

气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定黄瓜中嘧霉胺的不确定度评定

乔海霞^{1*}, 孙效乐¹, 曹 宁², 王玉菲¹, 付立娟¹, 蔡可文¹, 刘建洋¹

(1. 山东标准检测技术有限公司, 济南 250100; 2. 中华全国供销合作总社济南果品研究院, 济南 250000)

摘 要: **目的** 评定气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定黄瓜中嘧霉胺残留量的不确定度。**方法** 按照 GB 23200.113—2018 《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》, 参照 JJF 1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》, 建立气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定黄瓜中嘧霉胺残留量的不确定度数学模型, 对检测过程中的各不确定度分量进行分析量化。**结果** 黄瓜中嘧霉胺残留量为 0.018 mg/kg, 其扩展不确定度为 0.00142 mg/kg ($P=95\%$, $k=2$)。**结论** 测量结果不确定度的主要来源中, 标准溶液配制过程引入的不确定度贡献率最大, 在检验检测过程中, 可以通过选择合适的量具, 提高检测人员技术水平等措施来减小测量不确定度。

关键词: 气相色谱-三重四极杆质谱法; 黄瓜; 嘧霉胺; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of pyrimethanil residues in cucumber by gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry

QIAO Hai-Xia^{1*}, SUN Xiao-Le¹, CAO Ning², WANG Yu-Fei¹, FU Li-Juan¹,
CAI Ke-Wen¹, LIU Jian-Yang¹

(1. Shandong Standard Testing Technology Co., Ltd., Jinan 250100, China; 2. Jinna Fruit Research Institute All China Federation of Supply and Marketing Co Operatives, Jinan 250000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination of pyrimethanil in cucumber by gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry. **Methods** According to GB 23200.113—2018 *National food safety standard-Determination of residues of 208 pesticides and their metabolites in plant derived foods-Gas chromatography-mass spectrometry*, and with reference to JJF 1059.1-2012 *Evaluation and expression of measurement uncertainty*, the uncertainty mathematical model for the determination of pyrimethanil residue in cucumber by gas chromatography-mass spectrometry was established. The uncertainty components in the detection process were analyzed and quantified. **Results** The residue of pyrimethanil was 0.018 mg/kg, and the expanded uncertainty was 0.00142 mg/kg ($P=95\%$, $k=2$). **Conclusion** Among the main sources of uncertainty of measurement results, the preparation process of standard curve generates the greatest uncertainty component. In the process of inspection and detection, the measurement uncertainty can be reduced by selecting appropriate measuring tools, and improving the technical level of the testing personnel.

KEY WORDS: gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry; cucumber; pyrimethanil; uncertainty

*通讯作者: 乔海霞, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: haixiaqh@163.com

*Corresponding author: QIAO Hai-Xia, Engineer, Shandong Standard Testing Technology Co., Ltd, Jinan 250100, China. E-mail: haixiaqh@163.com

1 引言

嘧霉胺为传统用药杀菌剂, 属苯胺基嘧啶类。具有保护和治疗作用, 是防治灰霉病、枯萎病的一种高效、低毒杀菌剂, 具有内吸传导和熏蒸作用, 在蔬菜生产过程中普遍使用, 主要用于黄瓜、西红柿等灰霉病的防治^[1]。嘧霉胺虽属高效、广谱、低毒杀菌剂, 但长期摄入, 会对人体健康造成一定的危害^[2,3]。目前, 世界各国均非常重视杀菌剂残留量问题, 并相应制定了杀菌剂在食品及农产品中的最大残留限量(maximum residue limit, MRL)^[4]。GB 2763-2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[5]中明确规定黄瓜中嘧霉胺的最大残留限量为 2 mg/kg。

测量不确定度是评定检测结果水平的重要指标, 能够客观地评价检测数据, 对临界值的数据提供支持, 以保障结果的准确性, 有利于实验室内部质量控制及实验室的技术水平的提高^[6-10]。

我国实验室认可执行标准 RB/T 214-2017《检验检测机构资质认定能力评价检验检测机构通用要求》^[11]明确要求检验检测机构应根据需要建立和保持应用评定测量不确定度的程序, 建立相应数学模型, 给出相应检验检测能力的评定测量不确定度案例。

本研究严格按照 GB 23200.113—2018《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》^[12], 参照 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》^[13]和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[14], 对实验过程中各不确定度分量来源进行分析与评定, 以期实验室检测结果的准确性提供科学依据, 同时为气相色谱-三重四极杆质谱法测定其他农药残留量的不确定度评定提供参考。

2 材料与方 法

2.1 仪器、材料与试剂

7890B-7000C 三重四极杆气质联用仪(gas chromatography-tandem mass spectrometer, GC-MS/MS)(美国安捷伦公司); DB-5MS 毛细色谱柱(30 m×250 μm, 0.25 μm, 美国安捷伦公司); ME2002 电子天平[瑞士梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]; TGL-20bR 高速冷冻离心机(上海安亭科学仪器厂); G560E 涡旋混合器(美国 Scientific 公司); QYN100-2 干式氮吹仪(上海乔跃电子有限公司); SB25-12DTD 超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司)。

公司)。

C₁₈ 固相分散净化剂(50 μm, 天津 Agela 公司); 乙二胺-N-丙基硅烷(PSA)固相分散净化剂(40~63 μm, 天津 Agela 公司); 无水 MgSO₄(分析纯)、氯化钠(分析纯)、乙酸乙酯(分析纯)、丙酮(色谱纯)(国药集团化学试剂有限公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 嘧霉胺农药标准品(浓度为 100 μg/mL, 农业部环境保护科研监测所)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

准确吸取 1.0 mL 嘧霉胺农药标准品于 25 mL 容量瓶中, 用丙酮定容至刻度, 得到浓度为 4 μg/mL 的标准储备溶液, 保存于 4 °C 冰箱中。以空白黄瓜基质溶液将上述标准储备溶液稀释成系列浓度标准工作液, 浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20 μg/mL, 标准工作溶液应现用现配。

2.2.2 气相色谱-质谱参考条件

(1) 气相色谱条件

色谱柱: DB-5MS 毛细色谱柱(30 m×250 μm, 0.25 μm); 进样口温度: 280 °C; 脉冲不分流进样, 进样量: 1 μL; 载气: 高纯氮气, (纯度≥99.999%), 流量: 1.0 mL/min; 色谱柱温度: 初始温度 60 °C(保持 1 min), 以 40 °C/min 升至 170 °C, 继续以 30 °C/min 升至 280 °C, 再以 10 °C/min 升至 310 °C(保持 2 min)。

(2) 质谱条件

电离方式 EI; 电子能量 70 eV; 离子源温度 230 °C; 四极杆温度 150 °C; MS 接口温度 280 °C; 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式。农药组分保留时间及 MRM 参数见表 1。

2.2.3 样品前处理

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中, 加入 10 mL 乙腈、4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠等, 盖上离心管盖, 剧烈振荡 1 min 后 4200 r/min 离心 5 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg C₁₈ 及 150 mg PSA 的 15 mL 塑料离心管中涡旋混匀 1 min。4200 r/min 离心 5 min, 准确吸取 2 mL 上清液于 10 mL 试管中, 40 °C 水浴中氮气吹至近干, 加入 2 mL 乙酸乙酯复溶, 过微孔滤膜, 用于测定。

2.2.4 数学模型的建立

样品中被测物残留量

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times A \times V \times c}{A_S \times m \times P}$$

表 1 农药组分保留时间及 MRM 参数

Table 1 Retention time of pesticide components and MRM parameters

农药中英文名称	保留时间/min	定量离子对(碰撞能量/eV)	定性离子对(碰撞能量/eV)	定性离子对(碰撞能量/eV)
嘧霉胺	6.675	198-183.1(15)	198-118.1(35)	198-158.1(20)

式中: ω —样品中被测物残留量, mg/kg; ρ —基质标准工作液中被测物的浓度, $\mu\text{g/mL}$; ρ_0 —空白溶液中被测物的浓度, $\mu\text{g/mL}$; A —试样溶液中被测物的色谱峰面积; V —试样溶液最终定容体积, mL; c —系数; A_S —基质标准工作液中被测物的色谱峰面积; m —称样量, g; P —加标样品回收率。

3 结果与分析

3.1 测量不确定度来源分析

综合检测过程, 本方法中不确定度来源主要有以下几个方面: 标准品引入的不确定度, 包括标准物质纯度、标准溶液配制过程所使用的量具以及溶剂受温度变化引起体积变化引入的不确定度; 样品称量过程天平引入的不确定度; 样品前处理过程引入的不确定度; 样品测量重复性引入的不确定度; 回收率引入的不确定度。各不确定度分量来源主要有, 标准物质称样样品前处理、度提取液分取液、标准曲线配制复溶液、重复性回收率。

3.2 标准不确定度分量的评定

3.2.1 标准品引入的不确定度 $u_r(c_1)$

3.2.1.1 标准品纯度引入的不确定度 $u_r(c_1)$

由标准物质证书可知噻霉胺的扩展不确定度分别为: 0.27 $\mu\text{g/mL}$, 按矩形分布 $k = \sqrt{3}$ 计算其相对标准不确定度为: $u_r(c_1) = \frac{0.27}{100 \times \sqrt{3}} = 0.00156$ 。

3.2.1.2 标准储备液配制引入的不确定度 $u_r(c_2)$

使用 1 mL 的 A 级分度吸量管准确吸取 1 mL 噻霉胺标准品于 25 mL 的容量瓶中, 用丙酮定容至刻度, 配成浓度为 4 $\mu\text{g/mL}$ 的准储备液, 该过程的不确定度主要有吸量管、容量瓶及温度变化对丙酮体积的影响。根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》^[15], A 级 1 mL 单标线吸量管允许误差为 ± 0.008 mL, 按矩形分布考虑, 取 $k = \sqrt{3}$, 则吸量管带来的相对标准不确定度为:

$$u_r(c_2) = \frac{0.008}{1 \times \sqrt{3}} = 0.00462。$$

A 级 25 mL 容量瓶的容量允许误差为 ± 0.030 mL, 按矩形分布考虑, 取 $k = \sqrt{3}$, 则由 25 mL 容量瓶带来的相对标准不确定度为: $u_r(c_2) = \frac{0.030}{25 \times \sqrt{3}} = 0.000693$ 。

实验室温度通常控制在 (20 ± 5) $^{\circ}\text{C}$, 丙酮在 20 $^{\circ}\text{C}$ 的膨

胀系数为 $1.43 \times 10^{-3} / ^{\circ}\text{C}$, 则温度变化对丙酮体积变化的相对标准不确定度为: $u_r(c_2) = \frac{1.43 \times 10^{-3} \times 5 \times 25}{25 \times \sqrt{3}} = 0.00413$ 。

综上, 标准储备液配制过程引入的不确定度为:

$$u_r(c_2) = \sqrt{u_r(c_2)^2 + u_r(c_2)^2 + u_r(c_2)^2} = \sqrt{0.00462^2 + 0.000693^2 + 0.00413^2} = 0.00624。$$

3.2.1.3 标准工作液配制引入的不确定度 $u_r(c_3)$

本方法采用标准曲线校准, 标准曲线浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 $\mu\text{g/mL}$, 配制过程中各分量的相对标准不确定度见表 2, 此过程的不确定度主要由 A 级玻璃量具引入和温度变化引起溶剂体积变化引入的不确定度, 配制过程所用溶剂为丙酮, 不确定度按矩形分布处理, 取 $k = \sqrt{3}$ 。

根据各分量, 标准工作液配制过程引入的相对标准不确定度为:

$$u_r(c_3) = \sqrt{0.0101^2 + 2 \times 0.00620^2 + 2 \times 0.00710^2 + 0.00473^2 + 4 \times 0.00429^2} = 0.0194。$$

3.2.1.4 标准曲线拟合引入的不确定度 $u_r(c_4)$

本方法对 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 5 个不同浓度的准品进行测定, 以待测物浓度为横坐标, 响应值为纵坐标进行线性拟合, 校正曲线方程见表 3, 对阴性样品加标进行 6 次平行测定, 测定值分别为: 0.0185、0.0182、0.0191、0.0187、0.0178、0.0184 $\mu\text{g/mL}$, 平均值为 0.018 $\mu\text{g/mL}$, 由校准曲线带来的不确定度可由公式(1)计算:

$$u_r(c_4) = \frac{S(A)}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}} \quad (1)$$

式中: $u_r(c_4)$ —曲线拟合引入的不确定度; $S(A)$ —标准溶液待测物质信号残差的标准差; b —曲线斜率; p —样品溶液测定次数; 6; n —标准溶液测定次数; 5; C_0 —待测样品以曲线校正所得浓度的平均值: 0.018 $\mu\text{g/mL}$; C —5 个不同浓度标准溶液的平均值: 0.076; C —标准溶液浓度, $\mu\text{g/mL}$ 。

$$\text{其中, } S(A) \text{ 可按公式 2 计算 } S(A) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - A)^2}{n-2}} \quad (2)$$

其中 A_i —各标准溶液浓度对应的响应值; A —利用回归方程计算出的各标准溶液对应的理论响应值。

表 2 标准工作液配制过程引入的不确定度
Table 2 Uncertainty introduced in the preparation process of standard working solution

量具(A 级)	使用体积/mL	使用次数	容量允差/mL	体积引入相对标准不确定度 $u_r(V)$	温度引入相对标准不确定度 $u_r(T)$	相对合成标准不确定度 $u_r(C)$
1 mL 分度吸量管	0.5	1	± 0.008	0.00924	0.00413	0.0101
1 mL 分度吸量管	1	2	± 0.008	0.00462	0.00413	0.00620
5 mL 分度吸量管	2.5	2	± 0.025	0.00577	0.00413	0.00710
5 mL 容量瓶	5	1	± 0.020	0.00231	0.00413	0.00473
10 mL 容量瓶	10	4	± 0.020	0.00115	0.00413	0.00429

表 3 嘧霉胺校正曲线
Table 3 Calibration curve of pyrimethanil

标准溶液浓度 $C/(\mu\text{g/mL})$	响应值 A_i	回归方程	理论响应值 A	$A_i - A$	$S(A)$
0.01	3856		3631.246	224.754	
0.02	7538		7548.542	-10.542	
0.05	19197	$A=391729.602C-286.050$	19300.430	-103.430	220.218
0.1	38634		38886.910	-252.910	
0.2	78202		78059.870	142.130	

由标准曲线线性拟合引入的相对标准不确定度 $u_r(c_4)$ 为: 0.000342。

综上, 标准品引入的相对标准不确定度计算公式为:

$$u_r(s) = \sqrt{u_r(c_1)^2 + u_r(c_2)^2 + u_r(c_3)^2 + u_r(c_4)^2} = \sqrt{0.00156^2 + 0.00624^2 + 0.0194^2 + 0.000342^2} = 0.0204。$$

3.2.2 样品称量过程引入的不确定度 $u_r(m)$

样品称量使用分度为 0.1 g 的中准确度级分析天平, 在 0~50 g 称量范围内的最大允许误差为 ± 0.05 g, 按矩形分布考虑, 取 $k = \sqrt{3}$, 称量过程引入的相对标准不确定度为: $u_r(m) = \frac{0.05}{10 \times \sqrt{3}} = 0.00289$ 。

3.2.3 样品前处理过程引入的不确定度 $u_r(V)$

提取过程用 10 mL 移液管加入 10 mL 的乙腈溶液, 根据 JJG 196-2006 10 mL 移液管的容量允差为 ± 0.05 mL, 服从均匀分布, 乙腈在 (20 ± 5) °C 下的膨胀系数为 $1.37 \times 10^{-3}/^\circ\text{C}$, 由温度变化引起的体积变化服从矩形分布, 则提取液带来的相对标准不确定度为:

$$u_r(V_1) = \sqrt{\left(\frac{0.05}{\sqrt{3} \times 10}\right)^2 + \left(\frac{1.37 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3} \times 10}\right)^2} = 0.00291。$$

用 5 mL 移液管移取 2 mL 净化液氮吹至近干, 5 mL 移液管的容量允差为 ± 0.025 mL, 此过程中引入的相对标准不

确定度为: $u_r(V_2) = \sqrt{\left(\frac{0.025}{\sqrt{3} \times 2}\right)^2 + \left(\frac{1.37 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3} \times 2}\right)^2} = 0.00726$ 。

复溶过程用 2 mL 刻度管准确加入 2 mL 乙酸乙酯, 2 mL 刻度管的容量允差为 ± 0.012 mL, 乙酸乙酯在 (20 ± 5) °C 下的膨胀系数为 $1.38 \times 10^{-3}/^\circ\text{C}$, 复溶过程引入的相对标准不确定度为:

$$u_r(V_3) = \sqrt{\left(\frac{0.012}{\sqrt{3} \times 1}\right)^2 + \left(\frac{1.38 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3} \times 1}\right)^2} = 0.00799。$$

样品前处理过程引入的相对合成标准不确定度为:

$$u_r(V) = \sqrt{0.00291^2 + 0.00726^2 + 0.00799^2} = 0.0112。$$

3.2.4 重复性引入的不确定度 $u_r(R)$

按照实验方法对阴性样品进行加标实验, 添加量为 0.020 mg/kg, 平行测定 6 次, 测定值分别为: 0.0185、0.0182、0.0191、0.0187、0.0178、0.0184 mg/kg, 平均值为 0.018 mg/kg, 按 A 类评定应用贝塞尔公式计算待测物的实验标准偏差为: 0.000442, 其相对标准不确定度为:

$$u_r(R) = \frac{0.000442}{\sqrt{6} \times 0.018} = 0.010。$$

3.2.5 回收率引入的不确定度 $u_r(P)$

对阴性样品进行加标实验, 添加量为 0.020 mg/kg, 重复测定 6 次, 平行测定 6 次, 回收率分别为: 92.5%、91.0%、95.5%、93.5%、89.0%、92.0%, 平均回收率为 92.25%, 按 A 类评定应用贝塞尔公式计算标准偏差为: 2.21%, 标准不确定度为: $u(P) = \frac{2.21\%}{\sqrt{6}} = 0.902\%$ 。

用 t 来检验确定平均回收率是否与 1 有显著性差异, 当 $n=6$, 自由度为 5 时, 在置信概率为 95% 时, $t_{0.95}(5)=2.571$, 该回收率下 $u = \frac{|1 - \bar{t}|}{u(t)} = \frac{|1 - 0.9225|}{0.902\%} = 8.59$, 即 $t > 2.571$, 表明需要用回收率对结果进行修正。回收率引入的相对标准不确定度为: $u_r(P) = \frac{0.902\%}{92.25\%} = 0.00978$ 。

3.3 合成不确定度

由上述各项相对标准不确定度合成嘧霉胺的相对标准不确定度为:

$$u_r(x) = \sqrt{u_r(s)^2 + u_r(m)^2 + u_r(V)^2 + u_r(R)^2 + u_r(P)^2} = \sqrt{0.0204^2 + 0.0289^2 + 0.0112^2 + 0.010^2 + 0.00978^2} = 0.0397。$$

嘧霉胺的合成标准不确定度为 $u(x) = 0.0397 \times 0.018 = 0.00071$ mg/kg。

3.4 扩展不确定度和结果表示

在 95% 置信概率下, 取扩展因子 $k=2$, 则扩展不确定度为: $U_{95} = k \times u(x) = 0.00142$ mg/kg。根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[14], 样品中嘧霉胺的残留量检测结果为 (0.018 ± 0.0015) mg/kg; $k=2$ 。

4 结论

本研究采用气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定黄瓜中嘧霉胺残留量的不确定度, 并对整个实验过程中各不确定度分量进行分析及评定。通过结果可知, 标准品引入的不确定度贡献较大, 主要由标准工作液的配制过程引入, 重复性测定对实验结果影响较小, 因此, 在检验检测过程中, 可以通过选择合适的量具, 并做到定期检定校准, 严格控制实验室温度, 避免温度波动较大带来的影响, 和不断提高检测人员技术水平, 以减小不确定度来保证检测数据的科学性、合理性。

参考文献

- [1] 谢彬彬, 林荣坤, 杭纬. 黄瓜上嘧霉胺残留的快速检测及质谱成像分析[C]. 第三届全国质谱分析学术报告会摘要集, 2017.
Xie BB, Lin RK, Hang W. Rapid determination of pyrimethanil residue in cucumber and its mass spectrometry imaging analysis [C]. Abstracts of the third National Symposium on Mass Spectrometry, 2017.
- [2] 朱丽婷, 王华珍, 王峰, 等. 液相色谱-串联质谱法测定山药中 10 种杀菌剂残留[J]. 浙江农业科学, 2019, 60(8): 1394-1396.
Zhu LT, Wang HZ, Wang F, *et al.* Determination of 10 fungicide residues in yam by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Zhejiang Agric Sci, 2019, 60(8): 1394-1396.
- [3] 王菲, 李彤, 马辰. 超高效液相色谱-串联质谱法测定中药材中三唑类杀菌剂及三嗪类除草剂的残留量[J]. 色谱, 2013, 31(3): 191-199.
CF, Li T, Ma C. Determination of triazole fungicides and triazine herbicides residues in Chinese medicinal materials by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2013, 31(3): 191-199.
- [4] 吴淑春, 虞森. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定草莓和杨梅中 35 种杀菌剂残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(9): 1301-1306.
Wu CS, Yu M. Simultaneous determination of 35 fungicides residues in strawberry and bayberry by ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2015, 25(9): 1301-1306.
- [5] GB 2763-2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2016 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticide in food [S].
- [6] 林慧纯, 王瑞, 禹绍周, 等. 气相色谱-质谱法测定芥蓝中虫螨脲残留量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(14): 4795-4799.
Lin HC, Wang R, Yu SZ, *et al.* valuation of uncertainty for the determination of acaritrile residue in Chinese kale by gas Chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(14): 4795-4799.
- [7] 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 uncertainty in determination of phorate residue in celery by gas chromatography mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(17): 5653-5660.
- [8] 窦银花. 气相色谱法测定韭菜中腐霉利的不确定度评估[J]. 安徽农业科学, 2018, 46(9): 150-152.
Dou YH. Evaluation of uncertainty in determination of putrefaction in leek by gas chromatography [J]. Anhui Agric Sci, 2018, 46(9): 150-152.
- [9] 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, 2020, 41(12): 238-244.
Chai ZL, Yuan CX, Zhou XK, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of profenofos pesticide residues in cucumber by gas chromatography [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(12): 238-244.
- [10] Smith AF, Shinkins B, Hall PS, *et al.* Toward a framework for outcome-based analytical performance specifications: A methodology review of indirect methods for evaluating the impact of measurement uncertainty on clinical outcomes [J]. Clin Chem, 2019, 11: 11.
- [11] RB/T 214-2017 检验检测机构资质认定能力评价检验检测机构通用要求[S].
RB/T 214-2017 Competence assessment for inspection body and laboratory mandatory approval-General requirements for inspection body and laboratory [S].
- [12] GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法[S].
GB 23200.113-2018 National food safety standards-Determination of 208 pesticides and their metabolite residues in plant-derived foods-Gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [13] 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].
- [14] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [15] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



乔海霞, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: haixiaqh@163.com