

DOI: 10.13652/j.spjx.1003.5788.2022.80444

# 液相色谱串联质谱法测定食用油脂中天然辣椒素、二氢辣椒素和合成辣椒素的不确定度评定

Uncertainty evaluation for the determination of natural capsaicin, dihydrocapsaicin and synthetic capsaicin in edible oils and fats by LC-MS/MS

黄 辉<sup>1</sup> 廖燕芝<sup>2</sup>

HUANG Hui<sup>1</sup> LIAO Yan-zhi<sup>2</sup>

(1. 湖南省市场监督管理局缺陷产品召回服务中心, 湖南 长沙 410111;

2. 湖南省产商品质量检验研究院, 湖南 长沙 410006)

(1. Administration for Market Regulation of Hunan Province Defective Product Recall Services Center, Changsha, Hunan 410111, China; 2. Hunan Provincial Institute of Product and Goods Quality Inspection, Changsha, Hunan 410006, China)

**摘要:**目的:提高食用油脂质量鉴定结果的准确性。方法:建立食用油脂中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素含量不确定度的数学模型,对检测过程中可能引入不确定度的因素进行分析,并对各不确定度分量进行评定。结果:食用油脂中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素含量分别为 $(0.250 \pm 0.032)$ ,  $(0.123 \pm 0.015)$ ,  $(0.130 \pm 0.014) \mu\text{g}/\text{kg}$ ,  $k=2$ 。结论:该不确定度主要来源于标准曲线的线性拟合和液相色谱质谱联用仪的分析引入的不确定度。

**关键词:**液相色谱串联质谱;食用油脂;天然辣椒素;二氢辣椒素;合成辣椒素;不确定度

**Abstract:** Objective: Uncertainty assessment of the content of synthetic capsaicin, natural capsaicin and dihydrocapsaicin in edible oils and fats by liquid chromatography-mass spectrometry was carried out, and the sources of uncertainty and the key factors affecting the test results were analyzed, so as to improve the accuracy of test results. Methods: To establish a mathematical model for the uncertainty of the content of synthetic capsaicin, natural capsaicin and dihydrocapsaicin in edible oils and fats, to analyze the factors that may introduce un-

certainty in the detection process, and to evaluate each uncertainty component. Results: The contents of synthetic capsaicin, natural capsaicin and dihydrocapsaicin in edible oil were  $(0.250 \pm 0.032)$ ,  $(0.123 \pm 0.015)$ ,  $(0.130 \pm 0.014) \mu\text{g}/\text{kg}$ ,  $k=2$ . Conclusion: This uncertainty is mainly derived from the linear fitting of the standard curve and the uncertainty introduced by the analysis of liquid chromatography-mass spectrometry.

**Keywords:** LC-MS/MS; edible oil; natural capsaicin; dihydrocapsaicin; synthetic capsaicin; uncertainty

辣椒中含有天然辣椒素、二氢辣椒素、降二氢辣椒素、高二氢辣椒素、高辣椒素、诺香草胺等含辣味的同系物<sup>[1]</sup>,其中天然辣椒素和二氢辣椒素含量占其总量的90%<sup>[2-3]</sup>以上,合成辣椒素是人工合成的具有类似天然辣椒素生物学功能的化合物<sup>[4]</sup>。辣椒素类物质易溶于油脂,且在烹饪过程中具有很好的热稳定性。正常成品食用油脂不含有辣椒素类物质,烹饪辣椒和辣椒调味料后的食用油脂中常含有辣椒素类物质。因此,测定食用油脂中天然辣椒素、二氢辣椒素和合成辣椒素含量,可以鉴别食用油脂是否为餐厨废油进行加工提炼的劣质食用油脂或添加了餐厨废油的劣质食用油脂<sup>[5]</sup>。当使用检测结果作为判定依据时,必须了解检测结果的可靠性。其中常用的一个度量参数就是测量不确定度。通过评定测量结果的不确定度<sup>[6-8]</sup>可确保检测结果的可靠性和鉴定结果的科学合理性。目前有关食用油脂中3种辣椒素含量的测量结果进行不确定度评定<sup>[9-12]</sup>尚未见报道。研究拟采用

**基金项目:**湖南省市场监督管理局科技计划项目(编号:2021KJJH06)

**作者简介:**黄辉,男,湖南省市场监督管理局缺陷产品召回服务中心高级工程师,硕士。

**通信作者:**廖燕芝(1978—),女,湖南省产商品质量检验研究院研究员级高级工程师,硕士。E-mail:67718086@qq.com

**收稿日期:**2022-03-19

液相色谱串联质谱法<sup>[13]</sup>测定食用油脂天然辣椒素、二氢辣椒素和合成辣椒素含量,依据《化学分析中不确定度的评估指南》(CNAS-GL006:2019)识别测量不确定度的主要来源,并对每一个来源的不确定度进行评估,以期提高该检测结果的可靠性,为食用油脂质量的鉴定提供依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

天然辣椒素标准品:纯度 99.4%,北京曼哈格生物科技有限公司;

合成辣椒素标准品、二氢辣椒素:纯度 98.5%,北京曼哈格生物科技有限公司;

乙腈、甲醇:色谱纯,德国默克化工公司;

甲酸:色谱纯,阿拉丁试剂(上海)有限公司;

二氯甲烷、氢氧化钠、硫酸:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

食用油:市售。

### 1.2 仪器与设备

液相色谱—质谱连用仪:Agilent 6460 型,美国安捷伦科技有限公司;

电子天平:XS205DU 型,梅特勒—托利多国际贸易(上海)有限公司;

超纯水仪:Milli-Q 型,美国密理博公司;

氮吹仪:N-ECAP45 型,美国 Organomation 公司;

固相萃取装置:HSE-24B 型,天津市恒奥科技发展有限公司。

### 1.3 试验方法

1.3.1 样品处理 准确称取 1 g(精确至 0.000 1 g)食用油于 10 mL 具塞离心试管中,分别加入 1 mL 二氯甲烷和 3 mL 2% 氢氧化钠溶液,涡旋提取 10 min,10 000 r/min 离心 5 min,取上层水相;残留有机相用 3 mL 2% 氢氧化钠溶液重复提取一次,合并水相,再用稀硫酸( $V_{\text{硫酸}}:V_{\text{水}}=1:15$ )溶液调节 pH 至 2.5 后进行下一步固相萃取。分别采用 3 mL 乙腈淋洗  $C_{18}$  固相萃取小柱(规格 1 000 mg/6 mL)3 次进行活化,3 mL 纯水淋洗 2 次平衡固相萃取柱,将提取液加入 SPE 小柱,3 mL 超纯水淋洗 2 次,3 mL 乙腈洗脱 2 次,接收洗脱液。洗脱液 50 °C 水浴氮吹近干,用 1 mL A 级移液管准确移取 0.50 mL 甲醇溶解后过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜,滤液为 LC-MS/MS 待测液<sup>[12]</sup>。

#### 1.3.2 仪器条件

(1) 色谱条件:Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 3.5  $\mu\text{m}$ );流动相及梯度洗脱条件见表 1;流速 0.3 mL/min;柱温 40 °C;进样量 10.0  $\mu\text{L}$ 。

(2) 质谱条件:电喷雾离子源(ESI 源);正离子扫描;多反应监测 MRM;离子喷雾电压 4 000 V;干燥气温度

350 °C;干燥气流量 9 L/min;雾化气压力 276 kPa;化合物定量和定性离子见表 2。

表 1 流动相及梯度洗脱条件

Table 1 Mobile phase and gradient system conditions

时间/min	流动相 A	流动相 B
	(0.1%甲酸—水)	(0.1%甲酸—乙腈)
0.0	85	15
0.5	85	15
1.5	10	90
5.0	10	90
5.1	85	15
7.0	85	15

表 2 化合物定性、定量离子和质谱分析参数

Table 2 Compound qualitative, quantitative ion and mass spectrometry parameters

化合物	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	去簇电压/V	碰撞能量/eV
合成辣椒素	294.1	137.1	100	20
		170.1		8
天然辣椒素	306.2	137.1	100	25
		182.1		10
二氢辣椒素	308.1	137.1	100	20
		184.1		10

1.3.3 标准曲线的制作 分别精确称取合成辣椒素标准品 0.025 16 g,天然辣椒素标准品 0.025 40 g,二氢辣椒素标准品 0.025 39 g,于 3 个 25 mL A 级容量瓶,加入适量甲醇溶解,定容后摇匀,得到质量浓度为 1.000 mg/mL 标准储备液。分别用 1 mL A 级移液管准确移取 1.00 mL 3 种标准储备液于 100 mL 容量瓶(A 级)中,用甲醇稀释至质量浓度为 10.00  $\mu\text{g/mL}$  混合标准中间液<sup>[14]</sup>。用 1 mL A 级移液管准确移取 10.00  $\mu\text{g/mL}$  混合标准工作液 0.10 mL 于 100 mL 容量瓶,用甲醇稀释成质量浓度为 1 000 ng/mL 混合标准使用液。用 1 mL A 级移液管分别准确移取 10.00 ng/mL 混合标准使用液,配制成 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00, 10.00 ng/mL 系列混合标准工作液,过 0.22  $\mu\text{m}$  尼龙膜,供液 LC-MS/MS 测定。

## 2 试验与结果

### 2.1 数学模型

按式(1)计算辣椒油中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素含量。

$$X = \frac{(c - c_0) \times v \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \times \frac{1}{R_{\text{cc}}}, \quad (1)$$

式中:

X——试样中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒

素含量,  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;

$v$ ——试样定容体积, mL;

$c$ ——测定试液中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素的质量浓度,  $\text{ng}/\text{mL}$ ;

$c_0$ ——空白试液中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素的质量浓度,  $\text{ng}/\text{mL}$ ;

$m$ ——试样质量, g;

$\frac{1}{R_{\text{ec}}}$ ——加标回收率校正因子, %;

1 000——单位换算系数;

$f$ ——稀释倍数。

### 2.2 测量不确定度来源分析

由检测过程和数学模型可知,食用油脂中辣椒素类物质含量测定的不确定度来源主要包括标准物质的纯度和称量、混合标准工作液的配制和稀释、标准曲线的拟合、样品的称量和定容、仪器的测定,以及检测回收率和测量重复性<sup>[15]</sup>。

### 2.3 测量不确定度分量的评定

2.3.1 标准物质纯度引入的不确定度 查阅标准物质证书可得到标准品的纯度  $P$ 、扩展不确定度  $U$  和分布因子  $k$ ,则各标准物质引入的不确定度为:  $u_{\text{rel}}(p) = \frac{U}{k \times p}$ ,结果见表 3。

表 3 标准物质纯度引入的相对不确定度

Table 3 Uncertainty introduced by each measuring tool

标准品	纯度 $P/\%$	扩展不确定度 $U/\%$	$k$	$u_{\text{rel}}(p)$
合成辣椒素	98.5	$\pm 2.0$	2	0.010
天然辣椒素	99.4	$\pm 2.0$	2	0.010
二氢辣椒素	98.5	$\pm 2.0$	2	0.010

2.3.2 标准物质称量引入的不确定度 由称量标准物质的天平的检定证书可知,该天平的最大允差为  $\pm 0.000\ 05\ \text{g}$ ,  $k = 2$ ,则称取标准品引入的相对标准不确定度:  $u_{\text{rel}}(m_1) = \frac{\alpha}{k \times m}$ ,结果见表 4。

### 2.3.3 混合标准工作液配制和稀释引入的不确定度

(1) 标准储备液定容引入的不确定度:配制标准储备液需要使用 25 mL A 级容量瓶 3 个,该过程引入的不确定度来源于容量瓶的校准和温度,根据《常用玻璃量器》

表 4 标准物质称量引入的相对不确定度

Table 4 Uncertainty introduced by each measuring tool

标准品	最大允差/g	质量/g	$k$	$u_{\text{rel}}(m_1)$
合成辣椒素	0.000 05	0.025 16	2	0.000 99
天然辣椒素	0.000 05	0.025 40	2	0.000 98
二氢辣椒素	0.000 05	0.025 39	2	0.000 98

(JJG 196—2006)的规定,25 mL A 级单标线容量瓶在 20 °C 时容量允差为  $\pm 0.03\ \text{mL}$ ,取均匀分布  $k = \sqrt{3}$ ,则容量瓶的校准引入定容的不确定度  $u(v_{t1}) = \frac{\alpha}{k} = \frac{0.03}{\sqrt{3}} =$

0.017。标准储备液用甲醇定容,20 °C 时甲醇的膨胀系数为  $1.18 \times 10^{-3}\ \text{°C}^{-1}$ ,实验室温度为  $(20 \pm 5)\ \text{°C}$ ,假设包含因子  $k = \sqrt{3}$ ,则温度引入定容的不确定度  $u(v_{d1}) = \frac{\alpha}{k} = \frac{25 \times 1.18 \times 10^{-3} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.085$ 。因此,标准储备液配制过程

中引入的合成不确定度  $u(v) = \sqrt{u_{\text{rel}}(v_{t1})^2 + u_{\text{rel}}(v_{d1})^2} = \sqrt{0.017^2 + 0.085^2} = 0.087$ ,相对不确定度为  $u_{\text{rel}}(v_1) = \frac{u(v)}{v_d} = \frac{0.087}{25} = 0.003\ 5$ 。

(2) 配制混合标准工作液引入的不确定度:配制混合标准中间液、混合标准工作液过程中,使用 1 mL A 级移液管 6 根,5 mL A 级移液管 2 根,10 mL 容量瓶 6 个,100 mL 容量瓶 2 个,量具引入的相对不确定度计算方法同 2.3.3(1),结果见表 5。

表 5 各量具引入的不确定度

Table 5 Uncertainty introduced by each measuring tool

量具	容量允差/mL	容量允差引入的标准不确定度	温度引入的相对不确定度	量具引入的相对不确定度
1 mL 移液管	$\pm 0.008\ 0$	0.004 6	0.003 4	0.005 7
5 mL 移液管	$\pm 0.025$	0.029	0.017	0.006 7
10 mL 容量瓶	$\pm 0.020$	0.012	0.034	0.003 6
25 mL 容量瓶	$\pm 0.030$	0.017	0.085	0.003 5
100 mL 容量瓶	$\pm 0.10$	0.017	0.34	0.003 4

配制混合标准中间液和混合标准工作液产生的不确定度为:  $u_{\text{rel}}(v_2) = \sqrt{6 \times 0.005\ 7^2 + 2 \times 0.006\ 7^2 + 2 \times 0.003\ 4^2 + 6 \times 0.003\ 6^2} = 0.020$ 。

混合标准工作液配制引入的相对合成不确定度为:  $u_{\text{rel}}(v_5) = \sqrt{u_{\text{rel}}(v_1)^2 + u_{\text{rel}}(v_2)^2} = \sqrt{0.003\ 5^2 + 0.020^2} = 0.020$ 。

2.3.4 标准曲线拟合引入的不确定度 混合标准工作液系列质量浓度分别为 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00, 10.00  $\text{ng}/\text{mL}$ ,对混合标准工作液的每个浓度点重复测定 3 次,用最小二乘法对混合标准工作液的浓度与峰面积进行拟合,得到线性回归方程,通过式(2)计算残差标准差  $s$ ,再按式(3)计算拟合标准曲线得出标准不确定度,结果见表 6。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (A_j - B_0 - B_1 C_j)^2}{n - 2}}, \quad (2)$$

表 6 线性回归方程

Table 6 Linear regression equation

化合物	线性回归方程	相关系数 $R^2$	$s$	$u_{rel}(S)$
合成辣椒素	$y=1\ 001.4x-179.5$	0.999 8	90.6	0.042
天然辣椒素	$y=987.0x-511.9$	0.999 8	97.6	0.046
二氢辣椒素	$y=8\ 659.x-2\ 689$	0.999 9	63.9	0.033

$$u_{rel}(s) = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}}, \quad (3)$$

式中:

- $A_j$ ——第  $i$  个标准溶液的第  $j$  次计数值;
- $B_1$ ——线性方程的斜率;
- $B_0$ ——线性方程截距;
- $C_i$ ——第  $i$  个标准溶液的质量浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;
- $C_0$ ——样品的平均质量浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;
- $\bar{C}$ ——标准工作液的平均质量浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;
- $u_{rel}(s)$ ——标准曲线引入的标准不确定度;
- $S$ ——工作液峰面积残差的标准差;
- $P$ ——样品溶液的测量次数, 7;
- $n$ ——标准溶液的测量次数, 21。

2.3.5 样品称量引入的不确定度 准确称取 7 份 1.0 g 的样品, 7 份样品的平均质量为 1.010 02 g, 称量天平引入的不确定度计算过程同 2.3.2, 则样品称量引入的相对不

确定度  $u_{rel}(m_2) = \frac{\alpha}{k \times m} = \frac{0.000\ 05}{2 \times 1.010\ 02} = 0.000\ 025$ 。

2.3.6 样品待测液定容引入的不确定度 样品提取净化液氮吹近干, 用 1 mL A 级移液管准确移取 0.50 mL 甲醇溶解, 得到样品待测液。20 °C 时甲醇的膨胀系数为

$1.18 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 计算过程同 2.3.3(3), 则样品待测液定容引入的不确定度为  $u_{rel}(v_6) = 0.005\ 7$ 。

2.3.7 仪器测定引入的不确定度 根据检测使用的 Agilent 6460 液相色谱串联质谱仪的校准证书, 该仪器扩展不确定度为 6% ( $k=2$ ), 则仪器测定引入的不确定度  $u_{rel}(H) = \frac{6\%}{2} = 0.030$ 。

2.3.8 重复测定样品引入的不确定度 取加标样品重复检测 7 次 ( $n=7$ ), 则重复测定样品引入的标准偏差和相对标准不确定度见表 7。

2.3.9 样品回收率引入的相对不确定度 对空白试样进行加标试验 ( $n=7$ ), 天然辣椒素添加量为 0.225  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 合成辣椒素添加量为 0.45  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 二氢辣椒素添加量为 0.225  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 则样品回收率引入的标准偏差和相对标准不确定度见表 8。

试验方法进行了 7 次加标回收测定试验 ( $n=7$ ), 取 95% 置信区间, 自由度 ( $n-1$ ) 为 6, 查阅《测量不确定度评定与表示》(JJF1059.1—2012) 附录 B, 得到  $t_{crit,6} = 2.45$ 。

试验中  $t$  显著性检测  $t = \frac{|1 - \overline{R_{ec}}|}{u(R_{ec})}$ , 计算得出合成辣椒素  $t=9.3$ , 天然辣椒素  $t=5.4$ , 二氢辣椒素  $t=7.3$ , 因此, 回收率  $R$  与 1 有显著性差异, 计算含量需要使用加标回收率校正因子。

使用加标回收率校正因子后, 测定食用油中合成辣椒素含量  $X = 0.215/0.86 = 0.250$ , 天然辣椒素含量  $X = 0.116/0.946 = 0.123$ , 二氢辣椒素含量  $X = 0.115/0.883 = 0.130$ 。

2.3.10 合成相对标准不确定度 合成上述各不确定度分量得到相对合成不确定度, 该测量误差的分布类型属正态分布, 在置信水平为 95% 时, 取  $k=2$ , 故扩展不确定度  $U = u_{rel} \times k \times X$  计算得出扩展不确定度见表 9。

表 7 重复测定引入的不确定度

Table 7 Uncertainty introduced by repeated determination

化合物	含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$							平均值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$	标准偏 差/%	$u_{rel}(X)$
	1	2	3	4	5	6	7			
合成辣椒素	0.224	0.225	0.230	0.220	0.214	0.207	0.196	0.215	0.012	0.022
天然辣椒素	0.117	0.116	0.119	0.115	0.116	0.115	0.116	0.116	0.001 5	0.005 0
二氢辣椒素	0.119	0.117	0.119	0.117	0.116	0.116	0.100	0.115	0.003 6	0.012

表 8 样品回收率引入的不确定度

Table 8 Uncertainty introduced by sample recovery

化合物	回收率/%							平均值/%	标准偏 差/%	$u_{rel}(\overline{R_{ev}})$
	1	2	3	4	5	6	7			
合成辣椒素	84.1	83.7	90.0	87.6	89.2	87.1	80.2	86.0	3.5	0.015
天然辣椒素	90.7	95.8	95.5	98.9	92.5	93.9	95.0	94.6	2.6	0.010
二氢辣椒素	83.0	88.6	92.8	92.3	88.8	88.8	84.0	88.3	3.7	0.016

表 9 不确定度评定

Table 9 Uncertainty introduced by sample recovery

化合物	各分量的相对不确定度									相对合成 不确定度	扩展不 确定度
	$u_{rel}(P)$	$u_{rel}(m_1)$	$u_{rel}(v_5)$	$u_{rel}(S)$	$u_{rel}(m_2)$	$u_{rel}(v_6)$	$u_{rel}(H)$	$u_{rel}(X)$	$u_{rel}(\overline{R_{ev}})$		
合成辣椒素	0.010	0.000 99	0.020	0.042	0.000 025	0.005 7	0.030	0.022	0.015	0.063	0.032
天然辣椒素	0.010	0.000 98	0.020	0.046	0.000 025	0.005 7	0.030	0.005 0	0.010	0.061	0.015
二氢辣椒素	0.010	0.000 98	0.020	0.033	0.000 025	0.005 7	0.030	0.012	0.016	0.054	0.014

液相色谱串联质谱法测定油脂中辣椒素类含量测定结果表示为:合成辣椒素含量(0.250±0.032) μg/kg,天然辣椒素含量(0.123±0.015) μg/kg,二氢辣椒素含量(0.130±0.014) μg/kg,  $k=2$ 。

### 3 结论

通过建立数学模型,对液相色谱-质谱联用法测定食用油脂中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素可能引入的不确定度分量进行了评定。从评定结果可知,测定过程中不确定度的主要来源于标准曲线拟合和仪器测定,因此,在实际检测中可以通过优化标准曲线的配制,定期对测定仪器进行维护保养,减小测量结果的不确定度,从而提高检测结果的准确度,该评定方法可为液相色谱质谱联用法测定食用油脂中合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素含量的测量及结果判定提供参考。今后需要进一步提高检验人员试验操作水平、定期对测定仪器进行维护,期间核查和检定以提高仪器的稳定性和精密度,从而减小测定结果的不确定度。

### 参考文献

[1] 徐永平,王黎,金礼吉,等. 辣椒辣椒素的研究和应用[J]. 大连教育学院学报, 2009, 25(2): 65-67.  
XU Yong-ping, WANG Li, JIN Li-ji, et al. Research and application of capsaicin[J]. Journal of Dalian Institute of Education, 2009, 25(2): 65-67.

[2] 徐彦辉,刘燕,丁磊. GPC-HPLC-MS/MS 法测定食用油中天然辣椒素、二氢辣椒素和合成辣椒素含量[J]. 化学分析计量, 2016, 25(5): 72-76.  
XU Yan-hui, LIU Yan, DING Lei. Determination of capsaicin, dihydrocapsaicin and nonivamide in edible oil by GPC-HPLC-MS/MS[J]. Chemical Analysis Metrology, 2016, 25(5): 72-76.

[3] 刘立业,钟方丽,姜大伟,等. HPLC 法测定辣椒红色素中辣椒素及二氢辣椒素含[J]. 吉林化工学院学报, 2015, 32(8): 1-3.  
LIU Li-ye, ZHONG Fang-li, LOU Da-wei, et al. Preparation of ether polycarboxylic superplasticizer[J]. Journal of Jilin Institute of Chemical Technology, 2015, 32(8): 1-3.

[4] 郭凌燕,蔡玉刚,黄海涛. GC-MS 法检验辣椒制品中的合成辣椒素[J]. 广东公安科技, 2019, 27(2): 45-46.  
GUO Ling-yan, CAI Yu-gang, HUANG Hai-tao. Determination of

synthetic capsaicin in pepper products by GC-MS[J]. Guangdong Public Security Technology, 2019, 27(2): 45-46.

[5] 管卓龙. “地沟油”鉴别技术[J]. 现代食品, 2016(19): 68-71.  
GUAN Zhuo-long. "Waste oil" identification technology[J]. Modern Food, 2016(19): 68-71.

[6] 中国合格评定国家认可委员会. 测量不确定度的要求: CNAS-CL01-G003: 2021[S]. 北京: 中国质检出版社, 2021: 2-7.  
China National Accreditation Committee for Conformity Assessment. Requirements for measurement uncertainty: J CNAS-CL01-G003: 2021[S]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2021: 2-7.

[7] 中国合格评定国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南: CNAS-GL006: 2019[S]. 北京: 中国质检出版社, 2019: 1-139.  
China National Accreditation Committee for Conformity Assessment. Guide for the assessment of uncertainty in chemical analysis: CNAS-GL006: 2019[S]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2019: 1-139.

[8] 国家质量监督检验检疫总局. 测量不确定度评定与表示: JJF 1059.1—2012[S]. 北京: 中国质检出版社, 2012: 1-56.  
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine. Evaluation and expression of measurement uncertainty: JJF 1059.1—2012[S]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2012: 1-56.

[9] 周探春,汪辉,崔晓娇,等. HPLC-ICP-MS 法测定毛毛鱼中无机砷的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2020, 36(2): 80-83.  
ZHOU Tan-chun, WANG Hui, CUI Xiao-jiao, et al. Uncertainty evaluation of determination of inorganic arsenic in hairy fish by HPLC-ICP-MS[J]. Food & Machinery, 2020, 36(2): 80-83.

[10] 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.  
OUYANG Li, WANG Hui, HE Yi, et al. Evaluation of uncertainty for the determination of pentachlorophenol in pork liver by ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2019, 35(9): 84-88.

[11] 黄志芬,罗小宝,韩慧燕,等. 分光光度法测定乳粉中胆碱含量的不确定度评定[J]. 现代食品, 2016(10): 104-108.  
HUANG Zhi-fen, LUO Xiao-bao, HAN Hui-yan, et al. Evaluation of uncertainty in the determination of choline in milk powder by spectrophotometry[J]. Modern Food, 2016(10): 104-108.

(下转第 114 页)