

气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的 不确定度评定

唐媛媛^{1*}, 庄姜云¹, 林铜锐², 林 欣¹, 詹海毅²

(1. 湛江海关技术中心, 湛江 524000; 2. 中国检验认证集团广东有限公司湛江分公司, 湛江 524000)

摘 要: **目的** 评定气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度。**方法** 参照 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》, 建立气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度的数学模型, 对测量过程中各测量不确定度分量进行分析和计算。**结果** 通过对各测量不确定度分量的计算和合成, 蜂蜜样品中马拉硫磷的残留量为 0.021 mg/kg, 扩展不确定度为 0.0037 mg/kg ($k=2$)。**结论** 气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度主要来源为标准曲线的拟合, 其次是样品测量重复性和标准溶液, 而回收率与样品前处理影响较小。

关键词: 气相色谱法; 蜂蜜; 马拉硫磷; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of malathion residue in honey by gas chromatography

TANG Yuan-Yuan^{1*}, ZHUANG Jiang-Yun¹, LIN Jian-Rui², LIN Xin¹, ZHAN Hai-Yi²

(1. Technical Center of Zhanjiang Customs, Zhanjiang 524000, China;
2. China Certification & Inspection Group Guangdong Co., Ltd-Zhanjiang Branch, Zhanjiang 524000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination of malathion residues in honey by gas chromatography. **Methods** According to JJF 1059.1-2012 *Evaluation and expression of measurement uncertainty* and JJF 1135-2005 *Evaluation of measurement uncertainty in chemical analysis*, a mathematical model was established for the uncertainty of determination of malathion residue in honey by gas chromatography, and each uncertainty components in the measurement process were analyzed and calculated. **Results** By calculating and synthesizing the each measurement uncertainty components, the residual amount of malathion in honey sample was 0.021 mg/kg, and expanded uncertainty was 0.0037 mg/kg ($k=2$). **Conclusion** The uncertainty of the determination of malathion residue in honey by gas chromatography is mainly derived from the fitting of standard curve, followed by the repeatability of sample measurement and standard solution, while recovery rate and sample pretreatment have less influence on uncertainty.

KEY WORDS: gas chromatography; honey; malathion; uncertainty

*通讯作者: 唐媛媛, 助理工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: 1264115608@qq.com

*Corresponding author: TANG Yuan-Yuan, Assistant Engineer, Technical Center of Zhanjiang Customs, Zhanjiang 524000, China. E-mail: 1264115608@qq.com

1 引言

测量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^[1], 是与测量结果相联系的参数, 说明测量结果的不可确定程度和可信程度。随着人们对食品安全越来越重视, 对测量结果的要求也不断提高, 使得测量不确定度的评定显得更为重要。

蜂蜜的气味清香, 味道甜美, 营养丰富, 是人们日常生活中十分常见的一种食品。而随着近些年人们对食品保健功效的重视, 蜂蜜的消费量也越来越高。但随之而来的是蜂蜜的食品安全问题。世界各国对蜂蜜中有害物质残留的监控日趋严格, 其中最重要的指标就是农药残留水平。欧盟、美国及日本等国家和地区均制定了蜂蜜农残最大残留限量(maximum residue limit, MRL), 且不断对蜂蜜农药残留标准、规则进行调整^[2]。

Irungu 等^[3]收集了来自埃塞俄比亚与肯尼亚两国农场和市场中蜂蜜样品, 发现其马拉硫磷的残留量高出欧盟最大残留限量的 2 倍。蔺永刚等^[4]对产自于新疆伊犁地区尼勒克县的 3 种黑蜂蜂蜜中蝇毒磷、敌百虫、毒死蜱、皮蝇磷和马拉硫磷等残留情况进行了分析, 发现这些农药在这 3 种样品中均有少量残留, 最小残留水平分别为 13.0、10.0、16.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。蜂蜜的农药残留对我国蜂蜜行业的发展与人民群众的身体健康都造成不少的影响, 其中过量摄入马拉硫磷能抑制胆碱酯酶活性, 造成神经生理功能紊乱。气相色谱法测定马拉硫磷的不确定度评定^[5]与气相色谱法测定蜂蜜中非有机磷类农药残留量的不确定度评定^[6]都已有相关文献, 而采用标准 GB 23200.97-2016《食品安全国家标准 蜂蜜中 5 种有机磷农药残留量的测定 气相色谱法》^[7]测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度评定未见报道。

本研究根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[1]、JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》^[8]和 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[9]中的规定与要求, 按照 GB 23200.97-2016 建立评定测量不确定度的方法, 分析和评定测量过程中不确定度分量的来源, 根据测量不确定度评定时的各测量不确定度分量的大小, 找出检测过程中需要重点控制的步骤, 以期为实验室内部的质量控制提供参考。

2 材料与方法

2.1 样品、试剂与仪器

蜂蜜: 购自当地某超市。

马拉硫磷标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 农业部环境保护科研检测所); 乙酸乙酯、丙酮[色谱纯, 赛默飞世尔科技(中国)有限公司]; 氯化钠(分析纯, 广州化学试剂厂)。

GC2010-Plus 气相色谱仪, 配火焰光度检测器(flame

phototric detector, FPD)(日本岛津公司); XW-80A 漩涡混合器(上海精科实业有限公司); Turbopap.LV 浓缩工作站(美国 Caliper 公司); 3H20RI 智能高速冷冻离心机(湖南赫西仪器装备有限公司); Mutivap-8 平行浓缩仪(北京莱伯泰科仪器股份有限公司); JJ500 电子天平(常熟市双杰测试仪器厂)。

2.2 实验方法

2.2.1 马拉硫磷标准工作液的配制

吸取马拉硫磷标准溶液 100 μL 于 10 mL 容量瓶中, 用丙酮稀释至刻度, 得到 1.0 mg/L 标准工作液

2.2.2 标准曲线溶液的配制

准确吸取适量的 1.0 mg/L 标准工作液, 用丙酮稀释配制成浓度分别为 0.00、0.01、0.05、0.10、0.20、0.40 mg/L 的标准曲线。

2.2.3 色谱条件

色谱柱: DB-5MS 毛细管柱(30.0 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$); 载气: 氮气(纯度>99.99%); 载气流速: 1.0 mL/min ; 尾吹气流速: 30 mL/min ; 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$; 进样模式: 不分流进样; 进样量: 1 μL ; 升温程序: 50 $^{\circ}\text{C}$ (保持 2 min), 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$ (保持 1 min), 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 200 $^{\circ}\text{C}$ (保持 10 min); 检测器温度: 310 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2.4 样品前处理

称取 10 g 均匀试样(精确到 0.01 g), 置于 50 mL 离心管中, 加入 15 mL 水和 5 g 氯化钠, 混匀, 再加入 15 mL 乙酸乙酯, 在混匀器上混匀 2 min, 4000 r/min 条件下离心 5 min, 用尖嘴吸管将上层乙酸乙酯溶液移至 100 mL 浓缩瓶中, 水相再加入 15 mL 乙酸乙酯, 重复上述操作, 合并 2 次提取液, 用平行浓缩仪在 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴减压浓缩至近干, 加入 8 mL 乙酸乙酯溶解, 定量转移至 10 mL 离心管中, 在 40 $^{\circ}\text{C}$ 以下水浴中用平缓氮气流吹至近干, 准确加入 1 mL 乙酸乙酯, 混匀, 供气相色谱测定。

3 结果与分析

3.1 测量不确定度分析

3.1.1 数学模型

数学模型如下:

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中: X : 样品中马拉硫磷的量, mg/kg ; C : 从标准曲线得到的样品上机瓶中马拉硫磷的质量浓度, mg/L ; V : 样品的定容体积, mL ; m : 样品的称样量, g 。

3.1.2 不确定度来源

根据数学模型和测量过程的分析, 测量结果的不确定度分量主要是来自马拉硫磷标准溶液、样品的前处理、标准曲线的拟合、测量的重复性、回收率等方面。相关不确定度来源的因果关系图如图 1 所示。

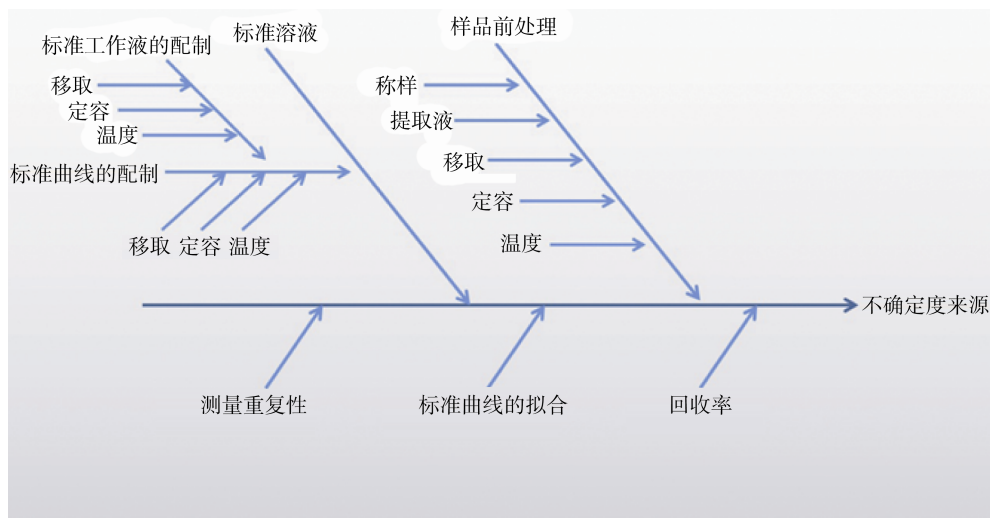


图 1 标准不确定度鱼骨图

Fig.1 Fishbone diagram with standard uncertainty

3.2 测量不确定度分量的评定

3.2.1 标准溶液引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c)$

(1) 马拉硫磷标准溶液引入的相对标准不确定度 $u_{1\text{rel}}(c)$

根据马拉硫磷标准物质证书, 马拉硫磷标准溶液的浓度为 $100 \mu\text{g/mL}$, 扩展标准不确定度 $U=0.13 \mu\text{g/mL}$, 包含因子 $k=2$ 。所以由马拉硫磷标准溶液引入的相对标准不确定度为:

$$u_{1\text{rel}}(c) = \frac{0.13}{2 \times 100} = 0.00065。$$

(2) 马拉硫磷标准工作溶液引入的相对标准不确定度 $u_{2\text{rel}}(c)$

吸取马拉硫磷标准溶液 $100 \mu\text{L}$ 于 10 mL 容量瓶中, 用丙酮稀释至刻度, 得到马拉硫磷标准工作液, 浓度为 1.0 mg/L 。实验室的环境温度为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

根据校准证书, $100 \mu\text{L}$ 可调移液器的扩展标准不确定度 $U=1 \mu\text{L}$, 包含因子 $k=2$ 。则相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(100 \mu\text{L}) = \frac{1}{2 \times 100} = 0.005。$$

根据校准证书, 10 mL 容量瓶的扩展标准不确定度 $U=0.010 \text{ mL}$, 包含因子 $k=2$ 。则相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(10 \text{ mL}) = \frac{0.010}{2 \times 10} = 0.0005。$$

由于丙酮的膨胀系数为 $1.49 \times 10^{-3}/^\circ\text{C}$ (由于玻璃的膨胀系数比液体的膨胀系数小很多, 所以实验室温度校准引起的容量瓶体积变化可忽略不计), 按照均匀分布, 取包含因子 $k=\sqrt{3}$ 。则环境温度变化的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(t_1) = \frac{1.49 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.0043。$$

根据以上不确定度分量可得, 马拉硫磷标准工作液

溶液引入的相对标准不确定度为:

$$\begin{aligned} u_{2\text{rel}}(c) &= \sqrt{u_{\text{rel}}(100 \mu\text{L})^2 + u_{\text{rel}}(10 \text{ mL})^2 + u_{\text{rel}}(t_1)^2} \\ &= \sqrt{0.005^2 + 0.0005^2 + 0.0043^2} \\ &= 0.00661 \end{aligned}$$

(3) 标准曲线溶液配制过程中引入的相对不确定度分量 $u_{3\text{rel}}(c)$

标准曲线的浓度点分别为 0.00 、 0.01 、 0.05 、 0.10 、 0.20 、 0.40 mg/L 。其中配制 0.01 、 0.05 、 0.10 mg/L 时用 $100 \mu\text{L}$ 可调移液器移取标准工作溶液, 配制 0.20 、 0.40 mg/L 时用 $1000 \mu\text{L}$ 可调移液器移取标准工作溶液。移取丙酮时使用 $1000 \mu\text{L}$ 可调移液器。实验室的环境温度为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

根据校准证书, $1000 \mu\text{L}$ 可调移液器的扩展标准不确定度 $U=2 \mu\text{L}$, 包含因子 $k=2$ 。则相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(1000 \mu\text{L}) = \frac{2}{2 \times 1000} = 0.001。$$

由上文可知, $100 \mu\text{L}$ 可调移液器的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(100 \mu\text{L})=0.005$ 。环境温度变化的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(t_1)=0.0043$ 。

根据以上不确定度分量可得, 标准曲线溶液配制过程中引入的相对标准不确定度分量为:

$$\begin{aligned} u_{3\text{rel}}(c) &= \sqrt{u_{\text{rel}}(100 \mu\text{L})^2 \times 3 + u_{\text{rel}}(1000 \mu\text{L})^2 \times 7 + u_{\text{rel}}(t_1)^2} \\ &= \sqrt{0.005^2 \times 3 + 0.001^2 + 0.0043^2} \\ &= 0.01002 \end{aligned}$$

由 3 个不确定度分量可得, 标准溶液引入的相对标准不确定度为:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(c) &= \sqrt{u_{1\text{rel}}(c)^2 + u_{2\text{rel}}(c)^2 + u_{3\text{rel}}(c)^2} \\ &= \sqrt{0.00065^2 + 0.00661^2 + 0.01002^2} \\ &= 0.0120。 \end{aligned}$$

3.2.2 样品前处理引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

(1) 称取样品过程中引入的相对标准不确定度 $u_{\text{1rel}}(m)$

使用百分之一天平称取 10.00 g 样品。由天平的校准证书可得, 其扩展标准不确定度 $U=0.08$ g, 包含因子 $k=2$ 。则由称取样品过程中引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{1rel}}(m) = \frac{0.08}{2 \times 10.00} = 0.004。$$

(2) 样品最后定容引入的相对标准不确定度 $u_{\text{1rel}}(V)$

使用 1000 μL 可调移液器定容样品。由上文可知, 1000 μL 可调移液器的扩展标准不确定度 $u_{\text{rel}}(1000 \mu\text{L})=0.001$ 。所以 $u_{\text{1rel}}(V)=0.001$ 。

(3) 环境温度变化引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(t_2)$

由于乙酸乙酯的膨胀系数为 $1.39 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$ (由于玻璃的膨胀系数比液体的膨胀系数小很多, 所以实验室温度校准引起的玻璃管体积变化可忽略不计), 按照均匀分布, 取包含因子 $k=\sqrt{3}$ 。则环境温度变化的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(t_2) = \frac{1.39 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.0040。$$

综合以上相对标准不确定度分量, 样品前处理引入的相对标准不确定度为:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(m) &= \sqrt{u_{\text{1rel}}(m)^2 + u_{\text{1rel}}(V)^2 + u_{\text{rel}}(t_2)^2} \\ &= \sqrt{0.004^2 + 0.001^2 + 0.004^2} \\ &= 0.00574。 \end{aligned}$$

3.2.3 样品测量重复性引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x)$

影响样品测量结果平行性的主要因素是样品的均匀性、样品前处理过程中的一致性和检测仪器的稳定性。样品测量不确定性引入的相对标准不确定度为 A 类不确定评定。通过 6 次检测结果计算其算术平均值和实验标准偏差, 结果如表 1。

表 1 重复性测量结果
Table 1 Repeatability test results

实验序号	测量结果/(mg/kg)	实验标准偏差/(mg/kg)
1	0.01858	0.000759
2	0.01781	
3	0.01895	
4	0.01801	
5	0.01961	
6	0.01986	
算数平均值($\bar{A}$)	0.019	

样品测量重复性引入的标准不确定度为:

$$u(x) = s(\bar{A}) = \frac{S(A)}{\sqrt{n}} = 0.00031 \text{ mg/kg}$$

由表 1 可知, 蜂蜜样品中马拉硫磷残留量的最佳估计

值是 0.019 mg/kg。由样品测量重复性引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(x) = \frac{u(x)}{x} = 0.0163。$$

3.2.4 标准曲线拟合引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(s)$

马拉硫磷标准曲线各浓度点的峰面积见表 2。根据最小二乘法拟合而成的标准曲线线性回归方程为: $Y=20123.08X+0.0$ 。其中斜率 $a=20123.08$ 。截距 $b=0.0$ 。线性回归方程系数 $r^2=0.9999$ 。

表 2 标准工作曲线数据
Table 2 Standard working curve data

编号	质量浓度/(mg/L)	峰面积
1	0.000	0.000
2	0.010	204.230
3	0.050	945.758
4	0.100	2014.630
5	0.200	3957.346
6	0.400	8089.734

根据标准曲线标准偏差公式:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a \cdot c_i + b)]^2}{n-2}}$$

式子中:

y_i 为第 i 次测量的峰面积(见表 2);
 a 为标准曲线线性回归方程斜率, $a=20123.08$;
 b 为标准曲线线性回归方程截距, $b=0.0$;
 c_i 为第 i 次测量的标准曲线浓度, 见表 2;
 n 为标准溶液测定总次数, $n=6$ 。

得出: $S_R=49.57$ 。

则标准曲线拟合引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(s) = \frac{S_R}{a \times c} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(c - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}}$$

式子中:

S_R 为标准曲线标准偏差, $S_R=49.57$;
 a 为标准曲线线性回归方程斜率, $a=20123.08$;
 P 为样品的测量次数, $P=6$;
 n 为标准溶液测定总次数, $n=6$;
 c_i 为第 i 次测量的标准曲线浓度, 见表 2;
 c 为有标准曲线得到的样品结果的算数平均值。
 $c=0.019$;
 $\bar{c}$ 为有标准曲线浓度的算数平均值, $\bar{c}=0.13$ 。
得出: $u_{\text{rel}}(s)=0.0859$ 。

3.2.5 回收率引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$

在 6 个空白样品中添加质量分数为 0.01 mg/kg 的马拉硫磷。经测试后结果见表 3。

表 3 回收率结果

Table 3 Recovery rates results

实验序号	回收率/%	实验标准偏差 $S(R)/\%$
1	87.9	2.09
2	84.7	
3	88.6	
4	90.1	
5	90.2	
6	89.8	
算数平均值($\bar{R}$)	88.6	

由回收率引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(R) = \frac{S(R)}{\sqrt{n} \times \bar{R}} = 0.00963。$$

对以上回收率的计算结果进行显著性检验(t 检验)。根

据公式 $t = \frac{|1 - \bar{R}|}{u_{\text{rel}}(R)}$ 。求得 $t=11.84$ 。查 t 分布在不同置信概

率 P 与自由度 ν 的 $t_p(\nu)$ 值得, 当在置信概率是 95%, 自由度为 5 时, t 分布临界值 $t_{0.95}(5)=2.57$, 即当检验值 $t \geq 2.57$ 时, 则与回收率 100% 有显著性差异, 需使用回收率修正结果。所以测量结果修正后为 0.021 mg/kg。

3.3 不确定度的合成

根据以上评定的各不确定度分量结果及公式:

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}(c)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(x)^2 + u_{\text{rel}}(s)^2 + u_{\text{rel}}(R)^2}$$

算出合成相对标准不确定度, 再根据公式:

$$u = u_{\text{rel}} \times c$$

算出合成标准不确定度。结果见表 4

表 4 相对标准不确定度

Table 4 Relative standard uncertainty

序号	不确定度分量来源	符号	数值	合成相对标	合成标准
				准不确定度 u_{rel}	不确定度 $u/(\text{mg/kg})$
1	标准溶液	$u_{\text{rel}}(c)$	0.0120		
2	样品前处理	$u_{\text{rel}}(m)$	0.00574		
3	样品测量重复性	$u_{\text{rel}}(x)$	0.0163	0.0890	0.00187
4	标准曲线拟合	$u_{\text{rel}}(s)$	0.0859		
5	回收率	$u_{\text{rel}}(R)$	0.00963		

3.4 不确定度报告

按置信水平 95%, 取包含因子 $k=2$ 。根据扩展标准不确定度公式 $U = u \times k$, 得扩展不确定度 $U=0.0037 \text{ mg/kg}$ 。

所以样品中的马拉硫磷残留量检测结果为 $(0.021 \pm 0.0037) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 。

4 结 论

本研究对气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度进行评定, 结果表明, 标准曲线拟合引入的不确定度分量对最终的合成不确定度影响最大, 其次为样品测量重复性和标准溶液, 而回收率与样品前处理影响较小。通过分析各不确定度分量的引入过程, 可以从以下几个方面来降低测量不确定度。

(1) 标准曲线拟合

在标准曲线拟合引入的不确定度计算中, 并没有考虑待测样品中目标物浓度的不确定度所带来的影响。洪泽淳等^[10]分析发现, 当待测样品中目标物的浓度越大, 标准曲线拟合引入的不确定度越小。此外, 还可以通过增加标准曲线点的个数(一般不少于 5 个点), 增加标准曲线的跨度(至少跨越 1 个数量级), 使待测样品的浓度水平位于标准曲线重心点附近, 增加待测样品平行测定次数(不低于 2 次)。也可以使用灵敏度较高的检测设备以降低标准曲线拟合过程的不确定度^[11]。

(2) 样品测量重复性

样品测量重复性主要受样品前处理和上机仪器影响。在实际操作中可通过增加工作液测定次数、优化前处理方法、增加平行样测定及选择精度较高玻璃量器来减少引入的不确定度^[12]。特别需要注意的是, 在前处理过程中所使用的溶剂为有机挥发性溶剂, 在移取溶剂过程中防止有机溶剂挥发, 对检测结果的准确性非常重要^[13]。同时应要做好检测仪器的检定和期间核查, 以提高检测结果的准确性和实验室的整体检测能力^[14]。在检测过程中要注意操作的规范性, 待仪器稳定后再检测^[15]。

(3) 标准溶液

标准溶液的不确定度主要受标准溶液自身的不确定度, 以及在配制过程中所用的移液器和玻璃器皿的影响。对此应优先选用国家认可的标准物质中心生产的、合格有效的标准品, 采用精度高并计量合格的移液器与容量瓶来配制标准溶液^[10], 并且做好标准物质的保存和期间核查, 标准物质应在有效期内规范使用^[16]。移液管和容量瓶等玻璃量器须由信誉度良好的厂家购买并进行严格检定, 日常使用时严禁高温烘烤, 移液枪则须定期检定^[17]。

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] 郭卫芸, 李光辉, 杨旗, 等. 蜂蜜中农药残留研究进展[J]. 食品研究与开发, 2017, 23(38): 201-205.
Guo WY, Lin GH, Yang Q, et al. Progress in the pesticides residue of honey [J]. Food Res Dev, 2017, 23(38): 201-205.

- [3] Irungu J, Raina S, Torto B. Determination of pesticide residues in honey: A preliminary study from two of Africa's largest honey producers [J]. *Int J Food Contam*, 2016, 3(1): 14.
- [4] 蔺永刚, 武运. 伊犁地区蜂蜜产品污染源分析及建议[J]. *新疆农业科技*, 2013, (5): 14–15.
- Lin YG, Wu Y. Analysis and suggestion of pollution sources of honey product in Yili area [J]. *Xinjiang Agric Sci Technol*, 2013, (5): 14–15.
- [5] 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 Agric Sci Technol*, 2019, (11): 104–105.
- [6] 张茹, 王紫昕, 张文轩, 等. 气相色谱法测定蜂蜜中氟胺氰菊酯的不确定度评定[J]. *现代食品*, 2018, (17): 119–122, 126.
- Zhong R, Wang ZT, Zhang WX, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of fluorocyanthrin in honey by gas chromatography [J]. *Mod Food*, 2018, (17): 119–122, 126.
- [7] GB 23200.97-2016 食品安全国家标准 蜂蜜中 5 种有记录农药残留量的测定 气相色谱法[S].
- GB 23200.97-2016 National food safety standard-Determination of five organophosphorus pesticides residues in honey-Gas chromatography [S].
- [8] JJF 1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].
- JJF 1135-2005 Evaluation of measurement uncertainty in chemical analysis [S].
- [9] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
- GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].
- [10] 洪泽淳, 熊含鸿, 刘莹莹, 等. 气相色谱法测定蔬菜中 16 种有机磷农药残留量的测量不确定度评定[J]. *食品工业科技*, 2020, 41(3): 239–245.
- Hong ZC, Xiong HH, Liu YY, *et al.* Evaluation of measurement uncertainty in the determination of 16 kinds of organophosphorus pesticide residues in vegetables by gas chromatography [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2020, 41(3): 239–245.
- [11] 曹涛, 杨晓夏, 付辉, 等. 高效液相色谱法测定食品中罗丹明 B 的不确定度分析[J]. *中国调味品*, 2013, 7(38): 82, 86.
- Cao T, Yang XX, Fu H, *et al.* Analysis of rhodamine B's uncertainty in food using high performance liquid chromatography [J]. *China Cond*, 2013, 7(38): 82–86.
- [12] 张峰, 林荆, 陈晶, 等. 气相色谱法测定水果中甲基对硫磷的不确定度评定[J]. *福建分析测试*, 2019, 1(28): 27–28.
- Zhang F, Lin J, Chen J, *et al.* Uncertainty Evaluation of determination of methylparathion in fruit by gas chromatography [J]. *Fujian Anal Test*, 2019, 1(28): 27–28.
- [13] 苏美玲, 刘海旭, 丁勇宝, 等. 气相色谱法测定粮食中 4 种有机磷农药残留量的不确定度评定[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(21): 2618–2622.
- Su ML, Liu HX, Ding YB, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of 4 kinds of organophosphorus pesticide residues in grain by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(21): 2618–2622.
- [14] 柴宗龙, 袁彩霞, 周鑫魁, 等. 气相色谱法测定黄瓜中丙溴磷农药残留量的测量不确定度评定[J]. *食品工业科技*, 2019, 12(41): 238–244.
- Chai ZL, Yuan CX, Zhou XK, *et al.* Measurement uncertainty of determination of profenofos (PFF) residues in cucumber evaluated by gas chromatography (GC) [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2019, 12(41): 238–244.
- [15] 宋莹莹, 徐芳菲, 郭畅冰, 等. 气相色谱法测定人参中十六种有机氯含量的不确定度评定[J]. *人参研究*, 2020, (4): 17–21.
- Song YY, Xu FF, Guo CB, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of 16 organo chlorine in ginseng [J]. *Ginseng Res*, 2020, (4): 17–21.
- [16] 姚祖江, 魏超, 谢君红, 等. 气相色谱法测定蔬菜中有机磷残留量不确定度评定[J]. *现代农业科技*, 2015, (19): 143–146.
- Yao ZJ, Wei C, Xie JH, *et al.* Uncertainty evaluation in GC determination of residual amounts of organophosphorus pesticide in vegetables [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2015, (19): 143–146.
- [17] 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 measurement uncertainty for residues determination of phorate in celery by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(17): 5653–5660.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



唐媛媛, 助理工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。

E-mail: 1264115608@qq.com