

气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果农药残留量的 不确定度评定

郭军霞*, 成娟, 雷茜, 何智宏, 王永兰, 郭明玲, 卜金忠

(甘肃省林业科技推广总站, 国家林业和草原局经济林产品质量检验检测中心(兰州),
甘肃省林果产品质量监督检验检测中心, 兰州 730046)

摘 要:目的 评定气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果含量的不确定度。方法 参考 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 应用国家农业行业标准 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》对鲜枸杞中氧乐果农药残留进行检测, 并对其测定过程的不确定度进行了评定和分析。结果 在鲜枸杞中的氧乐果含量测定中, 当样品的氧乐果含量为 0.045 mg/kg 时, 其扩展不确定度为 0.006 mg/kg($k=2$), 结果表示为 (0.045 ± 0.006) mg/kg。结论 鲜枸杞中氧乐果农药残留测量结果的主要不确定度来自样品重复测量, 标准溶液配制, 样品前处理、定容, 标准溶液重复测定, 样品称量 5 个因素, 其中样品重复测量引入的相对标准不确定度分量贡献最大, 而由样品称量引入的相对标准不确定度分量最小。

关键词: 鲜枸杞; 气相色谱法; 氧乐果; 不确定度

Evaluation of uncertainty in determination of omethoate pesticide residues in fresh wolfberry by gas chromatography

GUO Jun-Xia*, CHENG Juan, LEI Xi, HE Zhi-Hong, WANG Yong-Lan,
GUO Ming-Ling, PU Jin-Zhong

(Forestry Sci-tech Extension Station of Gansu Province, National Forestry and Grassland Administration Economic Forest Products Quality Inspection and Testing Center (Lanzhou), Forestry and Fruit Products Quality Supervision and Inspection Center of Gansu Province, Lanzhou 730046, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of omethoate pesticide residues in fresh wolfberry by gas chromatography. **Methods** Referring to JJF 1059.1-2012 "Evaluation and expression of measurement uncertainty", the national agricultural industry standard NY/T 761-2008 "Determination of organophosphorus, organochlorine, pyrethroid and carbamate pesticide residues in vegetables and fruits" was applied to detect omethoate pesticide residues in fresh wolfberry, and the uncertainty of the determination process was evaluated and analyzed. **Results** In the determination of omethoate pesticide residues in fresh wolfberry, When the content of omethoate in fresh wolfberry was 0.045 mg/kg, the expansion uncertainty was 0.006 mg/kg ($k=2$), and the result was expressed as (0.045 ± 0.006) mg/kg. **Conclusion** The main uncertainty in the determination of omethoate

基金项目: 甘肃省林业和草原局 2019 年林业科技创新与国际合作省级财政资金计划项目《甘肃枸杞质量安全监测与风险评估研究》

Fund: Supported by the 2019 Forestry Science and Technology Innovation and International Cooperation Provincial Financial Fund Plan Project of Gansu Province Forestry and Grassland Bureau 《Research on Quality and Safety monitoring and Risk Assessment of Gansu Wolfberry》

*通讯作者: 郭军霞, 硕士, 主要研究方向为林产品质量安全监测。E-mail: 1359846823@qq.com

*Corresponding author: GUO Jun-Xia, Master, Forestry Sci-tech Extension Station of Gansu Province, No.9 Zaoshugou, Yanchang Road, Chengguan District, Lanzhou 730046, China. E-mail: 1359846823@qq.com

pesticide residues in fresh wolfberry came from 5 factors: repeated measurement of samples, preparation of standard solution, pretreatment and constant volume of sample, repeated determination of standard solution, and weighting of sample, the relative standard uncertainty introduced by the repeated measurement of the sample contributes the most, and the relative standard uncertainty introduced by the weighting of the sample is the least.

KEY WORDS: fresh wolfberry; gas chromatography; omethoate; uncertainty

1 引 言

氧乐果又名氧化乐果, 为高效、高毒、广谱性杀虫、杀螨剂, 具有较强的内吸、触杀和胃毒作用, 用于防治棉蚜、棉叶蝉、稻飞虱、稻叶蝉、稻蓟马、橘蚜、红蜘蛛、柑橘粉虱、木虱、红蜡蚧等。根据 GB 2763《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[1], 氧乐果 ADI 为 0.0003 mg/kg·bw, 在鲜枸杞中允许最大残留限量为 0.02 mg/kg。NY/T 1051-2014《绿色食品 枸杞及枸杞制品》^[2]对枸杞中氧乐果残留限量做出了更严格的限制。

食品检验是保障食品安全的有效途径。一直以来, 食品安全受到高度重视, 对检测结果的精确度要求越来越高^[3]。不确定度是评定结果的重要部分, 反映测量结果的可靠性和检测过程中不确定度的来源对测定结果的影响程度。不确定度测量在实验室数据比对、方法确认、标准设备校准、量值溯源以及实验室质量控制与管理等方面具有重要的意义, 一份完整的定量分析结果应该由被测量值和不确定度组成, 这既可以增加检测方法和结果的可信度, 又便于不同实验室分析结果的可比性, 因此, 食品检测工作离不开不确定度的评定工作^[4]。我国于 1999 年发布了 JJF 1059-1999《测量不确定度评定与表示》^[5], 并于 2012 年对其进行修订^[6]。依据此标准各实验室对不确定度的问题进行了广泛的研究与讨论^[7-17], 而鲜枸杞中农药残留检测的不确定度评定文献中鲜有报道, 根据 CNAS-CL01-G003《测量不确定度的要求》^[18], 为保证检测结果的准确性, 我们应该把不确定度评价应用到食品检测的整个过程中。

本文结合检测方法和实际操作对气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果残留量的测量不确定度进行了分析和评定, 逐项分析了影响检测结果准确度的因素, 确定了检测过程中引入不确定度的主要因素, 为气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果农药残留量的测量不确定度评定提供参考, 从而进一步提高检测数据的准确性和有效性。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Agilent 7890B 气相色谱仪(安捷伦科技有限公司); YP10002 电子天平(上海佑科仪器仪表有限公司);

MG-2200 氮吹仪(埃朗科技国际贸易上海有限公司); SIGMA3-15 离心机(德国 SIGMA 离心机有限公司)。

乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 丙酮(色谱纯, 深圳市祥兴化工有限公司); 氯化钠(分析纯, 上海埃彼化学试剂有限公司); 氧乐果标准样品(100 μg/mL, 不确定度 0.14 μg/mL, 农业部环境保护科研监测所)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制和添加

(1)氧乐果标准工作溶液的配制: 准确吸取 100 μg/mL 氧乐果溶液标准原液 1.0 mL, 用丙酮稀释至 10 mL, 配制成质量浓度为 10 μg/mL 的氧乐果标准储备液; 然后准确吸取 10 μg/mL 氧乐果标准储备液 1.0 mL, 用鲜枸杞空白基质液稀释至 10 mL, 配制成质量浓度为 1.0 μg/mL 的标准工作溶液。

(2)标准溶液添加: 用可调移液器吸取 10 μg/mL 的氧乐果标准储备液 125 μL 加至鲜枸杞样品中, 静置 30 min, 制备好加标样品。

2.2.2 样品前处理

准确称取 25.0 g 试样于 100 mL 具塞三角瓶中, 加入 50.0 mL 乙腈, 高速匀浆 2 min 后过滤, 滤液收集到装有 5~7 g 氯化钠的 100 mL 具塞离心管中, 盖上塞子, 剧烈振荡 1 min, 在离心机中离心(2000 r/min)3 min, 使乙腈相和水相分层。准确吸取 10.00 mL 乙腈相溶液, 放入 100 mL 烧杯中, 于 80 °C 水浴锅上加热, 杯内缓慢通入氮气或空气流, 蒸发近干, 加入 2.0 mL 丙酮, 盖上铝箔, 备用。将备用液完全转移至 10 mL 刻度离心管中, 再用约 3 mL 丙酮分 3 次冲洗烧杯, 并转移至离心管, 最后定容至 5.0 mL, 在漩涡混合器上混匀, 移入 2 mL 自动进样器样品瓶中, 供色谱测定。

2.2.3 结果计算模型

用单点外标法定量, 鲜枸杞中氧乐果农药残留量(W)按公式(1)计算:

$$W = \frac{V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \rho \quad (1)$$

式中: W ——样品中农药的质量分数, mg/kg;

ρ ——标准溶液中氧乐果的质量浓度, μg/mL;

m ——样品质量, g;

A ——样品溶液中氧乐果的峰面积;

A_s ——标准溶液中氧乐果的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积, mL;
 V_2 ——提取溶剂分取体积, mL;
 V_3 ——样品溶液定容体积, mL。

3 结果与分析

3.1 不确定度分量的来源分析

采用气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果的含量, 测定结果的不确定度来源主要有: 样品称量引入的不确定度, 由天平的线性不确定度构成; 样品前处理溶液体积变化引入的不确定度, 由移取试液、试液定容、温度变化等引入的不确定度组成; 校准过程引入的不确定度, 由标准品原液稀释成标准工作溶液时引入; 标准峰面积重复测定引入的不确定度, 样品重复测量引入的不确定度。

3.2 不确定度分量的测定

3.2.1 样品称量引入的不确定度

用百分之一电子天平, 称取样品 25.00 g, 该天平在 0~50 g 称量范围的最大允许误差 $MPE=\pm 0.05$ g, 按均匀分布处理, $k=\sqrt{3}$, 引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{0.05 \text{ g}}{\sqrt{3} \times 25.0 \text{ g}} \times 100\% = 0.115\%。$$

3.2.2 样品前处理溶液体积变化引入的不确定度

(1) 提取溶液总体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{50})$

用 50 mL 瓶口分液器分取 50.0 mL 乙腈, 50 mL 瓶口分液器的相对系统误差为 $\pm 0.5\%$, 绝对系统误差为 ± 250 μL , 按均匀分布处理, $k=\sqrt{3}$, 引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(V_{50})_1 = \frac{0.25 \text{ mL}}{\sqrt{3} \times 50.0 \text{ mL}} \times 100\% = 0.289\%。$$

实验室温度在 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ 之间变化, 乙腈的膨胀系数为 $0.00137 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$, 视温度变化为均匀分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{50})_2 = \frac{3 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 0.00137 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.237\%。$$

提取溶液总体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{50})$ 合成为:

$$u_{\text{rel}}(V_{50}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{50})_1 + u_{\text{rel}}^2(V_{50})_2} = \sqrt{(0.289\%)^2 + (0.237\%)^2} = 0.374\%。$$

(2) 提取溶液分取体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{10})$

用 A 级 10 mL 单标线移液管移取 10.00 mL 提取液, A 级 10 mL 单标线移液管的容量允许误差为 $MPE=\pm 0.020$ mL。按均匀分布处理, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{10})_1 = \frac{0.020 \text{ mL}}{\sqrt{3} \times 10.00 \text{ mL}} \times 100\% = 0.115\%。$$

实验室温度在 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ 之间变化, 乙腈的膨胀系数为 $0.00137 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$, 视温度变化为均匀分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{10})_2 = \frac{3 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 0.00137 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.237\%。$$

提取溶液分取体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{10})$ 合成为:

$$u_{\text{rel}}(V_{10}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{10})_1 + u_{\text{rel}}^2(V_{10})_2} = \sqrt{(0.115\%)^2 + (0.237\%)^2} = 0.263\%。$$

(3) 样品定容体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_5)$

样品经萃取、净化后在 10 mL 刻度离心管中用丙酮定容至 5.0 mL, 10 mL 刻度离心管的容量允许误差为 $MPE=\pm 0.10$ mL, 按均匀分布处理, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_5)_1 = \frac{0.10 \text{ mL}}{\sqrt{3} \times 5.0 \text{ mL}} \times 100\% = 1.15\%。$$

实验室温度在 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ 之间变化, 丙酮的膨胀系数为 $0.00143 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$, 视温度变化为均匀分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_5)_2 = \frac{3 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 0.00143 \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.248\%。$$

样品定容体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_5)$ 合成为:

$$u_{\text{rel}}(V_5) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_5)_1 + u_{\text{rel}}^2(V_5)_2} = \sqrt{(1.15\%)^2 + (0.248\%)^2} = 1.18\%。$$

(5) 样品前处理过程溶液体积变化引入的相对标准不确定度合成为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{50}) + u_{\text{rel}}^2(V_{10}) + u_{\text{rel}}^2(V_5)} = \sqrt{(0.374\%)^2 + (0.263\%)^2 + (1.18\%)^2} = 1.26\%。$$

3.2.3 标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\rho)$

(1) 氧乐果标准原液引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\rho)$

根据标准物质证书, 氧乐果标准原液的浓度 C_0 为 100 $\mu\text{g/mL}$, 扩展不确定度为 0.14 $\mu\text{g/mL}$, 视为均匀分布, 则标准不确定度 $u(C_0) = \frac{a}{k} = \frac{U}{\sqrt{3}}$, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_0) = \frac{u(C_0)}{C_0} = \frac{U}{\sqrt{3} \times C_0} = \frac{0.14 \mu\text{g/mL}}{\sqrt{3} \times 100 \mu\text{g/mL}} \times 100\% = 0.0808\%。$$

(2) 稀释氧乐果标准原液和储备液引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{移}})$

实验使用 1000 μL 可调移液器量取原液和储备液, 1000 μL 可调移液器的容量允许误差 $MPE=\pm 1\%$, 按均匀分

布评定: 使用 1000 μL 可调移液器 2 次引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{移}})_1$ 为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{移}})_1 = 2 \times \frac{0.01 \text{ mL}}{1 \text{ mL} \times \sqrt{3}} \times 100\% = 1.15\%。$$

实验室温度在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间变化, 丙酮的膨胀系数为 $0.00143\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, 视温度变化为均匀分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{移}})_2 = 2 \times \frac{3\text{ }^{\circ}\text{C} \times 0.00143\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.495\%。$$

稀释氧乐果标准原液和储备液引入的相对标准不确定度合成为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{移}}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{\text{移}})_1 + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{移}})_2} = \sqrt{(1.15\%)^2 + (0.495\%)^2} = 1.25\%。$$

(3) 标准工作液配制由容量瓶引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{容}})$

实验使用 10 mL A 级容量瓶, 根据 JJG 196-2006《常用玻璃量具检定规程》^[19]10 mL A 级容量瓶的最大允许误差 $\text{MPE}=\pm 0.02\text{ mL}$, 按均匀分布评定: 使用 10 mL A 级容量瓶 2 次定容引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{容}})_1$ 为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{容}})_1 = 2 \times \frac{0.02 \text{ mL}}{10 \text{ mL} \times \sqrt{3}} \times 100\% = 0.231\%。$$

实验室温度在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间变化, 丙酮的膨胀系数为 $0.00143\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, 视温度变化为均匀分布, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{容}})_2 = 2 \times \frac{3\text{ }^{\circ}\text{C} \times 0.00143\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.495\%。$$

标准工作液配制由容量瓶引入的相对标准不确定度合成为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{容}}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{\text{容}})_1 + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{容}})_2} = \sqrt{(0.231\%)^2 + (0.495\%)^2} = 0.546\%。$$

(4)标准溶液配制引入的相对标准不确定度合成为:

$$u_{\text{rel}}(\rho) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_0) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{移}}) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{容}})} = \sqrt{(0.0808\%)^2 + (1.25\%)^2 + (0.546\%)^2} = 1.87\%。$$

3.2.4 标准峰面积重复测定带来的不确定度
对标准溶液进行连续 6 次的进样测定, 测定结果见表 1。

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2} = \sqrt{\frac{1}{6-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2} = 167.35 \text{ pA} \cdot \text{s}。$$

取重复测定 6 次峰面积的算术平均值, 氧乐果标准工作液的峰面积。标准不确定度为:

$$u(\bar{A}_s) = S_x = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{167.35 \text{ pA} \cdot \text{s}}{\sqrt{6}} = 68.33 \text{ pA} \cdot \text{s}。$$

标准峰面积重复测定引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\bar{A}_s) = \frac{u(\bar{A}_s)}{\bar{A}_s} = \frac{68.33 \text{ pA} \cdot \text{s}}{6651.07 \text{ pA} \cdot \text{s}} \times 100\% = 1.03\%。$$

3.2.5 样品重复性测定引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{w})$

本实验由同一实验人员, 在相同的实验条件下, 采用上述处理方法, 在短时间内对鲜枸杞样品中的氧乐果重复测定 6 次, 满足结果评定的重复性条件, 测量结果见表 2。将实验过程中样品匀浆速率、过滤过程等因素引入的不确定度分量合并为总的实验重复性不确定度分量, 结果通过 A 类评定的贝塞尔公式计算所得。

采用贝塞尔公式计算:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2} = \sqrt{\frac{1}{6-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2} = 0.0064 \text{ mg} / \text{kg}。$$

取重复测定 6 次测量值的算术平均值, 作为鲜枸杞中氧乐果的含量。标准不确定度为:

$$u(\bar{w}) = \frac{s(\bar{w})}{\sqrt{n}} = \frac{0.0064 \text{ mg} / \text{kg}}{\sqrt{6}} = 0.0026 \text{ mg} / \text{kg}。$$

样品重复测定引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\bar{w}) = \frac{u(\bar{w})}{\bar{w}} = \frac{0.0026 \text{ mg} / \text{kg}}{0.045 \text{ mg} / \text{kg}} \times 100\% = 5.77\%$$

3.3 不确定度结果计算

3.3.1 合成相对标准不确定度
各不确定度分量结果见表 3。

表 1 标准溶液测定结果
Table 1 Measurement results of standard solution

测量次数	1	2	3	4	5	6	平均峰面积 $\bar{A}_s$ /(pA*s)
峰面积 A_s /(pA*s)	6550.86	6882.14	6523.78	6829.59	6637.30	6482.76	6651.07

表 2 样品重复性测定结果
Table 2 Measurement results of sample repeatability

测量次数	1	2	3	4	5	6	平均值
峰面积 A_s /(pA*s)	298.24	279.84	270.60	307.41	322.08	293.82	295.33
含量(mg/kg)	0.046	0.043	0.041	0.047	0.049	0.045	0.045

表 3 各不确定度分量结果
Table 3 Results of each uncertainty components

来源	分量	评定方法	相对标准不确定度/%
样品称量	$u_{\text{rel}}(m)$	B 类	0.115
样品前处理、定容	$u_{\text{rel}}(V)$	B 类	1.26
标准溶液配制	$u_{\text{rel}}(\rho)$	B 类	1.87
标准溶液重复性	$u_{\text{rel}}(\bar{A}_s)$	A 类	1.03
样品重复性	$u_{\text{rel}}(\bar{w})$	A 类	5.77

按如下公式合成各分量, 即得气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果残留量过程的相对合成标准不确定度为:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(w) &= \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\rho) + u_{\text{rel}}^2(\bar{A}_s) + u_{\text{rel}}^2(\bar{w})} \\ &= \sqrt{(0.115\%)^2 + (1.26\%)^2 + (1.87\%)^2 + (1.03\%)^2 + (5.77\%)^2} \\ &= 6.28\% \end{aligned}$$

3.3.2 合成标准不确定度

鲜枸杞样品重复测定的氧乐果平均值为 0.045 mg/kg, 其合成标准不确定度 $u_c(w)$ 为:

$$u_c(w) = \bar{w} \times u_{\text{rel}}(\bar{w}) = 0.045 \text{ mg/kg} \times 6.28\% = 0.00283 \text{ mg/kg}。$$

3.3.3 扩展不确定度的计算

根据测量不确定度评定指南对普通实验室的要求, 在 95%置信水平下取包含因子 $k=2$, 即得气相色谱法测定鲜枸杞中氧乐果残留量过程的扩展不确定度 U 为:

$$U = k \times u_c(w) = 2 \times 0.00283 \text{ mg/kg} = 0.006 \text{ mg/kg}。$$

3.4 测定结果

通过气相色谱法测定, 该鲜枸杞样品中氧乐果残留量结果为:

$$w = (0.045 \pm 0.006) \text{ mg/kg}, k = 2。$$

4 结 论

采用 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》^[20]第 2 部分: 蔬菜和水果中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的测定 方法二测定鲜枸杞中氧乐果农药残留量, 并依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[6]规范, 评定了测量过程中的不确定度。结果表明, 影响鲜枸杞中氧乐果农药残留测量结果的主要不确定度分量为样品重复测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{w})$, 其次是标准溶液配制、样品前处理、定容和标准溶液重复测定引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\rho)$ 、 $u_{\text{rel}}(V)$ 和 $u_{\text{rel}}(\bar{A}_s)$, 最后是样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$ 。因此, 在采用 NY/T 761-2008 测定水果中的农药残留量时, 在样品检测过程中应严格控制样品前处理的各个步骤, 尽可能的操作精确, 减少因分离提取液、定容溶液等引入的不确定度, 在上机检测过程中应严格按照仪器

操作规程进行测定, 在测定前做好仪器调试准备工作, 尽量排除仪器的不确定因素, 确保仪器的良好工作状态, 从而降低测定结果的不确定度。

参考文献

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

[2] NY/T 1051—2014 绿色食品 枸杞及枸杞制品[S].
NY/T 1051—2014 Greed food—Wolfberry and its products [S].

[3] 李坚. 食品检验在保障食品安全中的重要性及其局限性[J]. 科学技术创新, 2016, (19): 140–140.
Li J. The importance and limitation of food inspection in ensuring food safety [J]. Sci Tech Innov, 2016, (19): 140–140.

[4] 翟洪稳, 范素芳, 王娟, 等. 测量不确定度在食品检验中的应用及进展[J]. 食品科学, 2019, (12): 93–95.
Zhai HW, Fan SF, Wang J, *et al.* Application and progress of measurement uncertainty in food inspection and detection [J]. Food Sci, 2019, (12): 93–95.

[5] JJF 1059—1999 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059—1999 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].

[6] 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].

[7] 王璐, 贺泽英, 罗铭, 等. 蔬菜中农药残留测定的测量不确定度评定[J]. 安徽农业科学, 2015, 43(3): 113–115, 119.
Wang L, He ZY, Luo M, *et al.* Measurement uncertainty evaluation of determination pesticide residues in vegetables [J]. J Anhui Agri Sci, 2015, 43(3): 113–115, 119.

[8] 方学智, 费学谦, 丁明, 等. 玉米中氯氰菊酯、溴氰菊酯 SPE 净化及不确定度分析[J]. 农药, 2009, 48(2): 127–129, 149.
Fang XZ, Fei XQ, Ding M, *et al.* Purification of permethrin and deltamethrin in maize by spe and evaluation of uncertainty [J]. Agrochemicals, 2009, 48(2): 127–129, 149.

[9] 高强, 孙榕, 高升成, 等. 高效液相色谱—柱后衍生法测定蔬菜中克百威农药残留量的不确定度评定[J]. 现代农业科技, 2019, (19): 101–102, 107.
Gao Q, Sun R, Gao SC, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of carbofuran pesticide residues in vegetables by high performance liquid chromatography—post-column derivatization [J]. Mod Agric Sci Technol, 2019, (19): 101–102, 107.

[10] 高琴, 刘纳, 钟攀. 气相色谱法测定黄瓜中马拉硫磷农药残留量的不确定度评定[J]. 现代农业科技, 2019, (11): 104–105.
Gao Q, Liu N, Zhong P. Uncertainty Evaluation of Malathion Pesticide Residues in Cucumber by GC [J]. Mod Agri Sci Tech, 2019, (11): 104–105.

[11] 简德威, 郑悦珊, 熊含鸿, 等. 气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(16): 5499–5504.
Jian DW, Zhen YS, Xiong HH, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of sodium cyclamate in candied fruit by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(16): 5499–5504.

- [12] 石叶蓉, 黄荣华. 气相色谱法测定蔬菜和水果中毒死蜱的不确定度评定[J]. 现代农业, 2019, (14): 107, 110.
Shi YR, Huang RH. Uncertainty evaluation of chlorpyrifos in vegetables and fruits by GC [J]. Mod Agric, 2019, (14): 107, 110.
- [13] 孙小龙, 加力, 毛敏, 等. 气相色谱—质谱联用法测定豆角中 3 种拟除虫菊酯类农药残留的不确定度评定[J]. 现代食品, 2019, 20(58): 188–193.
Sun XL, Jia L, Mao M, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of 3 kinds of pesticides residues in beans by gas chromatography–mass spectrometry [J]. Mod Food, 2019, 20(58): 188–193.
- [14] 华佳森. 高效液相色谱仪测定苹果中阿维菌素残留量的不确定度评定[J]. 轻工科技, 2019, 35(12): 7–8, 10.
Hua JM. Evaluation of uncertainty in determination of avermectin residue in apple by high–performance liquid chromatography [J]. Light Ind Technol, 2019, 35(12): 7–8, 10.
- [15] 贺玲, 段书源, 戴崔云, 等. 气相色谱法测定普通白菜中毒死蜱含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(10): 3085–3090.
He L, Duan SY, Dai CY, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of chlorpyrifos pesticide in common Chinese cabbage–pak–choi by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(10): 3085–3090.
- [16] 程文胜, 谢艳红, 向正华, 等. 气相色谱法测定花生中有机氯农药残留的不确定度评定[J]. 化学工程与装备, 2018, (6): 227–230.
Cheng WS, Xie YH, Xiang ZH, *et al.* Uncertainty analysis of organochlorine residues in peanut by GC [J]. Chem Eng Equip, 2018, (6): 227–230.
- [17] 王凯, 邱宇, 王亮亮, 等. 液相色谱 – 串联质谱法测定白酒中甜蜜素的不确定度评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(6): 1449–1454.
Wang K, Qiu Y, Wang LL, *et al.* Uncertainty evaluation of the determination of sodium cyclamate in liquor by liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(6): 1449–1454.
- [18] CNAS-CL01-G003 测量不确定度的要求[S].
CNAS-CL01-G003 Measurement uncertainty requirements [S].
- [19] JJG 196-2006 常用玻璃量具检定规程[S].
JJG 196-2006 Common verification regulations for glass gauges [S].
- [20] NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].
NY/T 761-2008 Determination of organophosphorus, organochlorine, pyrethroids and carbamate residues in vegetables and fruits [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



郭军霞, 硕士, 主要研究方向为林产品质量安全监测。
E-mail: 1359846823@qq.com