

HGC 和 UV-HGC 测定植物油中溶剂残留量的不确定度评定

Uncertainty evaluation for the determination of solvent residual in vegetable oil by headspace gas chromatography and ultrasonic vibration-headspace gas chromatography

张红莉¹ 许均华¹ 徐文泱² 李 勇¹

ZHANG Hong-li¹ XU Jun-hua¹ XU Wen-yang² LI Yong¹

(1. 郴州市食品药品检验检测中心, 湖南 郴州 423000; 2. 湖南省食品质量监督检验研究院, 湖南 长沙 410111)

(1. Chenzhou Center for Food and Drug Control, Chenzhou, Hunan 423000, China;

2. Hunan Institute of Food Quality Supervision Inspection and Research, Changsha, Hunan 410111, China)

摘要:通过顶空气相色谱法和超声振荡—顶空气相色谱法测定植物油中六号溶剂残留量,对测定过程中的不确定度来源进行分析,依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和 CNAS-GL06《化学分析中不确定度的评估指南》中有相关规定,建立数学模型,并对各分量进行量化,评定结果表明:影响检测结果不确定度的关键控制点为样品的前处理和标准曲线。

关键词:顶空气相色谱;超声振荡;六号溶剂;不确定度

Abstract: The possible uncertainties in the determination of No.6 solvent residual in vegetable oil by headspace gas chromatography and ultrasonic vibration-headspace gas chromatography were analyzed and evaluated. According to *Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement* (JJF 1059.1—2012) and *Guidance on Evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis* (CNAS-GL06), a mathematical model of uncertainty was established. To quantify each component, the results showed that the key influence factor of uncertainty of test was the pretreatment of samples and its standard curve.

Keywords: headspace gas chromatography; ultrasonic vibration; No. 6 solvent; uncertainty

食用油的加工生产通常有精炼、压榨、浸出 3 种方法,较其他方法,浸出法具有出油率高等优点,备受生产企业青

睐^[1],浸出油多采用六号溶剂为萃取剂^[2-3],虽工艺上会对其进行脱除处理,但仍有溶剂残留风险,可致呼吸中枢麻痹、皮肤屏障功能损伤、周围神经和造血功能损害^[4-6]。加强对食用油中溶剂残留量的监控,有利于提高油脂的卫生品质和食品质量安全。

中国在 20 世纪 70 年代已经开始采用气相色谱对食用油中的溶剂残留进行研究^[7],现行有效的 GB 5009.262—2016《食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定》采用顶空气相色谱法^[8],笔者经过长期、反复的检测试验研究,发现采用超声振荡—顶空气相色谱法在检测食用油中的溶剂残留量时,时间效率上优于 GB 5009.262—2016。为了确保测量结果的可信度^[9],本试验依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》、CNAS-GL06《化学分析中不确定度的评估指南》和 GB/T 27411—2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》规定的基本方法和程序,对顶空气相色谱法^[8]和超声振荡—顶空气相色谱法 2 种方法的测量不确定度进行比较与分析,找出主要分量,以期对食用油中检测溶剂残留的质量控制提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

六号溶剂标准溶液:浓度 10 mg/mL,溶剂为 *N,N*-二甲基乙酰胺,国家粮食局科学研究院;

N,N-二甲基乙酰胺 (*N,N*-Dimethylacetamide, DMAC),纯度 $\geq 99\%$,上海沪震实业有限公司;

正庚烷 (C_7H_{16}):纯度 $\geq 99\%$,东莞市乔科化学有限公司;

基金项目:湖南省食品药品监督管理局食品药品安全科技项目(编号:湘食药科 R201701)

作者简介:张红莉(1984—),女,郴州市食品药品检验检测中心中级工程师,硕士。E-mail:254185307@qq.com

收稿日期:2017—06—21

植物油:湖南郴州市售散装油;

气相色谱仪:GC-2010 型,配氢火焰离子化检测器,日本岛津公司;

电子天平:JY20002 型,感量 0.01 g,上海舜宇恒平科学仪器有限公司;

移液枪:Q21476E 型,德国艾本德股份公司;

超声波振荡器:KQ5200ED 型,昆山市超声仪器有限公司;

鼓风干燥箱:BON-250 型,上海三腾仪器有限公司;

恒温振荡器:AOC-5000 SHIMADZU 型,苏州普今生物科技有限公司。

1.2 方法

1.2.1 样品的提取

(1) 顶空气相色谱法:称取植物油样品 5 g 于 20 mL 顶空进样瓶中,向植物油样品中迅速加入 5 μL 正庚烷标准工作液作为内标,用手轻微摇匀后密封。保持顶空进样瓶直立,待分析^[8]。

(2) 超声振荡—顶空气相色谱法:称取植物油样品 5 g 于 20 mL 顶空进样瓶中,向植物油样品中迅速加入 5 μL 正庚烷标准工作液作为内标,密封后保持顶空进样瓶直立,置于超声波振荡器 500 W、50 ℃ 超声 10 min,待分析。

1.2.2 色谱条件

(1) 顶空气相色谱法:色谱柱:HP-5(30 m×0.32 mm, 0.25 μm);载气:氮气(纯度≥99.999%,流速:1 mL/min);进样口温度:250 ℃,检测器温度:300 ℃;进样模式:分流模式,分流比 100:1;氢气流速:25 mL/min;空气流速:300 mL/min;柱温:初始温度 50 ℃,保持 3 min,然后以 1 ℃/min 程序升温至 55 ℃,保持 3 min,再以 30 ℃/min 升温至 200 ℃,保持 3 min;顶空恒温 60 ℃ 保持 30 min^[8]。

(2) 超声振荡—顶空气相色谱法:根据文献[8]修改如下:顶空恒温 60 ℃ 保持 5 min。

1.2.3 标准溶液配制 参考文献[8]。

1.2.4 数学模型的建立 用内标法计算植物油中溶剂残留量,其数学模型为:

$$C = \frac{\frac{y_{\text{样}}}{a \times m \times \text{Rec}} - b}{a \times m \times \text{Rec}}, \tag{1}$$

式中:

C——试样中六号溶剂残留的含量,mg/kg;

Rec——同步加标试样的回收率,%;

m——试样的称样量,g;

y_样——试样中六号溶剂面积归一总和;

b——标准曲线的截距;

a——标准曲线的斜率。

1.2.5 不确定度分量的主要来源 根据式(1)分析,标准物质、样品称量、方法回收率是影响测量结果不确定度的因素,其中精密度、偏倚被归入方法回收率的不确定度中,标准物质的含量、标准物质的配制过程和标准曲线的拟合被归入标准物质的不确定度中。各相关不确定度分量见图 1。

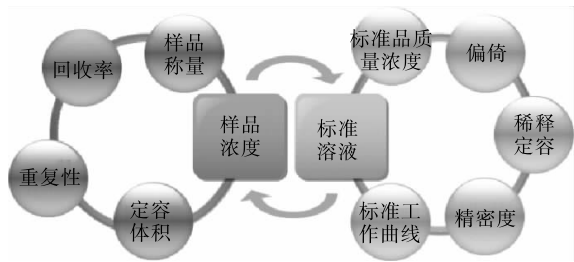


图 1 试验过程中不确定度的分量构成

Figure 1 Components of uncertainty during the test

2 结果与分析

2.1 标准溶液不确定度分量

2.1.1 标准储备液的不确定度 这一过程产生的不确定度属 A 类不确定度,查标准证书,六号溶剂标准储备液标准值 10.0 mg/mL,标准偏差 0.5 mg/mL(n=10),则六号溶剂标准储备液的标准不确定度为:

$$u(p) = \frac{0.5}{\sqrt{10}} = 0.158,$$
$$u_{rel}(p) = \frac{0.158}{10} = 0.0158.$$

2.1.2 标准工作液配制过程引入的相对标准不确定度 u_{rel}(V) 配制标准工作液过程中使用的移液枪见表 1,根据 JJG 646—2006《移液枪检定规程》的要求^[10],相应最大允许误差按矩形分布 k=√3 计算配制过程引入的各相对标准不确定度见表 1,则

$$u_{rel}(V) = \{[u_{rel}(V_1)]^2 + [u_{rel}(V_2)]^2 + [u_{rel}(V_3)]^2 + [u_{rel}(V_4)]^2 + [u_{rel}(V_5)]^2\}^{\frac{1}{2}} =$$
$$\sqrt{0.0087^2 + 0.0058^2 + 0.0058^2 + 0.0058^2 + 0.0046^2} = 0.014.$$

表 1 移液枪的不确定度			
Table 1 Uncertainties of locomotive pipette			
移液枪使用 容量/μL	最大允许 误差/μL	标准不确 定度/μL	相对标准 不确定[u _{rel} (V)]
5	±0.075	0.043	0.0087
10	±0.100	0.058	0.0058
25	±0.250	0.144	0.0058
50	±0.500	0.289	0.0058
100	±0.800	0.462	0.0046

2.1.3 最小二乘法拟合标准曲线的不确定度 采用 6 个水平的六号溶剂标准溶液,分别用顶空气相色谱法和超声振荡—顶空气相色谱法测定 3 次,得到相应的峰面积,用最小二乘法拟合^[11],得到拟合方程及相关系数 r,见表 2。

以拟合标准曲线为定量,对被测植物油样测量 6 次,见表 3。

根据式(2)~(5)计算最小二乘法拟合的标准曲线过程引入的相对标准不确定度:

$$u(c) = \frac{S(A)}{a} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{mn} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{S_{C/C}}}, \tag{2}$$

表 2 线性回归方程拟合过程及结果[†]

Table 2 Linear regression equation fitting and results

方法	$C_i/\mu\text{g}$	$y_{ij}/y_{\text{内标}}$		$\overline{y_{ij}/y_{\text{内标}}}$		$y_i/y_{\text{内标}}$
顶空气 相色谱 法	0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	-0.194 8
	50	0.198 2	0.199 5	0.210 4	0.202 7	0.110 2
	100	0.428 9	0.431 2	0.437 4	0.432 5	0.415 2
	250	1.162 7	1.164 5	1.163 0	1.163 4	1.330 2
	500	2.848 5	2.866 4	2.850 1	2.855 0	2.855 2
	1 000	5.879 5	5.854 8	5.936 9	5.890 4	5.905 2
超声振 荡—顶 空气相 色谱法	0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.055 6
	50	0.394 1	0.421 1	0.385 1	0.400 1	0.405 6
	100	0.832 4	0.839 2	0.842 7	0.838 1	0.755 6
	250	1.716 5	1.726 9	1.723 5	1.722 3	1.805 6
	500	3.577 2	3.593 3	3.596 2	3.588 9	3.555 6
	1 000	7.087 7	7.113 2	7.115 0	7.105 3	7.055 6

† $\frac{y}{y_{\text{内标}}} = aC + b$; 顶空气相色谱法: $a = 0.006\ 1$; $b = -0.194\ 8$; $r = 0.998\ 4$; 超声振荡—顶空气相色谱法: $a = 0.007\ 0$; $b = 0.055\ 6$; $r = 0.999\ 5$ 。

表 3 样品中六号溶剂残留量平行测量结果[†]

Table 3 Parallel measurements of bifenthrin residues in samples

平行样品	A 称样量 m/g	B 称样量 m/g	A 测得量/ μg	B 测得量/ μg
1	5.01	5.01	202.25	200.63
2	5.01	5.00	205.83	206.22
3	5.05	5.02	202.76	202.15
4	5.02	5.02	200.53	205.28
5	5.00	5.04	203.28	203.79
6	5.03	5.01	207.55	205.13
平均质量(C_0)	5.02	5.02	203.70	203.87
标准偏差/ $\%$	0.018	0.014	2.552	2.124

† A 表示顶空气相色谱法; B 表示超声振荡—顶空气相色谱法。

$$u_{rel}(c) = \frac{u(c)}{c}, \tag{3}$$

$$S(A) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m (y_{ij}/y_{\text{内标}} - y_i/y_{\text{内标}})^2}{nm - 2}}, \tag{4}$$

$$S_{C/C} = \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2, \tag{5}$$

式中:

$S(A)$ ——工作曲线的标准偏差;
 a ——工作曲线的斜率;
 p ——样品平行测量的次数;
 n ——所配标准溶液个数;
 m ——标准溶液重复测定的次数;
 C_0 ——样品中六号溶剂残留量的平均质量, μg ;
 $\bar{C}$ ——标准溶液的平均质量, μg ;
 $S_{C/C}$ ——标准溶液质量残差的平方和;
 $y_{ij}/y_{\text{内标}}$ ——各标准溶液与正庚烷内标物响应值之比;
 $y_i/y_{\text{内标}}$ ——线性方程计算响应值;
 C_i ——各标准溶液的质量, μg 。

2.1.4 分量计算校准过程产生的相对标准不确定度 根据标准溶液不确定度最小二乘法拟合标准曲线时引入不确定度计算结果见表 4。

(1) 顶空气相色谱法:

$$U_{rel}(cal_A) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(c_A)} = \sqrt{0.015\ 8^2 + 0.014^2 + 0.05^2} = 0.054.$$

(2) 超声振荡—顶空气相色谱法:

$$U_{rel}(cal_B) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(c_B)} = \sqrt{0.015\ 8^2 + 0.014^2 + 0.01^2} = 0.023.$$

2.2 由样品前处理引入的不确定度

2.2.1 样品的称量过程引入的不确定度 电子天平 JY20002 型检定证书给出测量范围在 $< 500\ \text{g}$ 时, 不确定度 $u(m) = 5\ \text{mg}$, 当称样量为 $5\ \text{g}$ 时, 引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m) = \frac{u(m)}{m} = \frac{5}{5 \times 1\ 000} = 0.001.$$

2.2.2 样品提取引入的不确定度 样品的提取包含很多步骤^[12-14], 确定每一步对试验结果的不确定度影响是比较困难的。本试验采用加标回收率对样品前处理整个过程中引入的不确定度进行评定。在阴性样品中加入六号溶剂标准品, 使其含量为 $200\ \mu\text{g}$, 同时对加标样品进行 6 次平行测定, 测定结果见表 5。

回收率引入的标准不确定度为:

$$u(Rec) = \frac{S_{Rec}}{\sqrt{n}}.$$

回收率引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(Rec) = \frac{u(Rec)}{Rec} \times 100\%.$$

为了确定回收率是否计入六号溶剂残留量的计算, 应按式(8)计算 t 值, 对回收率进行显著性检验:

表 4 最小二乘法拟合标准曲线时引入不确定度计算结果[†]

Table 4 Uncertainty calculations from standard curve fitting by least squares regression analysis

方法	p	n	m	$C_0/\mu\text{g}$	$\bar{C}/\mu\text{g}$	$S(A)$	$S_{C/C}$	$u(c)/\mu\text{g}$	$u_{rel}(c)$
A	6	6	3	203.70	316.7	0.131	723 333.3	10.52	0.05
B	6	6	3	203.87	316.7	0.062 8	723 333.3	4.40	0.01

† A 表示顶空气相色谱法; B 表示超声振荡—顶空气相色谱法。

表 5 回收率试验测定结果[†]

Table 5 Result of recoveries ($n=6$)

%

方法	测定次数						均值 $\overline{Rec}$	标准偏差 S_{Rec}
	1	2	3	4	5	6		
A	101.3	103.3	102.7	103.4	104.1	104.3	103.2	1.09
B	102.2	101.3	101.6	102.2	103.1	102.3	102.1	0.62

† A 表示顶空气相色谱法;B 表示超声振荡—顶空气相色谱法。

$$t = \frac{|100\% - \overline{Rec}|}{u(Rec)}。$$

$$S(x_k) = \frac{R_i}{C}，$$

由加标回收率试验平行测定 6 次,则自由度为 5,置信概率为 95% 时,查检验临界值分布表, $t_{(95,n-1)} = t_{(95,5)} = 2.57^{[9]}$ 。

式中:

C ——极差系数,当测量次数 $n=3$ 时, $C=1.69^{[9]}$ 。

样品重复测试的不确定度:

当 $t < 2.57$ 时,则与回收率无显著性差异,无需采用回收率修正结果;

$$u(X) = S(\bar{X}) = \frac{S(x_k)}{\sqrt{n}}。$$

当 $t \geq 2.57$ 时,则与回收率有显著差异,结果需乘以回收率校正因子($f_{Rec} = \frac{1}{Rec}$)予以修正。

$$u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}}。$$

由表 6 可知,顶空气相色谱法、超声振荡—顶空气相色谱法测定的六号溶剂残留显著性差异均 >2.57 ,结果需乘以回收率校正因子以修正。

$$u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}}。$$

2.4 合成标准不确定度 $U_{crel}(X)$ 及扩展不确定度 U 的计算

$$u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}}。$$

以上各不确定度分量相互独立,不考虑分量间的相关性,则影响植物油中六号溶剂残留合成不确定度 $U_{crel}(X)$ 和扩展不确定度 U 见表 8。

相对标准合成不确定度:

Table 6 植物油中六号溶剂残留量 $\overline{Rec}$ 显著性检验

Table 6 Significance test for NO.6 residues in vegetable oil

方法	$u(Rec)/\%$	$u_{rel}(Rec)/\%$	t
顶空气相色谱法	0.44	0.43	7.16
超声振荡—顶空气相色谱法	0.25	0.25	8.31

$$U_{crel}(X) = \sqrt{U_{rel}^2(cal) + U_{rel}^2(pre) + U_{rel}^2(X)}。$$

相对扩展不确定度:

$$U_{rel} = K \times U_{crel}(X) \text{ (95\% 置信水平下,取 } K=2\text{)}。$$

$$U_{rel} = K \times U_{crel}(X) \text{ (95\% 置信水平下,取 } K=2\text{)}。$$

扩展不确定度:

$$U = \bar{X} \times U_{rel}(K=2)。$$

由表 8 可知,测定植物油中六号溶剂残留量时,顶空气相色谱法和超声振荡—顶空气相色谱法不确定度分量贡献较大的都是标准储备液、标准溶液配置、标准曲线拟合等,而样品的称量、样品的提取、随机效应的相对不确定度较小,且各不确定度数值都是顶空气相色谱法大于超声振荡—顶空气相色谱法。

$$U = \bar{X} \times U_{rel}(K=2)。$$

$$\sqrt{0.001^2 + 0.0043^2} = 0.0044，$$
$$U_{rel}(pre_B) = \sqrt{u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(Rec_B)} = \sqrt{0.001^2 + 0.0025^2} = 0.0027。$$

$$U_{rel}(pre_A) = \sqrt{u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(Rec_A)} = \sqrt{0.001^2 + 0.0043^2} = 0.0044，$$
$$U_{rel}(pre_B) = \sqrt{u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(Rec_B)} = \sqrt{0.001^2 + 0.0025^2} = 0.0027。$$

2.3 测试过程随机效应产生的不确定度

样品的测试过程中,随机效应不确定度主要来源于样品的均匀性、样品的代表性、天平的重复性、进样的重复性和仪器测量的重复性等,随机效应所导致的不确定度可以通过样品的重复试验进行 A 类评定。本次随机抽取样品进行 3 次平行测试,其测定结果见表 7。其中:

样品重复测试试验偏差:

本试验测试的样品中六号溶剂残留量,取 $K=2$ 。

采用顶空气相色谱为:

$$X_A = \frac{C_{0,A}}{m_A} \times f_{REC,A} \pm U_A = \frac{203.7}{5.02} \times \frac{1}{103.2\%} \pm 4.78 = (39.32 \pm 4.78) \text{ mg/kg}。$$

采用顶空气相色谱为:

$$X_A = \frac{C_{0,A}}{m_A} \times f_{REC,A} \pm U_A = \frac{203.7}{5.02} \times \frac{1}{103.2\%} \pm 4.78 = (39.32 \pm 4.78) \text{ mg/kg}。$$

表 7 植物油中六号溶剂残留量的检测结果[†]

Table 7 Analytical results of NO.6 residues in vegetable oil

方法	样品测定结果/(mg·kg ⁻¹)			结果均值 $\bar{X}$ / (mg·kg ⁻¹)	极差 R / (mg·kg ⁻¹)	试验标准偏差 $S(x)$	$u(X)$ / (mg·kg ⁻¹)	$u_{rel}(X)$
	X_1	X_2	X_3					
A	43.3	42.9	43.9	43.4	1.0	0.59	0.34	0.0079
B	43.2	43.6	43.9	43.6	0.7	0.41	0.24	0.0055

† A 表示顶空气相色谱法;B 表示超声振荡—顶空气相色谱法。

表 8 影响植物油中六号溶剂残留量测定结果的不确定度分量一览表[†]

Table 8 List of uncertainty components that affect the results of determination of NO.6 residues in vegetable oil

不确定 度分量	不确定 度来源	不确定 度类型	标准不确定度分量		对合成不确定 度的贡献
			A 法	B 法	
$u_{rel}(p)$	标准储备液	A	0.015 8	0.015 8	1
$u_{rel}(V)$	标准溶液配制	B	0.014	0.014	1
$u_{rel}(c)$	标准曲线拟合	A	0.05	0.01	1
$u_{rel}(m)$	样品的称量	—	0.001	0.001	2
$u_{rel}(Rec)$	样品的提取	A	0.004 3	0.002 5	2
$u_{rel}(X)$	随机效应	A	0.007 9	0.005 5	2
$U_{crel}(X)$	相对标准合成不确定度		0.055 0	0.024 0	—
U_{rel}	相对扩展不确定度($K=2$)		0.11	0.05	—
U	扩展不确定度($K=2$)		4.78	2.18	—

[†] A 表示顶空气相色谱法; B 表示超声振荡—顶空气相色谱法; 对合成不确定度的贡献是根据标准不确定度分量数值的数量级来确定(1 表示贡献大, 2 表示贡献较小)。

采用超声振荡—顶空气相色谱法为:

$$X_B = \frac{C_{0 \cdot B}}{m_B} \times f_{REC \cdot B} \pm U_B = \frac{203.87}{5.02} \times \frac{1}{102.1\%} \pm 2.18 =$$

(39.78±2.18) mg/kg。

3 结论

在测定植物油中六号溶剂残留量时,通过比较顶空气相色谱法和超声振荡—顶空气相色谱法分析影响测定结果不确定因素:标准储备液、标准溶液配制、标准曲线拟合、样品的称量、样品的提取和随机效应等,得出影响结果的主要不确定度来源为:标准储备液、标准溶液配置、标准曲线拟合,而样品的称量、样品的提取和随机效应的相对不确定度较小。本文测试的样品中六号溶剂残留量,采用顶空气相色谱为:(39.32±4.78) mg/kg($K=2$);采用超声振荡—顶空气相色谱法为:(39.78±2.18) mg/kg($K=2$)。

因此,在今后的检验试验中,应加强标准储备液、标准溶液的配制过程和标准曲线的拟合的质量控制,以保障试验结果的精准性。同时从 2 种试验方法的不确定度评估来看,顶空气相色谱法都大于超声振荡—顶空气相色谱法,因此在条件允许的情况下,应该选择精度更高,时间效率更优的超声振荡—顶空气相色谱法进行试验。

参考文献

[1] 丁福. 食用液压榨法和浸出法工艺的区别[J]. 中国油脂, 2005, 30(1): 5-6.

[2] 王乐华. 食用植物油浸出溶剂评价及溶剂残留检测方法研究[D]. 苏州: 苏州大学, 2013: 3-6.

[3] 周玮婧, 江小明. 顶空气相色谱法测定不同品种食用植物油中的溶剂残留量[J]. 湖北农业科学, 2017, 56(2): 334-338.

[4] 李艳梅. 关于食用油脂中残留溶剂油对人体危害的探讨及对策[J]. 职业与健康, 2001, 17(6): 46-47.

[5] 姜宁, 曹继友, 杨德田. 食用油脂中残留溶剂油的测定及对人体

的危害性分析[J]. 中国初级卫生保健, 1997, 11(12): 38.

[6] 汪海峰, 鞠兴荣, 杨晓蓉, 等. 食用植物油中残留溶剂的高温顶空气相色谱分离与测定[J]. 食品科学, 2006, 27(2): 235-238.

[7] 付梅轩, 姜珍意. 浸出油、粕中残留溶剂的气相色谱测定方法[J], 油脂科技, 1979(1): 70-81.

[8] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. GB 5009.262—2016 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定[S]. 北京: [出版者不详], 2016: 1-2.

[9] 周美玲, 夏燕蕾. 顶空气相色谱法测定食用植物油中残留溶剂的不确定度分析[J]. 中国卫生检验, 2008, 18(10): 2 157-2 158.

[10] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 646—2006 移液器[S]. 北京: 中国计量出版社, 2005: 2-4.

[11] 曹小彦, 张燕, 黄雄伟, 等. 气相色谱法测定葡萄酒中甲醇含量不确定度评定[J]. 食品与机械, 2013, 29(6): 76-78.

[12] WANG Cai-xia. Uncertainty evaluation for the determination of dibutyl ph-thalate (DBP) concentration in liqueur by GC-MS [J]. Agr Sci Techol, 2014, 15(8): 1 262-1 264.

[13] 丁进锋, 赵凤敏, 曹有福, 等. 气相色谱测定大米粉中 O,P'-DDT 不确定度分析[J]. 食品与机械, 2013, 29(5): 80-83.

[14] JIMÉNEZ J J. Determination of aminopolycarboxylic acids in river water by solid-phase extraction on activated charcoal cartridges and gas chromatography with mass spectrometric detection; Method performance characteristics and estimation of the uncertainty[J]. Analytica Chimica Acta, 2013, 770: 94-102.