

# 高效液相色谱法测定复合维生素片中维生素 D<sub>3</sub> 含量的不确定度评定

刘结容\*

(广州检验检测认证集团有限公司, 广州 511447)

**摘要: 目的** 评定高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定复合维生素片中维生素 D<sub>3</sub> 含量的不确定度。**方法** 依据国家计量技术规范 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》对维生素 D<sub>3</sub> 测定中的不确定度来源进行分析。通过建立数学模型量化不确定度分量, 计算合成不确定度和扩展不确定度。**结果** 本方法的不确定度主要来源于标准曲线的拟合、重复性试验和回收率实验。样品中维生素 D<sub>3</sub> 含量以其扩展不确定度的形式表示为(260±12.7) μg/100 g(k=2)。**结论** 该评定方法可用于高效液相色谱法对复合维生素片中维生素 D<sub>3</sub> 的不确定分析。

**关键词:** 高效液相色谱法; 复合维生素片; 维生素 D<sub>3</sub>; 不确定度

## Uncertainty evaluation for determination of cholecalciferol in multivitamin by high performance liquid chromatography

LIU Jie-Rong\*

(Guangzhou Inspection Testing and Certification Group Co., Ltd, Guangzhou 511447, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the uncertainty for determination of cholecalciferol in multivitamin by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** The source of uncertainty in determination of vitamin D<sub>3</sub> was analyzed according to the national measurement technical specification JJF 1059.1—2012 *Evaluation and expression of uncertainty in measurement*. The combined uncertainty and extended uncertainty were calculated by establishing mathematical models. **Results** The uncertainty of this method mainly came from the fitting of the standard curve, repeatability test and recovery test. The content of vitamin D<sub>3</sub> in a sample with the form of its expanded uncertainty was (260±12.7) μg/100 g(k=2). **Conclusion** This method can be used for the uncertainty analysis of cholecalciferol in multivitamin by high performance liquid chromatography.

**KEY WORDS:** high performance liquid chromatography; multivitamin; vitamin D<sub>3</sub>; uncertainty

## 0 引言

维生素 D 是一种脂溶性的开环固醇类物质, 与人体中钙磷代谢和骨骼健康具有重要关联, 严重的维生素 D 缺乏和代谢异常会导致佝偻病/骨软化症, 维生素 D 不足

容易导致骨质疏松症及其骨折<sup>[1]</sup>。随着社会经济发展和生活方式变化, 特别是户外生活、工作时间的减少, 维生素 D 缺乏已经成为全球性的公共健康问题<sup>[2]</sup>。人们通过额外摄入维生素 D 以补充身体所需, 因此市面上也陆续出现各种维生素 D 的补充剂。测定食品和保健品的维生素 D

\*通信作者: 刘结容, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全、实验室质量管理。E-mail: jr\_1120@qq.com

\*Corresponding author: LIU Jie-Rong, Engineer, State Key Laboratory of Food Science and Technology, Guangzhou Inspection Testing and Certification Group Co., Ltd, Guangzhou 511447, China. E-mail: jr\_1120@qq.com

的方法很多, 包括较久之前的比色法<sup>[3]</sup>及新发展的方法高效液相色谱-质谱联用法<sup>[4]</sup>等, 目前最为普遍的方法是高效液相色谱法<sup>[5]</sup>。用于测定食品中的维生素 D 的国家标准 GB 5009.82—2016《食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定》<sup>[6]</sup>, 步骤繁琐操作时间长, 而且维生素 D 对光、热、氧气不稳定<sup>[7]</sup>, 为确保检测结果的准确度, 必须进行测量不确定度评价。目前对测定维生素 D 的方法学研究有较多报道<sup>[8-13]</sup>, 但对测定维生素 D 含量的不确定度评定报道较少<sup>[14]</sup>。

本研究基于 CNAS-CL01-G003:2019《测量不确定度的要求》<sup>[15]</sup>、CNAS-GL006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》<sup>[16]</sup>、JJF 1135—2005《化学分析测量不确定度评定》<sup>[17]</sup>、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[18]</sup>和 GB 5009.82—2016《食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定》第四法中的技术规范, 对复合维生素片中维生素 D<sub>3</sub> 含量的不确定度进行测定和分析, 为实验室质量控制和检测结果的准确度提供科学、准确的依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 试剂与材料

甲醇、乙醇、正己烷(色谱醇, 德国 Merck 公司); 维生素 D<sub>2</sub> 标准品(纯度 99.9%, 不确定度±1.0%)、维生素 D<sub>3</sub> 标准品(纯度 99.9%, 不确定度±0.5%)(德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 氢氧化钾(分析纯, 广州化学试剂厂); 超纯水(18.2 MΩ, 由美国 Millipore 纯水仪制备)。

复合维生素片: 市售。

### 1.2 仪 器

高效液相色谱仪、C<sub>18</sub> 色谱柱(25 cm×4.6 mm, 5 μm)(美国 Agilent 公司); MS204S 万分天平(瑞士梅特勒-托利多公司); MS3 旋涡混合器(德国 IKA 公司); N-EVAP 112 水浴氮吹仪(美国 OA 公司); UV-2450 紫外分光光度计(日本岛津公司)。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 仪器条件

色谱柱 Agilent HC-C<sub>18</sub> 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇:水=95:5(V:V); 流速: 1 mL/min; 柱温: 35 °C; 进样量: 10 μL; 检测器: 紫外检测器; 检测波长: 264 nm。

#### 1.3.2 溶液配制

准确称取维生素 D<sub>3</sub> 标准品 10.0 mg, 用无水乙醇溶解并定容 100 mL, 配成浓度为 100 μg/mL 的单标储备液, -20 °C 密封保存, 临用前用紫外分光光度法校正其浓度。临用时用流动相将维生素 D<sub>3</sub> 标准储备液稀释成浓度分别

为 0.05、0.10、0.20、0.30、0.40 μg/mL 标准系列工作液, 每个浓度工作液均含 0.1 μg/mL 维生素 D<sub>2</sub> 内标物。以系列标准溶液中维生素 D<sub>3</sub> 与内标物质量比值( $m_{D_3}/m_{D_2}$ )为横坐标, 维生素 D<sub>3</sub> 与内标物丰度值比值( $A_{D_3}/A_{D_2}$ )为纵坐标, 绘制标准曲线。

准确称取维生素 D<sub>2</sub> 标准品 10.0 mg, 用无水乙醇溶解并定容 100 mL, 配成浓度为 100 μg/mL 的内标储备液, 再用流动相逐级稀释成 1.0 μg/mL 内标工作液。

#### 1.3.3 样品前处理

复合维生素片研磨成粉, 取适量加入 25 mL 温水, 加入 1.00 mL 维生素 D<sub>2</sub> 内标工作液、1.0 g 抗坏血酸和 0.1 g 2,4-二叔丁基对甲酚混匀。加入 30 mL 无水乙醇, 加入适量氢氧化钾溶液于 80 °C 皂化 30 min。冷却至室温后用石油醚振荡提取 2 次, 合并石油醚提取液用水洗至中性, 脱水后旋转蒸发至近干, 残渣用正己烷定容至 100.0 mL, 过膜待上机(上述实验平行测定 6 次)。另外, 取适量试样, 加入 1.0 μg/mL 维生素 D<sub>3</sub> 标准溶液 3.00 mL, 操作同复合维生素片的处理, 进行回收率实验。检测流程图见图 1。

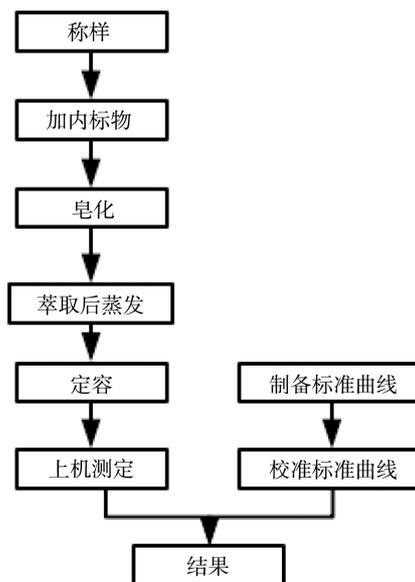


图 1 维生素 D<sub>3</sub> 检测流程图

Fig.1 Testing flow chart of vitamin D<sub>3</sub>

#### 1.3.4 数学模型的建立

本实验的测量模型为:

$$X = \frac{c \times V \times 100}{m}$$

式中: X——试样中维生素 D<sub>3</sub> 的含量, μg/100 g;

c——标准测定液中维生素 D<sub>3</sub> 的浓度, mg/L;

V——试样的定容体积, mL;

m——试样的称样质量, g。

## 2 结果与分析

### 2.1 不确定度的来源分析

从数学模型看,结合样品测定过程,影响本实验不确定度的来源主要有以下 6 方面:(1)校正标准曲线引入的不确定度、(2)标准物质引入的不确定度、(3)样品前处理过程质量、(4)体积引入的不确定度、(5)重复性试验引入的不确定度、(6)回收率引入的不确定度。详见图 2 不确定度因素分析图。

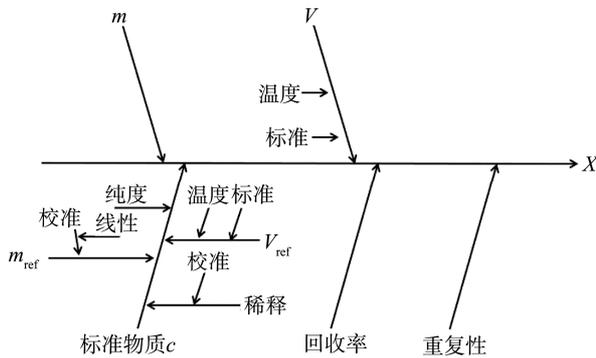


图 2 不确定度因素分析图

Fig.2 Analysis of uncertainty factors

### 2.2 不确定度的评定

#### 2.2.1 校正标准曲线引入的不确定度

拟合标准曲线方程  $Y=990.52X-0.12278$ , 相关系数  $r=0.9996$ , 斜率  $b=990.52$ , 截距  $b_0=-0.12278$ , 测得待测样品含量为  $0.1367 \text{ mg/L}$ 。

则标准曲线拟合引入的标准不确定度为  $U_{\text{curve}}(c)$

$$= \frac{S}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_j - c_{\text{ave}})^2}{S_{xx}}}$$

其中:  $S$ ——残差标准偏差,利用 Excel 计算得  $3.6398$ ;  $b$ ——斜率;  $p$ ——样品测试次数,为 6 次;  $n$ ——校正的次数,为 6 次;  $c_j$ ——为建立标准曲线时标准系列溶液中第  $J$  各溶液的浓度  $\text{mg/L}$ ;  $c_{\text{ave}}$ ——为不同浓度标准溶液的平均值,  $\text{mg/L}$ ;  $S_{xx}$ ——为离均差平方和,利用 Excel 计算得  $0.1101$ 。将所有数值代入上述公式中,得到  $U_{\text{curve}}(c)=0.003143 \text{ mg/L}$ , 则校正标准曲线引入的相对标准

不确定度为:  $U_{\text{curve}}(c)_{\text{rel}} = \frac{0.003143}{0.1367} = 2.30\%$ 。

#### 2.2.2 标准物质引入的标准不确定度

标准物质的不确定度来源主要是标准溶液校正过程中使用的紫外分光光度计和配制过程中使用的容量瓶、吸量管以及平行校正结果引入的不确定度。

(1)标准物质校正过程中使用的紫外分光光度计,根据计量证书所示,紫外分光光度计投射比示值的扩展不确定度  $U=0.3\%$ ,  $k=2$ , 则维生素  $D_3$  标准溶液在  $264 \text{ nm}$  吸光度

测定值的相对不确定度为:  $U(1)_{\text{rel}} = \frac{0.3\%}{2} = 0.15\%$ 。

(2)标准溶液配制稀释过程中使用  $10.0 \text{ mL}$  容量瓶,根据计量证书所示,容量瓶的示值误差扩展不确定度  $U=0.015 \text{ mL}$ ,  $k=2$ , 标准工作液有 5 个点,配制过程中  $10.0 \text{ mL}$  容量瓶使用 5 次,则相对不确定度为:

$$U(2)_{\text{rel}} = \sqrt{\left(\frac{0.015}{2 \times 10} \times 100\%\right)^2 + \left(\frac{0.015}{2 \times 10} \times 100\%\right)^2} = 0.168\%$$

(3)标准溶液配制稀释过程中使用  $10.0 \text{ mL}$  吸量管,根据计量证书所示,吸量管的示值误差扩展不确定度  $U=0.025 \text{ mL}$ ,  $k=2$ , 标准工作液有 5 个点,配制过程中  $10.0 \text{ mL}$  吸量管使用 4 次,  $1.25$ 、 $2.50$ 、 $5.00$ 、 $7.50 \text{ mL}$  则相对不确定度为:

$$U(3)_{\text{rel}} = \sqrt{\left(\frac{0.025}{2 \times 1.25} \times 100\%\right)^2 + \left(\frac{0.025}{2 \times 2.50} \times 100\%\right)^2 + \left(\frac{0.025}{2 \times 5.00} \times 100\%\right)^2 + \left(\frac{0.025}{2 \times 7.50} \times 100\%\right)^2} = 0.116\%$$

(4)标准溶液浓度根据 GB 5009.82—2016 附录 B 的校正公式计算,校正 6 次后得出维生素  $D_3$  测定结果分别为:  $11.18$ 、 $11.19$ 、 $11.19$ 、 $11.18$ 、 $11.17 \text{ mg/L}$ , 平均值为  $11.18 \text{ mg/L}$ 。则校正引入的相对不确定度为:

$$U(4)_{\text{rel}} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (c_j - c_{\text{ave}})^2}{n-1}} \times 100\% = 0.0548\%$$

综上,标准物质引入的相对标准不确定度:

$$U(\text{STD})_{\text{rel}} = \sqrt{U(1)_{\text{rel}}^2 + U(2)_{\text{rel}}^2 + U(3)_{\text{rel}}^2 + U(4)_{\text{rel}}^2} = 0.259\%$$

#### 2.2.3 样品前处理过程引入的不确定度

(1)试样称量过程使用的万分天平,根据计量证书所示,天平的扩展不确定度  $U=0.06 \text{ mg}$ ,  $k=2$ , 称量的平均质量为  $5.2567 \text{ g}$ , 则万分天平引入的相对不确定度为:

$$U(m)_{\text{rel}} = \frac{0.06}{2 \times 5.2567 \times 1000} \times 100\% = 5.71 \times 10^{-4}\%$$

(2)试样定容过程中使用  $100.0 \text{ mL}$  移液管,根据计量证书所示,移液管的扩展不确定度  $U=0.010 \text{ mL}$ ,  $k=2$ , 定容体积为  $100.0 \text{ mL}$ , 则移液管引入的相对不确定度为:

$$U(V)_{\text{rel}} = \frac{0.010}{2 \times 100.0} \times 100\% = 0.0050\%$$

#### 2.2.4 重复性引入的不确定度

本次测量 6 次平行样品结果( $n=6$ )分别为  $258$ 、 $255$ 、 $258$ 、 $259$ 、 $257$ 、 $258 \text{ } \mu\text{g}/100 \text{ g}$ , 平均值  $c_{\text{ave}}=258 \text{ } \mu\text{g}/100 \text{ g}$ , 按照国标 GB 5009.82—2016 第四法,测试结果为 2 次测量结果 ( $m=1$ ), 利用贝塞尔公式  $s(c_m)=$

$$\frac{s(c_j)}{\sqrt{m}} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (c_j - c_{ave})^2}{m(n-1)}}$$

1.38 μg/100 g, 则重复性引入的相对不确定度为:

$$U(Re)_{rel} = \frac{s(c_m)}{c_{ave}} \times 100\% = \frac{1.38}{258} \times 100\% = 0.535\%$$

### 2.2.5 回收率引入的不确定度

样品回收率通过基质加标进行计算, 样品本底值为 260 μg/100 g, 添加量为 64.5 μg/100 g, 测量得出质控样品维生素 D<sub>3</sub> 的结果为 325 μg/100 g, 回收率为 101%, 则回收率引入的相对不确定度为:  $U(RSD)_{rel} =$

$$\frac{|100\% - 101\%|}{\sqrt{3}} \times 100\% = 0.577\%$$

### 2.2.6 维生素 D<sub>3</sub> 合成总相对不确定度

维生素 D<sub>3</sub>(μg/100 g)合成总相对不确定度为:

$$U(X)_{rel} = \sqrt{\begin{aligned} &U_{curve(c)_{rel}}^2 + (U(S)_{rel})^2 + (U(m)_{rel})^2 \\ &+ (U(V)_{rel})^2 + (U(Re)_{rel})^2 + (U(RSD)_{rel})^2 \\ &+ (2.30\%)^2 + (0.259\%)^2 + (0.000571\%)^2 \\ &+ (0.0050\%)^2 + (0.535\%)^2 + (0.577\%)^2 \end{aligned}} = 2.44\%$$

### 2.2.7 扩展不确定度和结果

本次实验取包含因子  $k=2$ , 包含概率  $p=95\%$ 时, 维生素 D<sub>3</sub> 相对扩展不确定度为  $U^*(X)_{rel} = k \times U(X)_{rel} = 2 \times 2.44\% = 4.88\%$ , 标准扩展不确定度  $U^*(X) =$

260 μg/100 g × 0.0488 = 12.7 μg/100 g,  $k=2$ (详见表 1)。样品中维生素 D<sub>3</sub> 的含量表示为(260±12.7) μg/100 g( $k=2$ )。

## 2.3 探讨与分析

根据实验不确定度的主要来源进行了分析和对各个分量不确定度的计算, 由图 3 可看出, 校正标准曲线引入的相对标准不确定度最高, 其次是回收率实验和重复性实验引入的相对不确定度, 由天平、移液管等仪器引入的相对不确定度较小。校正标准曲线、回收率实验和重复性实验引入的是随机误差, 天平、移液管引入的是恒定的系统误差, 可以看出, 随机误差对测定维生素 D<sub>3</sub> 的不确定度影响最大。

## 3 结论与讨论

本研究采用高效液相色谱法对复合维生素片中维生素 D<sub>3</sub> 含量的不确定度进行测定和分析, 结果表明, 样品中维生素 D<sub>3</sub> 含量以其扩展不确定度的形式表示为(260±12.7) μg/100 g( $k=2$ )。根据影响不确定度的主要来源进行了分析和对各个分量不确定度的计算, 随机误差(如校正标准曲线、回收率和重复性带来的误差)对测定维生素 D<sub>3</sub> 的不确定度影响最大, 恒定的系统误差(如天平、移液管等带来的误差)对测定维生素 D<sub>3</sub> 的不确定度影响最小。综合考虑, 为降低实验的不确定度, 实验过程中除了选择偏差小的仪器, 更重要的是严格规范整体操作, 减少实验随机误差, 控制实验过程的稳定性。

表 1 不确定度因素汇总表  
Table 1 Summary of uncertainty factors

描述	标准不确定度 $U(x)$	相对标准不确定度 $U(x)_{rel} = U(x)/x$	合成相对不确定度
校正标准曲线引入的不确定度 $U_{curve(c)_{rel}}$	0.003143 mg/L	2.30%	—
紫外分光光度计引入的不确定度 $U(1)_{rel}$	—	0.15%	0.259
标准物质引入的不确定度 $U(STD)_{rel}$	容量瓶引入的不确定度 $U(2)_{rel}$	0.168%	
	吸量管引入的不确定度 $U(3)_{rel}$	0.116%	
	校正标准溶液引入的不确定度 $U(4)_{rel}$	0.0548%	
样品前处理过程质量引入的不确定度 $U(m)_{rel}$	—	0.000571%	—
样品前处理过程定容引入的不确定度 $U(V)_{rel}$	—	0.0050%	—
重复性引入的不确定度 $U(Re)_{rel}$	1.38 μg/100 g	0.535%	—
回收率引入的不确定度 $U(RSD)_{rel}$	—	0.577%	—
总合成相对不确定度 $U(X)_{rel}$		2.44	
标准扩展不确定度 $U^*(X)$		12.7 μg/100 g, $k=2$	

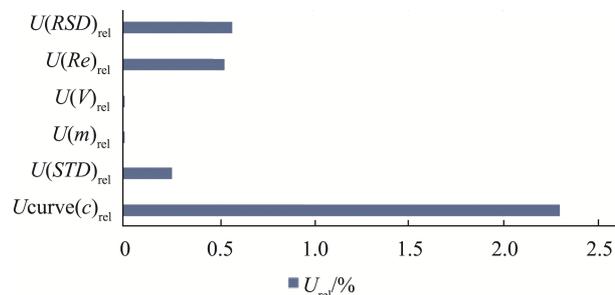


图3 不确定度因素贡献的柱状图

Fig.3 Bar chart of contributions from uncertainty factors

## 参考文献

- [1] 李金滢, 卫丹丹, 李小峰, 等. 维生素D在自身免疫性疾病中的作用[J]. 中国全科医学, 2015, 18(18): 2184–2187.  
LI JC, WEI DD, LI XF, *et al.* Role of vitamin D in autoimmune diseases [J]. Chin Gen Pract, 2015, 18(18): 2184–2187.
- [2] HOLICK MF, CHEN TC. Vitamin D deficiency: A world-wide problem with health consequences [J]. Am J Clin Nutr, 2008, 87: 1080–1086.
- [3] MACHLIN LJ. Handbook of vitamins: Nutritional, biochemical and clinical [M]. New York: Marcel Dekker, 1984.
- [4] 黄芳, 吴惠勤, 杭义萍. 高效液相色谱-串联质谱法测定食品中维生素D<sub>2</sub>和维生素D<sub>3</sub>[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(5): 577–582.  
HUANG F, WU HQ, HANG YP. HPLC-MS/MS determination of vitamin D<sub>2</sub> and vitamin D<sub>3</sub> in food [J]. PTCA(Part B: Chem Anal), 2011, 47(5): 577–582.
- [5] 邢俊波, 姜春来, 靳守东, 等. 高效液相色谱法测定碳酸钙D<sub>3</sub>咀嚼片中维生素D<sub>3</sub>的含量[J]. 中国野生植物资源, 2015, 34(5): 33–34.  
XING JB, JIANG CL, JIN SD, *et al.* Determination of vitamin D<sub>3</sub> in calcium carbonate and vitamin D<sub>3</sub> chewable tablets by HPLC [J]. Chin Wild Plant Res, 2015, 34(5): 33–34.
- [6] GB 5009.82—2016 食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定[S].  
GB 5009.82—2016 National food safety standard-Determination of vitamin A, D, E in foods [S].
- [7] BOLIN HR. Effect of processing of nutrient composition of food: Fruits and fruit products [Z].
- [8] 胡代花, 张嘉昕, 韩豪, 等. UPLC法快速测定婴儿维生素D<sub>3</sub>滴剂、维生素D<sub>3</sub>片、维生素AD滴剂及维生素D<sub>2</sub>片中维生素D<sub>3</sub>和维生素D<sub>2</sub>[J]. 药物分析杂志, 2016, 36(8): 1409–1414.  
HU DH, ZHANG JX, HAN H, *et al.* Rapid determination of vitamin D<sub>3</sub>, D<sub>2</sub> in baby vitamin D<sub>3</sub> drops, vitamin D<sub>3</sub> tablets, vitamin AD drops and vitamin D<sub>2</sub> tablets by UPLC [J]. Chin J Pharm Anal, 2016, 36(8): 1409–1414.
- [9] 许强, 刘金生, 王轶鹏, 等. 反相高效液相色谱法测定维生素D<sub>2</sub>和维生素D<sub>3</sub>[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(10): 1168–1172.  
XU Q, LIU JS, WANG YP, *et al.* RP-HPLC determination of vitamin D<sub>2</sub>

- and vitamin D<sub>3</sub> [J]. PTCA(Part B: Chem Anal), 2011, 47(10): 1168–1172.
- [10] 朱姜, 张鹏, 杨嘉, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定奶粉中的维生素A、维生素D、维生素E[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 25(11): 1733–1739.  
ZHU J, ZHANG P, YANG J, *et al.* Determination of vitamin A, D, E in milk powder by HPLC-MS/MS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2016, 25(11): 1733–1739.
- [11] 谭青松, 付洁, 何瑞国, 等. 高效液相色谱法测定鱼样中的维生素A、维生素D<sub>3</sub>和维生素E[J]. 动物营养学报, 2007, 19(5): 636–640.  
TAN QS, FU J, HE RG, *et al.* Simultaneous measurement of VA, VD<sub>3</sub> and VE in fish tissues by HPLC [J]. Chin J Anim Nutr, 2007, 19(5): 636–640.
- [12] 张敏, 游理军, 唐俊, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定婴幼儿食品中的维生素D<sub>2</sub>、D<sub>3</sub>[J]. 中国食品添加剂, 2014, 2: 240–242.  
ZHANG M, YOU LJ, TANG J, *et al.* Determination of vitamin D<sub>2</sub> and vitamin D<sub>3</sub> in infant food by solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Chin Food Addit, 2014, 2: 240–242.
- [13] 赵飞, 高广慧, 王凤娇. 微波萃取-反相高效液相色谱法测定钙片中维生素D<sub>3</sub>的含量[J]. 中国食品卫生杂志, 2015, 27(1): 30–33.  
ZHAO F, GAO GH, WANG FJ. Determination of vitamin D<sub>3</sub> in calcium tablet with microwave extraction by RP-HPLC [J]. Chin J Food Hyg, 2015, 27(1): 30–33.
- [14] 林华, 许蓉蓉, 闭秋华, 等. 高效液相色谱法测定鱼油软胶囊中维生素D<sub>3</sub>含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(12): 3177–3182.  
LIN H, XU RR, BI QH, *et al.* Uncertainty evaluation in determination of cholecalciferol in fish oil soft capsule by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(12): 3177–3182.
- [15] CNAS-CL01-G003:2019 测量不确定度的要求[S].  
CNAS-CL01-G003:2019 Requirements for measurement uncertainty [S].
- [16] CNAS-GL006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].  
CNAS-GL006:2019 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [17] 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].
- [18] 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].

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



刘结容, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全、实验室质量管理。  
E-mail: jr\_1120@qq.com