

电感耦合等离子体质谱法测定大豆中硼含量的 不确定度评定

曾 勇, 杨 洋*, 兰 勤

(六安市疾病预防控制中心, 六安 237000)

摘 要: **目的** 评定电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定大豆中硼含量的不确定度。**方法** 采用 ICP-MS 法测定大豆中硼的含量, 结合测定过程建立数学模型, 对各影响分量进行不确定度分析, 最后得到合成不确定度以及扩展不确定度。**结果** 测得样品中硼含量为 24.4 mg/kg, 其扩展不确定度为 2.3 mg/kg($k=2$)。校准曲线拟合、加标回收率、测量重复性、标准系列配制、称样量和消解液定容体积引入的相对标准不确定度分别为 3.5%、2.4%、1.7%、0.49%、0.13%和 0.06%。**结论** 影响 ICP-MS 法测定大豆中硼含量不确定度的主要因素是校准曲线拟合、加标回收率和测量重复性, 消解液定容体积、称样量等影响相对较小。

关键词: 电感耦合等离子体质谱法; 大豆; 硼; 不确定度

Uncertainty evaluation for determination of boron in soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry

ZENG Yong, YANG Yang*, LAN Qin

(Lu'an Center for Disease Control and Prevention, Lu'an 237000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for determination of boron content in soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Methods** The content of boron in soybean was determined by ICP-MS method. Combined with the determination process, a mathematical model was established and the uncertainty of each influencing component was analyzed. Finally, the combined uncertainty and the expanded uncertainty were obtained. **Results** The boron content of the sample was 24.4 mg/kg, with an expanded uncertainty of 2.3 mg/kg ($k=2$). The relative standard uncertainties introduced from calibration curve fitting, spiked recovery, measurement repeatability, standard series preparation, sample weight, and constant volume of digestion solution were 3.5%, 2.4%, 1.7%, 0.49%, 0.13%, and 0.06%, respectively. **Conclusion** The main factors affecting the uncertainty of determination of boron content in soybean by ICP-MS method are calibration curve fitting, standard recovery and repeatability, and the effect of constant volume and sample size of digestion solution is relatively small.

KEY WORDS: inductively coupled plasma mass spectrometry; soybean; boron; uncertainty

*通信作者: 杨洋, 硕士, 中级理化检验师, 主要研究方向为食品理化检测。E-mail: 458956441@qq.com

*Corresponding author: YANG Yang, Master, Intermediate Physicochemical Examiner, Lu'an Center for Disease Control and Prevention, Gao Cheng Road, Jin'an District, Lu'an 237000, China. E-mail: 458956441@qq.com

0 引言

硼是一种非金属元素,以硼酸和硼酸盐形式天然存在于农作物及其制品中^[1]。硼缺乏可能会引起人的代谢异常,每天摄入少量的硼不会对人体健康产生不良影响,但一次大量摄入或长期过量摄入会导致急性或蓄积性中毒^[2-3]。大豆中硼元素检出率和含量均很高,2014—2018年安徽省豆类中硼的检出率为83.2%,硼含量的95%可信区间为5.52~34.24 mg/kg^[4]。通过监测大豆中的硼含量,可以为制定大豆中硼的本底含量提供依据。

测定不确定度评定已经成为证明测量质量的通用手段,是评价测量结果可靠性的一个重要指标,是现代误差理论的重要组成部分。随着多年的发展和完善,测量不确定度的评定与表示已被检测和校准领域广泛应用^[5-6]。

ICP-MS法测定食品中金属具有分析速度快、检出限低、准确度高等特点,在实验室检测中应用越来越广泛^[7],因此对ICP-MS法测定大豆食品中的硼含量进行不确定度评定具有十分重要的意义。本研究参照JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定和表示》^[8]和CNAS—GL06:2016《化学分析中不确定度的评估指南》^[9]评定ICP-MS法测定大豆中硼含量的不确定度,并对不确定分量进行分析,确定不确定度的主要来源,以便在今后的实验中加以改进或避免。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

NexION 350D型电感耦合等离子体质谱仪(美国PerkinElmer公司);纯水机(美国MILLIPOR公司);AUW220型分析天平(日本SHIMADZU公司);MARS 6 CLASSIC型微波消解仪(美国CEM公司);所有玻璃量器均为A级(德国BRAND公司);去离子水(电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$)由纯水机制得。

ICP-MS调谐液(1 $\mu\text{g/L}$,含Be、Ce、Fe、In、Li、Mg、Pb、U)、内标混合溶液(10 $\mu\text{g/mL}$,含Bi、Ge、In、Li6、Sc、Tb、Y)(美国PerkinElmer公司);硝酸(电子纯,苏州晶瑞化学有限公司);GSB 04-1716-2004硼标准储备液(1000 $\mu\text{g/mL}$,批号:192039-2,相对扩展不确定度为0.7%, $k=2$,国家有色金属及电子材料分析测试中心)。

1.2 实验方法

1.2.1 称量

将大豆经粉碎粉碎机粉碎均匀,称取大豆粉末样品0.3 g左右于微波消解罐中,精确至0.1 mg。

1.2.2 消解

在微波消解罐中加入硝酸6 mL,放置过夜,微波消解,冷却后取出,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在控温

电热板上赶酸,130 $^{\circ}\text{C}$ 加热180 min,用水定容至25 mL容量瓶,混匀备用,同时做空白实验。

1.2.3 标准溶液配制

将硼标准储备液用硝酸(2:98, V:V)逐级稀释,配制成为0、100、200、300、400、500 $\mu\text{g/L}$ 的标准系列,将10 $\mu\text{g/mL}$ 内标混合溶液用硝酸(2:98, V:V)稀释到50 $\mu\text{g/L}$,其中硼以Ge作为内标。以待测元素的浓度为横坐标,待测元素与其内标元素响应信号的比值为纵坐标,内标法定量,每个浓度点测2次,绘制校准曲线。

1.3 不确定度评定步骤

1.3.1 建立数学模型

依据大豆中硼含量计算公式,建立数学模型,见式(1)。

$$X = \frac{(c-c_0) \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中: X —样品中硼含量, mg/kg; c —样品消解液中硼的浓度, $\mu\text{g/L}$; c_0 —空白样品溶液中硼的浓度, $\mu\text{g/L}$; V —消解液定容体积, mL; m —样品称样量, g。

1.3.2 测定过程中的不确定度来源

消解液定容体积引入的不确定度分量、标准系列配制引入的不确定度分量、校准曲线拟合引入的不确定度分量、称样量引入的不确定度分量、样品加标回收率引入的不确定度分量、测量的重复性引入的不确定度分量。

2 结果与分析

2.1 不确定度分量的识别、分析和量化

2.1.1 消解液定容体积引入的不确定度分量 u_{B1rel}

样品消解完全后用水稀释定容至25 mL容量瓶。消解液定容体积引入的不确定度为25 mL容量瓶引入的不确定度。按照JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[10]中规定,25 mL容量瓶的允许误差为 ± 0.03 mL,按照三角分布估计,玻璃量器检定引入的不确定度为 $0.03/\sqrt{6}=0.012$ mL;玻璃量器检定温度为20 $^{\circ}\text{C}$,而实验室温度在 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ 范围内波动,水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$,25 mL容量瓶的体积产生的变化为 $25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.0158$ mL,按照均匀分布估计,温差引入的不确定度为 $0.0158/\sqrt{6}=0.009$ mL。将玻璃仪器检定和温差引入的不确定度,按照方和根公式进行合成,得到25 mL容量瓶的相对合成标准不确定度为 $\sqrt{0.012^2 + 0.009^2}/25 \times 100\% = 0.060\%$ 。消解液定容体积引入的相对标准不确定度: $u_{B1rel}=0.060\%$ 。

2.1.2 标准系列配制引入的不确定度分量 u_{B2rel}

(1) 硼标准储备液的不确定度 $u_{rel}(c_1)$

标准物质证书中硼标准储备液相对扩展不确定度为0.7%, $k=2$,则硼标准储备液的相对标准不确定度: $u_{rel}(c_1) = (0.7\%)/2 = 0.35\%$ 。

(2) 硼标准中间液的不确定度 $u_{rel}(c_2)$

用10 mL(V_1)移液管吸取10 mL硼标准储备液于

100 mL(V_2)容量瓶中,用硝酸(2:98, V:V)稀释定容至 100mL,重复上述步骤 1 次,得到 10 $\mu\text{g/mL}$ 的硼标准中间液。硼标准中间液浓度 $c_2 = (c_1 \times V_1 \times V_3)/(V_2 \times V_4)$ 。硼标准中间液的不确定度由硼标准储备液的不确定度、10 mL 移液管的不确定度和 100 mL 容量瓶的不确定度按照方和根公式合成得到。10 mL 移液管和 100 mL 容量瓶的相对标准不确定度见表 1。硼标准中间液的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c_2) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c_1) + u_{\text{rel}}^2(V_1) \times 2 + u_{\text{rel}}^2(V_2) \times 2} \times 100\% = 0.40\%。$$

(3)标准溶液系列配制引入的不确定度

在标准溶液系列配制中,均使用同一标准中间液和一支 5 mL 刻度吸管吸取,对每个点都做评定再进行合成就重

复评定了一些分量,所以只要用最高浓度点的分量代表整个标准系列配制中的不确定度分量参加合成就可以了。用 5.0 mL(V_5)刻度吸管吸取 5.0 mL 硼标准中间液,用硝酸(2:98, V:V)稀释定容至 100 mL(V_6)容量瓶,最终配制成 500 $\mu\text{g/L}$ 的硼标准溶液。标准系列配制引入的不确定度可根据其配制过程由标准中间液的不确定度、5.0 mL 刻度吸管的不确定度和 100 mL 容量瓶的不确定度,按照方和根法进行合成。5.0 mL 刻度吸管和 100 mL 容量瓶的相对标准不确定度见表 1。标准溶液系列配制引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{B2rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c_2) + u_{\text{rel}}^2(V_5) + u_{\text{rel}}^2(V_6) \times 100\%} = 0.49\%。$$

2.1.3 校准曲线拟合引入的不确定度分量 u_{B3rel}

采用在线内标方法,对标准系列每个浓度点测定 2 次,待测元素与内标元素响应信号的比值 y_i 见表 2。

表 1 移液管和容量瓶的相对标准不确定度
Table 1 Relative standard uncertainties of pipette and volumetric flask

分量	器具	允许误差/mL	温差/ $^{\circ}\text{C}$	玻璃量器检定引入的不确定度分量/mL	温差引入的不确定度分量/mL	相对合成标准不确定度 $u_{\text{rel}}/\%$
V_1, V_3	10 mL A 级移液管	± 0.020	± 3	$0.020/\sqrt{3}=0.012$	$\frac{10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.0037$	$\frac{\sqrt{0.012^2 + 0.0037^2}}{10} \times 100 = 0.126$
V_2, V_4, V_6	100 mL A 级容量瓶	± 0.10	± 3	$0.10/\sqrt{6}=0.04$	$\frac{100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.037$	$\frac{\sqrt{0.04^2 + 0.037^2}}{100} \times 100 = 0.054$
V_5	5.0 mL A 级刻度吸管	± 0.020	± 3	$0.025/\sqrt{3}=0.014$	$\frac{5 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.0018$	$\frac{\sqrt{0.014^2 + 0.0018^2}}{5} \times 100 = 0.282$

表 2 标准系列点测定及不确定度评定相关计算结果
Table 2 Standard series point measurement and calculation results of uncertainty evaluation

c_i	y_i	$a + bc_i$	$[y_i - (a + bc_i)]^2$	$(c_{\text{si}} - \bar{c}_s)$
0	0.0009	-0.0003	1.446E-06	62500
0	0.0009	-0.0003	1.625E-06	62500
100	0.1163	0.1097	4.364E-05	22500
100	0.1192	0.1097	9.115E-05	22500
200	0.2206	0.2197	8.428E-07	2500
200	0.2257	0.2197	3.662E-05	2500
300	0.3401	0.3297	0.0001102	2500
300	0.3396	0.3297	9.863E-05	2500
400	0.4557	0.4397	0.0002572	22500
400	0.4555	0.4397	0.0002513	22500
500	0.5780	0.5497	0.0008049	62500
500	0.5714	0.5497	0.0004721	62500

用最小二乘法进行线性拟合,求得校准曲线方程: $Y=0.0011c-0.0003$,线性系数 $r=0.9997$ 。

重复测定样品2次,称样量分别为0.3069、0.3069 g(样品平均称样量 $m=0.3069$ g),响应信号比值分别为0.3338、0.3271,带入方程计算得到样品消解液浓度分别为303.8、297.7 $\mu\text{g/L}$ (样品消解液中硼的平均浓度 $c=300.7$ $\mu\text{g/L}$),空白样品消解液浓度 $c_0=1.33$ $\mu\text{g/L}$,得到样品硼的含量分别为24.64、24.14 mg/kg(样品硼含量平均值 $\bar{x}=24.4$ mg/kg)。

由于拟合直线本身具有不确定度,用拟合方程计算样品消解液浓度引入的不确定度,即标准曲线拟合引入的不确定度,按公式(2)计算。

$$u_{B3} = \frac{s_R}{b} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} + \frac{(c-\bar{c}_s)^2}{\sum_{i=1}^{n_2} (c_{si}-\bar{c}_s)^2}} \quad (2)$$

$$\text{残差标准差 } s_R \text{ 为: } = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_2} [y_i - (a+bc_i)]^2}{n_2-2}}$$

其中: b -标准曲线斜率; n_1 -样品重复测定的次数, $n_1=2$; n_2 -标准溶液的测定总次数, $n_2=12$; \bar{c}_s -标准溶液的平均浓度, $\bar{x}_s=250$ $\mu\text{g/L}$; c_{si} -标准系列各点浓度, $\mu\text{g/L}$; c -样品消解液中硼的平均浓度; y_i -标准点浓度为 x_i 时,响应信号的比值; $a+bc_i$ -标准浓度为 c_i 时,对应于拟合直线上的响应信号的比值。

将表2相关数据代入公式可得 $s_R=0.0147$,曲线拟合引入的不确定度: $u_{B3}=10.38$ $\mu\text{g/L}$,其引入的相对标准不确定度: $u_{B3rel}=u_{B3}/c \times 100\%=10.38/300.7 \times 100\%=3.5\%$ 。

2.1.4 称样量引入的不确定度分量 u_{B4rel}

称取试样0.3 g左右,精确至0.1 mg,用万分之一的电子分析天平进行称量。万分之一天平检定证书给定的分辨力 $d=0.0001$ g, $e=10d$,称样量在 $0\sim 5 \times 10^4 e$ 范围时,最大允许误差(maximum permissible error, MPE)为 $\pm 0.5 e$,即0.0005 g。按矩形分布估计, MPE 导致的不确定度: $u(MPE)=0.0005/\sqrt{3}=0.29$ mg。由于在称取质量时称量了2次,一次是空盘,一次是总重,2次称量不相关,称样量为此2次称量之差,所以称样量引入的不确定度为: $u_{B4} = \sqrt{0.29^2 + 0.29^2} = 0.41$ mg,其引入的相对标准不确定度: $u_{B4rel}=u_{B4}/m \times 100\%=0.00041/0.3069 \times 100\%=0.13\%$ 。

2.1.5 样品加标回收率引入的不确定度分量 u_{B5rel}

对加标含量为100 $\mu\text{g/L}$ 的加标样进行6次重复性测定,加标回收率 R 分别为:1.04、1.07、0.91、1.05、1.01、0.98,平均加标回收率为 $\bar{R}=1.01$,标准偏差 $s(R)=0.060$ 。加标回收率引入的不确定度^[11]: $u(\bar{R})=s(\bar{R})=s(R)/\sqrt{n}=0.060/\sqrt{6}=0.024$,其引入的相对标准不确定度为: $u_{B5rel}=u_{rel}(\bar{R})=u(\bar{R})/\bar{R} \times 100\%=0.024/1.01 \times 100\%=2.4\%$ 。

2.1.6 测量重复性引入的不确定度分量 u_{Arel}

测定样品之前,先对待测样品硼含量相近的大豆样品进行10次重复性测量,得到标准偏差 s 为0.576 mg/kg。在测量系统稳定的情况下,再对待测大豆样品进行2次平行测定,以2次测量平均值作为检测结果的值。则样品测

量重复性引入的标准不确定度: $u_A = s/\sqrt{2} = 0.576/\sqrt{2} = 0.407$ mg/kg,其引入的相对标准不确定度: $u_{Arel} = u_A/\bar{x} \times 100\% = 0.407/24.4 \times 100\% = 1.7\%$ 。

2.2 合成标准不确定度 u_{crel}

各个不确定度分量见表3。

表3 不确定度分量及其相对标准不确定度
Table 3 Uncertainty components and their relative standard uncertainties

不确定度分量	不确定度来源	类别	相对标准不确定度/%	不确定度占比/%
u_{B1rel}	定容体积	B类	0.060	0.72
u_{B2rel}	标准系列配制	B类	0.49	5.92
u_{B3rel}	校准曲线拟合	B类	3.5	42.27
u_{B4rel}	称样量	B类	0.13	1.57
u_{B5rel}	加标回收率	B类	2.4	28.99
u_{Arel}	测量重复性	A类	1.7	20.53

相对合成标准不确定度:

$$u_{crel} = \sqrt{u_{Arel}^2 + u_{B1rel}^2 + u_{B2rel}^2 + u_{B3rel}^2 + u_{B4rel}^2 + u_{B5rel}^2} = \sqrt{1.7^2 + 0.06^2 + 0.49^2 + 3.5^2 + 0.13^2 + 2.4^2} \times 100\% = 4.6\%$$

合成标准不确定度:

$$u_c = \bar{x} \times u_{crel} = 24.4 \text{ mg/kg} \times 4.6\% = 1.12 \text{ mg/kg}$$

取包含因子 $k=2$,则扩展不确定度为: $U = u_c \times k = 1.12 \text{ mg/kg} \times 2 = 2.24 \text{ mg/kg}$ 。

用本方法测定大豆样品中硼含量,取平均值代表检测结果的值,为保险起见,扩展不确定度 U 取2.3 mg/kg,其结果可表示为:(24.4 \pm 2.3)mg/kg, $k=2$ 。

3 结论

对ICP-MS法测定大豆中硼含量进行不确定度评定,可知影响测定结果准确性的因素有很多,应该在结果中充分考虑并评定不确定度的大小。通过分析各个不确定度的分量,可知影响因素较大的分别是校准曲线拟合、加标回收率、测量重复性等,消解液定容体积、称样量等影响相对较小。与杨群等^[12]、程家丽等^[13]、熊慧霞等^[14]文献报道的结果相吻合。

为减小校准曲线拟合引入的不确定,可通过增加标准系列点数或测定次数、增加样品测定次数、配制标准系列时尽量使待测样品浓度靠近标准系列中间点浓度等方法;为降低加标回收率引入的不确定度,首先要保证样品代表性和均匀性,可以通过将样品粉碎充分均匀、增加称样量等措施;其次要减少前处理过程硼的损失,如控制赶酸温

度、消解液转移定容时用纯水少量多次淋洗微波消解罐等；测量重复性引入的不确定度主要通过增加样品重复测定次数、仪器定期维护保养检定等来控制。

ICP-MS 法在金属分析领域中具有独特的优势，在金属检测中越来越广泛。本研究中使用电感耦合等离子体质谱仪，微波消解与在线内标相结合，测定大豆中硼含量并对其不确定度进行评定与分析。结果表明，该方法的总体不确定度较小。本研究中食品样品不同于水样，在测量食品样品消解液平均浓度时，要保证 2 次平行样品称样量一致，才能计算样品消解液平均浓度。样品测量重复性引起的不确定度，代表各种随机因素引起的不确定度，已经包含了仪器的波动性、试样不均匀性、天平称量重复性、移液管吸取体积重复性、容量瓶定容体积重复性等影响因素，所以在不确定分量评定中，为避免重复评定不需要再考虑这些随机因素的影响。

参考文献

- [1] 宋筱瑜, 李凤琴, 刘兆平, 等. 中国 12 省市部分食品中硼本底含量调查及居民摄入量初估[J]. 卫生研究, 2011, 40(4): 431-433.
SONG XY, LI FQ, LIU ZP, *et al.* Boron background value survey of some foodstuffs in 12 provinces of China and cities of China and boron primary intake estimation of Chinese habitants [J]. J Hyg Res, 2011, 40(4): 431-433.
- [2] 傅武胜, 陆秋艳, 吕华东, 等. 食品中硼及其化合物的风险评估[J]. 海峡预防医学杂志, 2011, 17(4): 16-18.
FU WS, LU QY, LV HD, *et al.* Risk assessment of boron and its compounds in food [J]. Strait J Prev Med, 2011, 17(4): 16-18.
- [3] 姜丽平, 仲来福, 薛向欣. 硼的生物学功能及应用研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2014, 31(5): 463-466.
JIANG LP, ZHONG LF, XUE XX. Biological functions and practical application of boron: A review of recent studies [J]. J Environ Health, 2014, 31(5): 463-466.
- [4] 崔杰, 刘柏林, 孟灿, 等. 2014-2018 年安徽省部分豆类及豆制品中硼含量[J]. 卫生研究, 2020, 49(1): 145-147.
CUI J, LIU BL, MENG C, *et al.* Boron content in some beans and soybean products in Anhui province from 2014 to 2018 [J]. J Hyg Res, 2020, 49(1): 145-147.
- [5] GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力通用要求[S].
GB/T 27025—2008 General requirements for testing and calibration laboratory capabilities[S].
- [6] 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 General requirements of inspection and testing institutions [S].
- [7] 周敏楠. 湿法消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定水生蔬菜中 5 种元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(19): 7106-7113.
ZHOU MN. Simultaneous determination of five elements in aquatic vegetables by wet digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(19): 7106-7113.
- [8] JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定和表示[S].
JJF 1059.1—2012 Evaluation and representation of measurement uncertainty [S].
- [9] CNAS—GL06 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS—GL06 Guidance for the evaluation of uncertainty in chemical analysis [S].
- [10] JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196—2006 Common verification regulations for glass gauges [S].
- [11] 魏滨. 生活饮用水标准检验方法不确定度评定(第一版)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2015.
WEI B. Uncertainty evaluation of standard test method for drinking water (first edition) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2015.
- [12] 杨群, 周佳欣, 陈俊仙. 火焰原子吸收法测定土壤镍结果的不确定度评定[J]. 四川环境, 2020, 39(2): 16-20.
YANG Q, ZHOU JX, CHEN JX. Uncertainty evaluation of determination of soil Nickel content by flame atomic absorption spectrometry [J]. Sichuan Environ, 2020, 39(2): 16-20.
- [13] 程家丽, 刘婷婷, 卓勤, 等. 超高效液相色谱法测定保健食品中脱氢表雄甾酮的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(21): 7879-7883.
CHENG JL, LIU TT, ZHUO Q, *et al.* Uncertainty evaluation on determination of dehydroepiandrosterone in health food by ultra high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(21): 7879-7883.
- [14] 熊慧霞, 张蕤, 芦燕妮, 等. 液相色谱质谱联用法测定牛奶中氯霉素的 不确定度[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(21): 7921-7926.
XIONG HX, ZHANG R, LU YN, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of chloramphenicol in milk by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(21): 7921-7926.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



曾 勇, 中级理化检验师, 主要研究方向为食品理化检测。

E-mail: yongzeng0564@163.com



杨 洋, 硕士, 中级理化检验师, 主要研究方向为食品理化检测。

E-mail: 458956441@qq.com