

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2022.01.011

两种滴定法测定食用油中过氧化值和酸价的不确定度评价

Uncertainty evaluation of two titration methods for determination
peroxide and acid value in edible oil

程 慧¹ 刘 顺² 关洪宣²

CHENG Hui¹ LIU Shun² GUAN Hong-xuan²

(1. 黄梅县公共检验检测中心, 湖北 黄冈 435501; 2. 荆州职业技术学院, 湖北 荆州 434000)

(1. Huangmei County Public Inspection and Testing Center, Huanggang, Hubei 435501, China;

2. Jingzhou Institute of Technology, Jingzhou, Hubei 434000, China)

摘要:目的:利用 GB 5009.229 及 GB 5009.227 的两种滴定法(自动电位滴定法和指示剂滴定法)对食用油中酸价(值)和过氧化值的测定不确定度进行分析,得出两种滴定方法测定结果的扩展不确定度。方法:采用 CNAS-GL006《化学分析中不确定度的评估指南》进行不确定度评价。结果:标准溶液是影响酸价(值)和过氧化值试验结果不确定度的主要因素。结论:两种滴定法对于食用油的过氧化值和酸价(值)的影响相差较小,对于基层检测机构可根据实际情况选择合适的滴定法。

关键词:滴定法;过氧化值;食用油;酸价(值);不确定度

Abstract: Objective: Two kinds of titration methods (automatic potentiometric titration and indicator titration) of GB 5009.229 and GB 5009.227 were used to analyze the expanded uncertainty of the determination of acid value and peroxide value in edible oil. **Methods:** CNAS-GL006 was used for the uncertainty component and extended uncertainty of the measurement results of the two titration methods. **Results:** The results showed that the standard solution was the main factor affecting the uncertainty of acid value (value) and peroxide value. **Conclusion:** The effects of the two titration methods on peroxide value and acid value (value) of edible oil is relatively small, and the appropriate titration method can be selected according to the actual situation for the basic testing organization.

Keywords: titration; peroxidevalue; edibleoil; acidvalue; the uncertainty

基金项目:湖北省市场监督管理局科技计划项目(编号:Hbsejgkj201914);湖北省重点研发计划项目(编号:2020BCA091)

作者简介:程慧(1989—),女,黄梅县公共检验检测中心工程师,硕士。E-mail:937446916@qq.com

收稿日期:2021-08-19

根据 GB 2716—2018《食品安全国家标准 植物油》的理化指标要求,过氧化值和酸价(值)为规定检验项目,通过检测食用植物油的过氧化值和酸价(值)可以判断出其是否适用于日常食用,进而监督市场中食用植物油的质量安全^[1-2]。

目前适用于食用植物油的过氧化值和酸价(值)检测方法为 GB 5009.227—2016(第一法滴定法和第二法电位滴定法)和 GB 5009.229—2016(第一法冷溶剂指示剂滴定法和第二法冷溶剂自动电位滴定法),相较于 GB/T 5009.37—2003《食用植物油卫生标准的分析方法》增加了电位滴定法。新标准中规定的指示剂滴定法和电位滴定法在终点判定上存在差别,指示剂滴定法依据反应终点引起的溶液颜色变化判定结果,电位滴定法依据终点电位产生突跃引起滴定曲线的变化判定终点。虽然指示剂颜色变化存在个体差异,但通过多次测定及扣除空白试验可相对减少误差。针对电位滴定法的电位突跃通常会设定滴定体积,若出现样品滴定体积过大导致滴定杯出现溢出或者未到滴定终点就停止滴定,都会对仪器和试验结果造成影响^[3-5]。新标准对估计酸价(值)含量在 0~1, 1~4, 4~15, 15~75 mg/g 的样品,最小称样量规定为 20.0, 10.0, 2.5, 0.5~3.0 g, 当称样量不符合标准要求时所得检测结果的可信度也随之降低,在食用油的酸价(值)大小未知时通过冷溶剂指示剂滴定法测试通常比较适用于检测机构^[6-8]。过氧化值的检测过程需要加入饱和碘化钾在暗处反应后进行滴定,若采用电位滴定法设定程序,进行自动电位滴定前需人工对每一个样品进行处理,与滴定法在节省时间方面没有较大优势,若出现食用植物油的过氧化值超过标准限量,所用标准溶液的浓度要求也有不同,需要及时更换标准溶液,所以电位滴定

法检测过氧化值并不适用于基层实验室的日常大量检测任务^[2]。王志强等^[9]曾通过自动电位滴定法测定食用植物油过氧化值、酸值的不确定度评定,按照 JJF 1059《测量不确定度评定与表示》分析不确定度的分量。针对因标准溶液和称量引起的不确定度分析存在不同,以及缺少与指示剂滴定分析的比较,文章拟根据国家标准检测方法测定食用植物油的过氧化值和酸价(值)^[10-13],依据 CNAS-GL006《化学分析中不确定度的评估指南》对指示剂滴定法和电位滴定法分别进行不确定度评价^[14],通过比较两种方法的扩展不确定度大小科学选择适合于基层检测机构的方法,旨在得到经济实用且合理可靠的检测数据。

1 材料与方 法

1.1 试剂与仪器

电位滴定仪:905 型,瑞士万通有限公司;

分析天平:ME403 型,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;

能力验证样品(橄榄油):中位值过氧化值 0.511 g/100 g,中位值酸价 0.142 mg/g,中国食品药品检定研究所;

冰乙酸、碘化钾、异丙醇、乙醚、三氯甲烷、酚酞、淀粉、异辛烷:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

重铬酸钾、邻苯二甲酸氢钾:基准 PT,国药集团化学试剂有限公司。

1.2 过氧化值的测定

参照 GB 5009.227—2016(第一法、第二法)。

1.3 酸价(值)的测定

参照 GB 5009.229—2016(第一法、第二法)。

1.4 计算公式

根据标准检测方法,食用植物油的过氧化值、酸价(值)分别按式(1)、式(2)进行计算。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 0.1269}{m_1} \times 100, \quad (1)$$

式中:

m_1 ——试样质量,g;

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准溶液体积,mL;

V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准溶液体积,mL;

$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度,mol/L;

X_1 ——检测结果,mg/g。

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_2) \times C_{\text{NaOH}} \times 56.1}{m_2}, \quad (2)$$

式中:

m_2 ——试样质量,g;

V_3 ——试样消耗氢氧化钠标准溶液体积,mL;

V_2 ——空白消耗氢氧化钠标准溶液体积,mL;

C_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度,mol/L;

X_2 ——检测结果,g/100 g。

1.5 不确定度影响因素分析

1.5.1 过氧化值测定分析 根据 GB 5009.227—2016 第一法测定食用植物油过氧化值的测量不确定度分析来源主要有:检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r1a)}$;试样质量引入的不确定度 $u_{\text{rel}(m1a)}$;滴定管滴定引入的不确定度 $u_{\text{rel}(V1a)}$;硫代硫酸钠标准溶液引入的不确定度 $u_{\text{rel}(c1a)}$;

根据 GB 5009.227—2016 第二法测定食用植物油过氧化值的测量不确定度分析来源主要有:检查过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r1b)}$,试样质量引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}(m1b)}$,硫代硫酸钠标准溶液引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}(c1b)}$,全自动电位滴定仪引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}(V1b)}$ 。

1.5.2 酸价(值)测定分析 根据 GB 5009.229—2016 第一法测定食用植物油酸价(值)测量不确定分析来源主要有:检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r2a)}$;质量称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}(m2a)}$;滴定管滴定引入的不确定度 $u_{\text{rel}(V2a)}$;氢氧化钠标准溶液引入的不确定度 $u_{\text{rel}(C2a)}$ 。

根据 GB 5009.229—2016 第二法食用植物油酸价(值)测量不确定分析来源主要有:检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r2b)}$,质量称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}(m2b)}$,氢氧化钠标准溶液引入的不确定度 $u_{\text{rel}(C2b)}$,全自动电位滴定仪引入的不确定度 $u_{\text{rel}(V2b)}$ 。

2 结果与分析

2.1 检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r)}$ 评定

对于检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r)}$,依据检验标准检验方法,指示剂滴定法 10 次测得食用油样品的过氧化值和酸价的均值分别为 0.050 1 g/100 g 和 0.139 mg/g,计算标准偏差 S 和检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r)}$ 。

$$u_{\text{rel}(r1a)} = \frac{S(x_i)}{x \sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10 - 1)}} / \bar{x} = 0.004 64,$$

$$u_{\text{rel}(r1b)} = \frac{S(x_i)}{x \sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10 - 1)}} / \bar{x} = 0.004 49。$$

对于检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r)}$,电位滴定法 10 次测得食用油样品的过氧化值和酸价的均值分别为 0.050 3 g/100 g 和 0.137 mg/g,计算标准偏差 S 和检测过程重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}(r)}$ 。

$$u_{\text{rel}(r2a)} = \frac{S(x_i)}{x \sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10 - 1)}} / \bar{x} = 0.010 8,$$

$$u_{\text{rel}(r2b)} = \frac{S(x_i)}{x \sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10 - 1)}} / \bar{x} = 0.011 5。$$

2.2 质量称量引入的不确定度 $u_{rel(m)}$

天平校准产生的不确定度一般由天平计量证书给出,按标准要求准确称量样品精确至 0.001 g,最大允许误差 ±5 mg,按均匀分布评定,取 $k=\sqrt{3}$,则:

$$u_1(m) = \frac{5 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0.00289, u_2(m) = \sqrt{2 \times (0.00289)^2} = 0.00409;$$

$$u_{rel(m1a)} = \frac{0.00409}{m} = 0.00159; u_{rel(m1b)} = \frac{0.00409}{m} = 0.000766;$$

$$u_{rel(m1a)} = \frac{0.00409}{m} = 0.000179; u_{rel(m1b)} = \frac{0.00409}{m} = 0.000187。$$

2.3 配制标准溶液的不确定度 $u_{rel(c)}$

2.3.1 配制硫代硫酸钠标准溶液浓度引入的不确定度 $u_{rel(c1)}$

根据 GB/T 601—2016 进行硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定:

$$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{m \times 1000}{(V-V_0)M}, \quad (3)$$

式中:

m ——基准试剂质量, g;

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

M ——重铬酸钾的摩尔质量浓度, g/mol;

$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度, mol/L。

(1) 标定重复性引入的不确定度分量:平行测定 10 次所得硫代硫酸钠标准溶液浓度为 0.10182 mol/L,对于检测过程重复性引入的不确定度 $u_{r(\text{rep})}$ 为:

$$u_{r(\text{rep})} = \frac{S(x_i)}{x\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10-1)}} / \bar{x} =$$

0.000134。

(2) 称量重铬酸钾引入的不确定度分量:天平校准产生的不确定度一般由天平计量证书给出,按标准要求准确称量样品精确至 0.00001 g,最大允许误差 ±0.05 mg,按均匀分布评定,取 $k=\sqrt{3}$,则

$$u_1(m) = \frac{0.05 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0.000289, u_2(m) = \sqrt{2 \times (0.000289)^2} = 0.000409,$$

$$u_r(m) = \frac{0.000409}{m} = 0.000223。$$

基准试剂重铬酸钾引入的不确定度主要来源于纯度和摩尔质量,根据标准证书记录的纯度(99.99±0.02)%,摩尔质量的相对不确定度由国际理论(化学)与应用化学联合会(IUAPC)查表得到在实际应用时可忽略不计,按

均匀分布计算得纯度和摩尔质量的不确定度:

$$u_{\text{纯度}} = \frac{0.0002}{\sqrt{3} \times 1.0000} = 0.00012。$$

(3) 滴定基准物质消耗硫代硫酸钠标准溶液体积引入的不确定度分量:

① 50 mL A 级滴定管:校准证书误差为 0.05 mL,按三角形分布考虑 $k=\sqrt{6}$,则 $u_1(V) = 0.05/\sqrt{6} = 0.0204$ mL。

② 实验室温度波动引入的不确定度分量 $u_2(V)$:标准情况下温度为 20 °C,而实验室温度在 ±4 °C 波动,水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$,温度效应引起的体积变化为均匀分布, $k=\sqrt{3}$,则 $u_2(V) = 4 \times 2.1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 4.850 \times 10^{-4}$ 。

③ 将 $u_1(V)$ 、 $u_2(V)$ 两个分量合成,得到 $u_{r(c)} = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.0204$ 。

(4) 玻璃量器引入的不确定度分量:依据 GB 5009.227—2016 检测得到食用植物油的过氧化值 <0.15 g/100 g,因此将 0.1018 mol/L 硫代硫酸钠溶液稀释至 0.002036 mol/L,具体操作:取 5 mL 0.1018 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液至 250 mL 容量瓶,250 mL A 级容量瓶最大允许误差 ±0.15 mL;5 mL A 级移液管最大允许误差 ±0.015 mL,服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,换算成标准不确定度为:

$$u_{\text{rel(容量瓶)}} = \frac{0.15}{250 \times \sqrt{3}} = 0.000347,$$

$$u_{\text{rel(移液管)}} = \frac{0.015}{5 \times \sqrt{3}} = 0.00173,$$

$$u_4 = \sqrt{u_{\text{rel(容量瓶)}}^2 + u_{\text{rel(移液管)}}^2} = \sqrt{0.000347^2 + 0.00173^2} = 0.00176。$$

不确定度合成为:

$$u_{\text{rel(c1)}} = \sqrt{u_{r(\text{rep})}^2 + u_{r(m)}^2 + u_{r(c)}^2 + u_4^2 + u_{\text{纯度}}^2} = \sqrt{0.000134^2 + 0.000223^2 + 0.0204^2 + 0.00176^2 + 0.00012^2} = 0.0205。$$

2.3.2 配制氢氧化钠标准溶液浓度引入的不确定度 $u_{rel(c2)}$

根据 GB/T 601—2016 进行氢氧化钠标准溶液的标定:

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{m \times 1000}{(V-V_0)M}, \quad (4)$$

式中:

m ——基准试剂质量, g;

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量浓度, g/mol;

C_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度, mol/L。

(1) 标定重复性引入的不确定度分量:平行测定

10 次所得氢氧化钠标准溶液浓度为 0.100 74 mol/L, 对于检测过程重复性引入的不确定度 $u_{r(\text{rep})}$ 为:

$$u_{r(\text{rep})} = \frac{S(x_i)}{x \sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_i^{10} (x_i - \bar{x})^2}{10 \times (10 - 1)}} / \bar{x} = 0.000 188。$$

(2) 称量邻苯二甲酸氢钾引入的不确定度分量: 天平校准产生的不确定度一般由天平计量证书给出, 按标准要求准确称量样品精确至 0.000 01 g, 最大允许误差 ±0.05 mg, 按均匀分布评定, 取 $k = \sqrt{3}$, 则:

$$\begin{aligned} u_1(m) &= 0.05 \text{ mg} / \sqrt{3} = 0.000 028 9, \\ u_2(m) &= \sqrt{2 \times (0.000 028 9)^2} = 0.000 040 9, \\ u_r(m) &= 0.000 040 9 / m = 0.000 064 6。 \end{aligned}$$

基准试剂邻苯二甲酸氢钾引入的不确定度主要来源于纯度和摩尔质量, 根据标准证书记录的纯度 (99.99 ± 0.05)%, 摩尔质量的相对不确定度由国际理论 (化学) 与应用化学联合会 (IUAPC) 查表得到在实际应用时可忽略不计, 按均匀分布计算得纯度的不确定度:

$$u_{\text{纯度}} = 0.000 5 / (\sqrt{3} \times 1.000 0) = 0.000 29。$$

(3) 滴定基准物质消耗氢氧化钠标准溶液体积引入的不确定度分量:

① 50 mL A 级滴定管: 校准证书误差为 0.05 mL, 按三角形分布考虑 $k = \sqrt{6}$, 则 $u_1(V) = 0.05 / \sqrt{6} = 0.020 4 \text{ mL}$ 。

② 实验室温度波动引入的不确定度分量 $u_2(V)$: $u_2(V) = 4 \times 2.1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 4.850 \times 10^{-4}$ 。

③ 将 $u_1(V)$ 、 $u_2(V)$ 两个分量合成, 得到: $u_r(V - V_0) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.020 4$ 。

氢氧化钠标准溶液浓度引入的不确定度 $u_{\text{rel}(C_2)} = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_{\text{纯度}}^2} = 0.020 4$ 。

2.4 滴定体积引起的不确定度 $u_{\text{rel}(V)}$

2.4.1 全自动电位滴定仪引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}(V)}$

根据 JJG 814—2015 自动电位滴定仪检定规程进行

检定, 得到扩展不确定度为 $U = 0.3\%$, $k = 2$, 可得:

自动电位滴定校准引入的不确定度 $u_{\text{rel}(cu)} = 0.003 / 2 = 0.001 5$;

温度效应 (20 ± 5) °C 对不确定度的影响 $u_{\text{rel}(tb)} = 2.1 \times 10^{-4} \times 5 / \sqrt{3} = 0.000 603$;

不确定度合成 $u_{\text{rel}(v)} = \sqrt{u_{\text{rel}(cu)}^2 + u_{\text{rel}(tb)}^2} = \sqrt{0.001 5^2 + 0.000 603^2} = 0.001 62$ 。

2.4.2 滴定管滴定引入的不确定度 $u_r(V - V_0)$ 试验中使用 10 mL A 级滴定管, 校准证书误差为 0.025 mL, 按三角形分布考虑 $k = \sqrt{6}$, 则 $u_1(V) = 0.025 / \sqrt{6} = 0.010 2 \text{ mL}$ 。

实验室温度波动引入的不确定度分量 $u_2(V) = 4 \times 2.1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 4.850 \times 10^{-4}$ 。

将 $u_1(V)$ 、 $u_2(V)$ 两个分量合成, 得到 $u_r(V - V_0) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.010 2$ 。

2.5 合成标准不确定度及扩展不确定度

(1) 合成相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}(x)} = \sqrt{u_{\text{rel}(r)}^2 + u_{\text{rel}(m)}^2 + u_{\text{rel}(v)}^2 + u_{\text{rel}(c)}^2}。 \quad (5)$$

(2) 合成标准不确定度: $u_x = \bar{x} \times u_{\text{rel}(x)}$ 。

(3) 扩展不确定度: 采用置信概率为 95% ($k = 2$) 计算, $U = k u_x$ 。

食用植物油过氧化值和酸价 (值) 各不确定度分量见表 1。

食用油的过氧化值和酸价 (值) 不确定度主要由测量重复性、称量、滴定仪、标准溶液 (标定和稀释) 产生, 由表 1 可知, 过氧化值和酸价 (值) 的第一法测定影响大小为标准溶液 > 滴定管 > 测量重复性 > 称量; 过氧化值和酸价 (值) 的第二法测定影响大小为标准溶液 > 测量重复性 > 滴定仪 > 称量; 过氧化值测定结果分别为 $\bar{x} = (0.050 1 \pm 0.002 34) \text{ g} / 100 \text{ g}$, $\bar{x} = (0.050 3 \pm 0.002 12) \text{ g} / 100 \text{ g}$;

表 1 不确定度分量汇总

Table 1 Summary of uncertainty components

不确定度分量	来源	过氧化值		酸价 (值)	
		第一法	第二法	第一法	第二法
$u_{\text{rel}(r)}$	测量重复性	0.004 64	0.004 49	0.010 8	0.011 5
$u_{\text{rel}(m)}$	称量	0.001 59	0.000 766	0.000 179	0.000 187
$u_{\text{rel}(V)}$	滴定管或全自动电位滴定仪	0.010 2	0.001 62	0.010 2	0.001 62
$u_{\text{rel}(c)}$	标准溶液	0.020 5	0.020 5	0.020 4	0.020 4
	合成相对不确定度	0.023 4	0.021 1	0.025 2	0.023 5
	合成标准不确定度	0.001 17	0.001 06	0.003 50	0.003 22
	扩展不确定度	0.002 34	0.002 12	0.007 00	0.006 44

酸价(值)测定结果分别为 $\bar{x} = (0.139 \pm 0.007\ 00)$ mg/g、 $\bar{x} = (0.137 \pm 0.006\ 44)$ mg/g。

采用标准方法检测食用植物油的过氧化值和酸价(值)中标准溶液的不确定度影响较大,因为采用 GB/T 601—2016 对硫代硫酸钠和氢氧化钠进行标定又重新引入称量、滴定体积产生的不确定度,依据标准物质证书可计算出较小的相对不确定度,但购买的标准溶液有一定保质期,不适合于大量的日常检测任务,可通过多次标定标准溶液和使用更加精密的滴定管实现减小不确定度;自动电位滴定仪相对于滴定管所产生的不确定度影响较小,但根据 GB 5009.227—2016 规定第二法适用于动植物油脂,测量范围为 0.00~0.38 g/100 g,实际食用植物油的过氧化值可能存在超过 0.38 g/100 g 的情况。通过比较滴定管和自动电位滴定仪对食用植物油的过氧化值和酸价(值)不确定度的影响,两者对检测结果的影响相差不多,对于条件有限的基层实验室选择滴定管对食用植物油进行检测所得结果也符合标准规定的要求。

3 结论

利用两种滴定法对食用油的过氧化值和酸价(值)进行了不确定度分析。结果表明,两种方法在测量重复性、称量、滴定管或电位滴定仪、标准溶液等都会引入不确定度,其中标准溶液的标定引入的不确定度较大,其次为滴定管或电位滴定仪的不确定度,两种方法最后得出的不确定度相差在可控范围内。因此,对于仪器条件有限的基层检验检测机构可以优先选择手动滴定法检测食用油的过氧化值和酸价(值),严格把控标准溶液的滴定浓度,按照规定要求定期对标准滴定溶液进行期间核查,提高检测结果的准确度。后续将继续拓展质量控制方面的研究,为食品检验检测的可控性创造新的方向。

参考文献

- [1] 叶凤凌, 职士淇, 贾利蓉, 等. 不同温度热处理对 4 种食用油氧化稳定性的影响[J]. 中国油脂, 2021, 46(6): 65-70.
YE Feng-ling, ZHI Shi-qi, JIA Li-rong, et al. Effect of heat treatment at different temperatures on the oxidation stability of four edible oils[J]. China Oils and Fats, 2021, 46(6): 65-70.
- [2] 黄雨洋, 齐宝坤, 赵城彬, 等. 加速氧化过程中不同植物油的稳定性研究[J]. 中国食品学报, 2019, 19(1): 243-248.
HUANG Yu-yang, QI Bao-kun, ZHAO Cheng-bin, et al. Research on stability of different plant oils in the process of accelerated oxidation[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2019, 19(1): 243-248.
- [3] 欧阳丽, 汪辉, 何翊, 等. UPLC-MS/MS 测定猪肝中五氯酚残留量的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2019, 35(9): 84-88.
OU-YANG Li, WANG Hui, HE Yi, et al. Evaluation of uncertainty for the determination of pentachlorophenol in pork liver by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2019, 35(9): 84-88.
- [4] 卫星, 李小红, 董曼曼, 等. LC-MS/MS 法测定火锅食品中 5 种罂粟壳生物碱的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2019, 35(8): 77-82.
WEI Xing-hua, LI Xiao-hong, DONG Man-man, et al. Evaluation of the uncertainty in the determination of five opavernudicaule alkaloids from hot pot food by LC-MS/MS[J]. Food & Machinery, 2019, 35(8): 77-82.
- [5] 肖利龙, 花锦. 高效液相色谱法测定花生酱中黄曲霉素 B₁ 结果不确定度的评定[J]. 食品与机械, 2018, 34(3): 79-81.
XIAO Li-long, HUA Jin, TAN Shu, et al. Uncertainty evaluation of the determination of Aflatoxin B₁ in peanut butter by highperformance liquid chromatography[J]. Food & Machinery, 2018, 34(3): 79-81.
- [6] 黄坤, 王会霞, 范小龙, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定炒货中组胺含量的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2019, 35(8): 64-68.
HUANG Kun, WANG Hui-xia, FAN Xiao-long, et al. Uncertainty evaluation for the determination of neotame content in roasted seeds and nuts by UPLC-MS/MS method[J]. Food & Machinery, 2019, 35(8): 64-68.
- [7] 程福安, 章家岩, 冯旭刚, 等. 基于灰色模型的蔬菜农药残留量不确定度评定[J]. 食品与机械, 2019, 35(7): 98-102.
CHENG Fu-an, ZHANG Jia-yan, FENG Xu-gang, et al. Uncertainty evaluation of pesticide residues in vegetable based on gray model[J]. Food & Machinery, 2019, 35(7): 98-102.
- [8] 王赛楠, 邓迎春, 高天蓝星, 等. 液相色谱串联质谱法测定保健食品中西布曲明的不确定度[J]. 食品与机械, 2021, 36(4): 91-94.
WANG Sai-nan, DENG Ying-chun, GAO Tian-lan-xing, et al. Uncertainty evaluation for determination of sibutramine in health foods by liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2021, 36(4): 91-94.
- [9] 王志强, 叶建斌, 李栩欣, 等. 自动电位滴定法测定食用植物油过氧化值、酸值的不确定度评定[J]. 粮油食品科技, 2020, 28(6): 195-199.
WANG Zhi-qiang, YE Jian-bin, LI Xu-xin, et al. Evaluation of uncertainty in determination of peroxide value and acid value of edible vegetable oil by automatic potentiometric titration[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2020, 28(6): 195-199.
- [10] 施元旭, 张水锋, 潘项捷, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定菜籽油中乙基麦芽酚残留量的不确定度评定[J]. 中国油脂, 2021, 46(1): 141-145.
SHI Yuan-xu, ZHANG Shui-feng, PAN Xiang-jie, et al. Evaluation of uncertainty in determination of ethyl maltol residues in rapeseed oil by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. China Oils and Fats, 2021, 46(1): 141-145.
- [11] 李静, 张居舟, 余晓娟, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定豆芽中植物生长调节剂残留量的不确定度评定[J]. 食品科学, 2019, 40(10): 292-297.
LI Jing, ZHANG Ju-zhou, YU Xiao-juan, et al. Evaluation of uncertainty in determination of plant growth regulator residues in bean sprouts by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food Science, 2019, 40(10): 292-297.

(下转第 99 页)