浓度为 0.2、0.5、1.0、2.0 μg/mL 标准溶液。

2.2.2 样品前处理

准确称取 20.00 g 葡萄样品于 100 mL 离心管中, 加入 40 mL 乙腈, 15000 r/min 匀浆 1 min, 加 5 g NaCl, 接着匀浆 1 min, 3000 r/min 离心 5 min, 取 10.00 mL 上清液, 转移至用 10.0 mL 乙腈活化过的 Envi-18 柱后, 用 15.0 mL 乙腈洗涤柱, 将收集液与洗涤液于 40 ℃旋蒸浓缩至约 1 mL 备用。

将 Envi-Carb 柱与 Sep-Pak 氨丙基柱串联, 并在 Envi-Carb 柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠, 用 4 mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, *V*:*V*)对柱子进行活化, 当活化液面到无水硫酸钠表面时, 将样品浓缩液转移至净化柱上, 乙腈-甲苯溶液(3:1, *V*:*V*)溶液洗涤样品瓶 3 次并将洗涤液转移至净化柱上, 再用 25mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, *V*:*V*)洗涤串联柱, 收集所有流出物, 于 40 ℃旋蒸浓缩至约 0.5 mL, 用正己烷交换溶剂 2 次后, 浓缩至体积约为 1 mL, 加入 40 μL 内标溶液, 混匀, 用于气相色谱-质谱测定。

2.2.3 气相色谱-质谱测定条件

气相色谱条件: 色谱柱为 DB-1701(0.25 mm×0.25 μm, 30 m); 载气: 高纯氦(99.999%), 流速为 1.2 mL/min; 无分流进样, 进样量为 1.0 μL, 1.5 min 后打开分流阀和隔垫吹扫阀; 进样口温度为: 250 ℃, 升温程序: 40 ℃保持 1 min, 以 30 ℃/min 升温至 130 ℃后以 5 ℃/min 升温至 250 ℃保持 1 min, 再以 10 ℃/min 升温至 300 ℃, 保持 5 min。

质谱条件: 电子轰击源(electron ionization, EI); 电子能量 70 eV; 离子源温度: 250 ℃; GC-MS 接口温度: 280 ℃, 扫描范围: *m*/*z* 50~550, 扫描方式: 全扫描和选择离子扫描(selected ion monitor, SIM)。

2.3 数学模型的建立

葡萄中苯醚甲环唑计算公式如下:

$$X=\frac{(C_{\mathrm{i}}-C_0)\times V_3\times V_1}{V_2\times m}$$

式中: X—被测试样中待测组分含量, mg/kg;

C_{i}—标准曲线出读出的样品中待测组分含量, μg/mL;

C_0—标准曲线中读出的空白样品中待测组分含量, μg/mL;

V_1—样品提取液总体积, mL;

V_2—净化柱上样品上样体积, mL;

V_3—样品定容体积, mL;

m—样品质量, g。

3 结果与分析

3.1 不确定度主要来源

根据实验过程及数学模型分析可知, 葡萄中苯醚甲

环唑测定的不确定度来源主要有: 标准溶液的配制、样品前处理、标准曲线拟合及测量重复性引入的不确定度。

3.2 不确定度评定

3.2.1 标准溶液配制

3.2.1.1 内标物环氧七氯配制

(1)内标物环氧七氯标准品环氧七氯引入的不确定度

根据标准物质证书得环氧七氯纯度为 98.8%, 不确定度为 0.5%, 按均匀分布 k 为 $\sqrt{3}$ 计算, 内标物环氧七氯(heptachlor epoxide, He)引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(He_1)=\frac{0.5\%}{250\times\sqrt{3}}=0.00115\%。$$

(2)内标物环氧七氯标准品称量引入的不确定度

分析天平鉴定证书给出允差为±0.00005 g, 符合矩形分布, 包含因子 k 值为 $\sqrt{3}$, 内标物环氧七氯标准品称量质量为 0.00358 g, 由内标物环氧七氯标准品称量引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(He_2)=\frac{0.00005}{0.00358\times\sqrt{3}}=0.806\%。$$

(3)内标物环氧七氯标准品配制引入的不确定度

内标物环氧七氯在标准品称量后溶解定容至 100 mL, 100 mL 单标线容量瓶(A 级)最大允差±0.10 mL, 按照矩形分布考虑, 包含因子 k 为 $\sqrt{3}$, 则由内标物环氧七氯标准品配制为引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(He_3)=\frac{0.01}{100\times\sqrt{3}}=0.00577\%。$$

通过分析得内标物环氧七氯标准品在配制过程中对整个测定结果引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(He)=\sqrt{U_{\mathrm{rel}}(He_1)^2+U_{\mathrm{rel}}(He_2)^2+U_{\mathrm{rel}}(He_3)^2}=0.806\%。$$

3.2.1.2 苯醚甲环唑标准品配制

(1)苯醚甲环唑标准品引入的不确定度

苯醚甲环唑标准品证书显示: 苯醚甲环唑标准浓度为 100 μg/mL, 不确定度为±0.03 μg/mL, 根据均匀分布 k 为 $\sqrt{3}$ 计算得苯醚甲环唑(difenoconazole, D)标准品引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(D_1)=\frac{0.03}{100\times\sqrt{3}}=0.0173\%。$$

(2)苯醚甲环唑标准品配制及稀释过程中量具引入的不确定度

标准品苯醚甲环唑在配制及稀释过程中用了 1 mL 单标线移液管一根(A 级), 5 mL 刻度移液管 1 根(A 级), 25 mL 单标容量瓶 1 个(A 级), 10 mL 单标容量瓶 5 个(A 级), 通过查阅 JJG 196-2006《常用玻璃仪器》[20]得每个量具的容量允差, 每个量具的容量允差与对实验引入的不确定度列于表 1。

表 1 量具引入的不确定度

Table 1 Uncertainty introduced by measuring tools

序号	量具名称	标称容量/mL	容量允差	不确定度/%
1	单标移液管	1	±0.007	0.404
2	刻度移液管	5	±0.025	0.288
3	单标容量瓶	10	±0.020	0.115
4	单标容量瓶	25	±0.030	0.0692

则由苯醚甲环唑标准品配制及稀释过程中量具(measure, M)引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(M)=\sqrt{U_{\mathrm{rel}}(1)^2+4\times U_{\mathrm{rel}}(2)^2+4\times U_{\mathrm{rel}}(3)^2+U_{\mathrm{rel}}(4)^2}=0.744\%。$$

标准溶液配制由内标配制与标准品配制 2 部分组成, 则标准溶液(standard solution, Ss)配制过程中引入总相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(Ss)=\sqrt{U_{\mathrm{rel}}(He)^2+U_{\mathrm{rel}}(B)^2}=1.09\%。$$

3.2.2 样品前处理

3.2.2.1 样品称量引入的不确定度

样品称量质量为 20.0078 g, 样品称量所用天平给出允差值为±0.0005, 样品称量符合矩形分布, 包含因子 k 为 $\sqrt{3}$, 则样品(sample, S)称量引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(S)=\frac{0.0005}{20.0078\times\sqrt{3}}=0.00144\%。$$

3.2.2.2 样品制备引入的不确定度

样品制备过程中使用 50 mL 量筒(量出式)一个, 10 mL 单标移液管(A 级)一个, Eppendorf 移液器(量程 10~100 μL)一个, 经查阅标准 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》得, 50 mL 量筒(量出式)容量允差为±0.5 mL, 则在使用过程中对实验引入的不确定度为 0.721%; 10 mL 单标移液管(A 级)容量允差为±0.040 mL, 则在使用过程中对实验引入的不确定度为 0.0230%; Eppendorf 移液器(量程 10~100 μL)说明书给出容量允差为: ±3.0%, 则在使用过程中对实验引入的不确定度为 0.0433%。则样品液制备过程中引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(Ps)=\sqrt{U_{\mathrm{rel}}(50\ \mathrm{mL}\text{容量瓶})^2+U_{\mathrm{rel}}(10\ \mathrm{mL}\text{单标移液管})^2+U_{\mathrm{rel}}(100\ \mu\mathrm{L}\text{移液器})^2}=0.758\%。$$

样品制备过程中引入的不确定度由 2 部分组成: 样品称量及样品液组成, 则在样品制备(sample preparation, Sp)过程中引入的总相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(Sp)=\sqrt{U_{\mathrm{rel}}(S)^2+U_{\mathrm{rel}}(Ps)^2}=0.758\%。$$

3.2.3 标准曲线拟合及测量重复性引入的不确定度

3.2.3.1 标准曲线引入的不确定度

对每个浓度标准溶液测定 3 次, 以苯醚甲环唑浓度为

横坐标, 以苯醚甲环唑与内标峰面积比值为纵坐标, 得标准曲线方程 Y=0.1355C_i+0.0109, r^2=0.9993。结果见表 2。

表 2　标准曲线拟合结果
Table 2　Standard curve fitting results

浓度 C_i/(μg/mL)	峰面积比值
0.2	0.03174
0.5	0.08429
1.0	0.1527
2.0	0.2765
4.0	0.5537

对葡萄样品重复测定 3 次, 运用曲线对葡萄中的苯醚甲环唑进行校准得 C_0=0.6019 μg/mL, 则由标准曲线(standard curve, Sc)引入的相对标准不确定度为:

$$s=\sqrt{\frac{1}{n-2}\sum_{i=1}^{n}[Y_i-(0.1355C_i+0.0109)]^2}=0.306\%。$$

$$U_{\mathrm{rel}}(Sc)=\frac{s}{b}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(C_0-\bar{C})^2}{\sum_{i-1}^{n}(C_i-\bar{C})^2}}=1.586\%。$$

式中: s—峰面积标准偏差; n—标准溶液测定次数; C_i—标准溶液浓度, μg/mL; b—标准曲线斜率; p—葡萄样品测定次数; C_0—葡萄样品中苯醚甲环唑含量, μg/mL; $\bar{C}$—标准溶液浓度平均值, μg/mL。

3.2.3.2　重复性测定引入的不确定度

重复性对实验引入的不确定度为 A 类不确定度, 通过连续对样品测定 6 次, 得到实验结果 X_i 分别为: 0.06019、0.05943、0.06122、0.06078、0.06045、0.06077 mg/kg, 平均值 $\bar{X}$ 为 0.06047 mg/kg。则由重复性(repeatability, Rp)引入的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(Rp)=\frac{\sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(X_i-\bar{X})^2}}{\bar{X}\sqrt{n}}=0.417\%。$$

3.2.4　合成不确定度及扩展不确定度

由上述各项相对标准不确定度合成葡萄样品中苯醚甲环唑(grape sample, Gs)测定的相对标准不确定度为:

$$U_{\mathrm{rel}}(Gs)=\sqrt{\begin{array}{l}U_{\mathrm{rel}}(He)^2+U_{\mathrm{rel}}(Ss)^2+U_{\mathrm{rel}}(Sp)^2\\+U_{\mathrm{rel}}(Sc)^2+U_{\mathrm{rel}}(Rp)^2\end{array}}=2.258\%。$$

不确定度指南对一般实验室要求, 当置信概率 P=95%时 k 值为 2, 则葡萄中苯醚甲环唑测定的相对扩展不确定度为 $U_{\mathrm{rel}}=k\times U_{\mathrm{rel}}(Gs)$=2×2.258%=0.0451。实验测得葡萄样品中苯醚甲环唑含量为 0.06047 mg/kg, 则其扩展不确定度为 0.06047×0.0451=0.00273 mg/kg, 葡萄样品中苯醚甲环唑测定结果为(0.06047±0.00273) mg/kg, k=2。

4　结　论

本研究采用气相色谱-质谱法对葡萄样品中苯醚甲环唑进行测定, 讨论了实验过程中不确定度来源, 并对各种来源分量进行评定, 分析了各分量对实验结果的影响程度。由分析结果可知, 实验操作过程中标准曲线拟合与标准溶液配制时引入的不确定度对实验结果影响较大, 重复性测定引入的不确定度对实验结果影响较小。因此在实验过程中要提高实验人员的操作技能, 使实验人员熟悉操作过程及熟练操作手法并定期对所使用的玻璃仪器及设备进行鉴定校准以提高检测的准确性。

参考文献

[1] 严海峰, 庞艳. 葡萄主要病虫害防控技术及综合防治措施[J]. 农技服务, 2017, 34(23): 95.
Yan HF, Pang Y. Control technology and comprehensive control measures of main diseases and insect pests of grape [J]. J Agric Technol Ser, 2017, 34(23): 95.

[2] 林丽媛. 南方地区葡萄开花结果特性及花果管理技术[J]. 农业科技通讯, 2018, 564(12): 302–304.
Lin LY. The characteristics of grape blossom and fruit in south China and the techniques of flower and fruit management [J]. Bull Agric Sci Technol, 2018, 564(12): 302–304.

[3] 韦刚. 关中地区葡萄种植现状及病虫害防治技术[J]. 中国果菜, 2018, 38(8): 71–73.
Wei G. The current situation of grape planting in Guanzhong area and the control technology of diseases and insect pests [J]. Chin Fruit Veget, 2018, 38(8): 71–73.

[4] 杨涛, 李静, 鹿毅. 高粱中溴氰菊酯残留量测定的不确定度评定[J]. 酿酒科技, 2018, (5): 122–125.
Yang T, Li J, Lu Y. Evaluation of the uncertainties in the determination of deltamethrin residue in sorghum [J]. Liquor Mak Sci Technol, 2018, (5): 122–125.

[5] 陈蕾丽. 葡萄炭疽病菌对苯醚甲环唑、氟啶胺和咯菌腈敏感性基线的建立及田间抗苯醚甲环唑菌株的生物学性质[D]. 南京: 南京农业大学, 2017.
Chen LL. Sensitivity baselines of colletotrichun gloeosporioides, against fludioxonil, fluazinam & difenoconazole, and its biological characteristics of field resistance populations against difenoconazile [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2017.

[6] 三目. 印度: 规范操作降低葡萄农药残留[J]. 中国果业信息, 2013, 30(4): 41.
San M. India: Standardized operation to reduce pesticide residues in grape [J]. Chin Fruit News, 2013, 30(4): 41.

[7] 刘艳杰, 李阳星, 陈健. 测量不确定度表示方法及其应用[J]. 煤炭技术, 2002, 21(8): 62–63.
Liu YJ, Li YX, Chen J. The expression method of measurement uncertainty and its application [J]. Coal Technol, 2002, 21(8): 62–63.

[8] 李平舟, 武颖丽, 吴兴林. 基础物理实验[M]. 西安: 西安电子科技大学出版社, 2012.
Li PZ, Wu LY, Wu XL. Basic physics experiment [M]. Xi'an: Xi'an University of Electronic Science and Technology Press, 2012.

[9] 任竞, 龚道新, 陈九星, 等. 苯醚甲环唑残留量的气相色谱分析方法研究[J]. 精细化工中间体, 2009, 39(2): 63–66.
Ren J, Gong DX, Chen JX, *et al*. Determination of difenoconazole residue in banana and soil by using gas chromatography [J]. Fine Chem Intermed,

2009, 39(2): 63–66.

[10] 高楠. 气质联用法测定番茄中苯醚甲环唑和嘧霉胺的农药残留量[J]. 农业开发与装备, 2018, (7): 128–129.
Gao N. Determination of difenoconazole and pyrimethanil residues in tomato by GC-MS [J]. Agric Dev Equip, 2018, (7): 128–129.

[11] 谢建军, 陈捷, 李菊, 等. 改良 QuEChERS 法结合气相色谱串联质谱测定果蔬中20种杀菌剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(1): 82–88.
Xie JJ, Chen J, Li J, *et al*. Determination of 20 kinds of fungicide residues in vegetables and fruits by gas chromatography-mass spectrometry combined modified QuEChERS method [J]. J Food Saf Qual, 2013, 4(1): 82–88.

[12] Li J, Dong FS, Cheng YP, *et al*. Simultaneous enantioselective determination of triazole fungicide difenoconazole and its main chiral metabolite in vegetables and soil by normal-phase high -performance liquid chromatography [J]. Anal Bioanal Chem, 2012, 404(6/7): 2017–2031

[13] Du T, Cheng J, Wu M, *et al*. An in situ immobilized pipette tip solid phase microextraction method based on molecularly imprinted polymer monolith for the selective determination of difenoconazole in tap water and grape juice [J]. J Chromatogr B, 2014, 951: 104–109.

[14] 许欣欣, 王冰, 陈慧玲, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水果蔬菜中11种杀菌剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(1): 149–156.
Xu XX, Wang B, Chen HL, *et al*. Simultaneous determination of 11 kinds of fungicides in fruit and vegetable by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(1): 149–156.

[15] 王思威, 刘艳萍, 孙海滨, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定荔枝花粉和花蜜中腈菌唑和苯醚甲环唑残留[J]. 色谱, 2018, 36(1): 17–22.
Wang SW, Liu YP, Sun HB, *et al*. Determination of myclobutanil and difenoconazole residues in pollen and honey of litchi by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(1): 17–22.

[16] Kong ZQ, Dong FS, Xu J, *et al*. Determination of difenoconazole residue in tomato during home canning by UPLC-MS/MS [J]. Food Control, 2012, 23(2): 542–546.

[17] GB 2763-2019 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2019 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].

[18] GB 20200.8-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法[S].
GB 20200.8-2016 National food safety standards-Determination of 500 pesticides and related chemicals residues in fruits and vegetables-Gas chromatography mass spectrometry [S].

[19] 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].

[20] JJG 196-2006 国家计量检定规程 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 National metrological verification regulation-Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介

殷 超, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品及药品安全检测。
E-mail: yinchao720@sina.com

陈荣玲, 硕士, 主要研究方向为食品及药品安全检测。
E-mail: 262380973@qq.com