

液相色谱-串联质谱法检测牛肉中 苯乙醇胺 A 残留量不确定度评定

倪永付^{1*}, 王志宏², 白翔¹, 王登远³, 王勇¹

(1. 济宁海关综合技术服务中心, 济宁 272000;

2. 龙口海关综合技术服务中心, 龙口 265700;

3. 金乡县检验检测中心, 金乡 272200)

摘要: **目的** 对液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留测量不确定度进行分析并评定。**方法** 通过分析检测过程和数学模型, 确定苯乙醇胺 A 残留量的不确定度主要来源: 检测设备带来的不确定度、标准品和样品称量带来的不确定度、实验室温度带来的不确定度、移取及定容体积带来的不确定度、样品前处理带来的不确定度、实验重复性带来的不确定度。**结果** 计算给出了各分量测量不确定度, 并合成液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量相对标准不确定度 $u_{rel}=0.11$, 测定结果的扩展不确定度 $U(X)=0.11 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量检测结果: $X=(0.51\pm 0.11) \mu\text{g}/\text{kg}$, $k=2$ 。**结论** 检测设备对苯乙醇胺 A 残留量测量不确定度影响最大, 样品前处理、实验重复性、移取及定容体积次之, 日常检测中应重点关注仪器设备状况, 及时进行核查与校准, 规范实验过程、移取与定容操作, 尽量减小上述因素对测量不确定度的影响。**关键词:** 液相色谱-串联质谱法; 牛肉; 苯乙醇胺 A; 不确定度

Uncertainty evaluation in measuring phenylethanolamine A in beef by liquid chromatography tandem mass spectrometry

NI Yong-Fu^{1*}, WANG Zhi-Hong², BAI Xiang¹, WANG Deng-Yuan³, WANG Yong¹

(1. Comprehensive Technical Service Center of Jining Customs, Jining 272000, China;

2. Comprehensive Technical Service Center of Longkou Customs, Longkou 265700, China;

3. Inspection and Testing Center of Jinxiang County, Jinxiang 272200, China)

ABSTRACT: Objective Analyze and evaluate the measurement uncertainty of phenylethanolamine A residue in beef using liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Methods** By analyzing the detection process and mathematical model, the main sources of uncertainty in the residual amount of phenylethanolamine A are determined: uncertainty caused by detection equipment, uncertainty caused by standard and sample weighing, uncertainty caused by laboratory temperature, uncertainty caused by transfer and constant volume, uncertainty caused by sample pretreatment, and uncertainty caused by experimental repeatability. **Results** The measurement uncertainty of each component was calculated and the relative standard uncertainty ($u_{rel}=0.11$) was synthesized for the detection of phenylethanolamine A residue in beef by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. The expanded uncertainty of the determination results was $U(X)=0.11 \mu\text{g}/\text{kg}$. The detection result of measuring phenylethanolamine A in beef by liquid chromatography tandem mass spectrometry was: $X=(0.51\pm 0.11) \mu\text{g}/\text{kg}$, $k=2$. **Conclusion** The detection equipment had the greatest impact on the measurement uncertainty of phenylethanolamine A residue, followed by sample pre-treatment, experimental repeatability, and transfer and constant volume. In daily testing, attention should be paid to the condition of the instruments and equipment, timely verification and calibration should be carried out, the experimental process, transfer and constant volume operation should be standardized, so that to minimize the impact of the above factors on measurement uncertainty as much as possible.

KEY WORDS: liquid chromatography tandem mass spectrometry; beef; phenylethanolamine A; uncertainty

*通信作者: 倪永付, 硕士, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测。E-mail: niyongfu@126.com

*Corresponding author: NI Yong-Fu, Master, Senior Engineer, Comprehensive Technical Service Center of Jining Customs, Jining 272000, China. E-mail: niyongfu@126.com

0 引言

苯乙醇胺 A 属于 β -受体激动剂类药物^[1-3], 是一种新型营养重分配剂^[4], 具有与克伦特罗相同的效果。农业部曾发布公告, 禁止在饲料和动物饮水中使用苯乙醇胺 A^[5]。关于饲料、动物尿液中苯乙醇胺 A 的检测标准主要有农业部公告^[6-7]、农业行业标准^[8], 目前文献报道的主要检测方法是液相色谱-串联质谱法^[9-11], 《测量不确定度的要求(CNAS-CL01-G003:2021)》^[12]规定实验室应评定和应用测量不确定度, 并建立维护测量不确定度有效性的机制。目前关于液相色谱串联质谱法检测苯乙醇胺 A 残留量不确定度评定的文献未见报道, 本文根据《测量不确定度评定和表示(GB/T 27418)》^[13]、《测量不确定度评定与表示(JJF 1059.1-2012)》^[14]、《食品安全检测实验室测量不确定度的评定与应用》^[15]对液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量不确定度评定进行了评定, 得出了各分量的相对标准不确定度并进行了合成, 计算给出了扩展不确定度。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

美国 Agilent 公司 1290-6460 液相色谱-串联质谱仪; 配有电喷雾离子源(ESI); 日本 Hitachi 公司 CR22GIII型冷冻离心机(转速 ≥ 9000 r/min); 德国 IKA 公司 GM200 型研磨仪; 美国 Organomation Associates 公司氮吹浓缩装置; 德国 IKA 公司涡旋混匀器; 美国 Waters 公司固相萃取装置。

甲醇(赛默飞世尔科技(中国)有限公司, 色谱纯)、甲酸(天津市光复精细化工研究所, 色谱纯)、乙酸乙酯(天津市光复精细化工研究所, 色谱纯)、正己烷(天津市科密欧化学试剂有限公司, 色谱纯); 乙酸铵(天津市光复科技发展有限公司, 分析纯)、氨水(天津市科密欧化学试剂有限公司, 分析纯)、冰乙酸(天津市光复科技发展有限公司, 分析纯); β -葡萄糖醛酸酶/芳基硫酸酯酶(上海安谱实验科技有限公司, β -葡萄糖醛酸酶活性 > 100000 units/mL, 芳基硫酸酯酶活性 < 20000 units/mL); MCX 固相萃取柱: (上海安谱实验科技有限公司, 60 mg, 3 mL)。苯乙醇胺 A 标准品(CAS: 1346746-81-3), 纯度大于 98.0%; 苯乙醇胺 A-D₃ 标准品(CAS: 2507994-61-6), 纯度大于 98.9%。外标及内标购自上海安谱实验科技有限公司。

1.2 方法概述

1.2.1 提取

于 50 mL 离心管中称取 5 g (± 0.01 g) 样品, 加 10 $\mu\text{g/L}$ 苯乙醇胺 A-D₃ 内标工作液 200 μL , 然后加入 2 mol/L 乙酸

铵缓冲溶液 20 mL, 均质 1 min 后, 加入 β -葡萄糖醛酸酶/芳基硫酸酯酶 40 μL , 充分振荡混匀。在 37°C 水浴振荡条件下酶解 16 h, 然后在 4°C、9000 r/min 条件下离心 5 min, 收集上清液于 15 mL 离心管中, 加入 20 mL 正己烷, 振荡混匀。离心后弃去正己烷层, 待净化。

1.2.2 净化

依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水对 MCX 小柱进行预处理, 将上清液加载在 MCX 小柱上, 再依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇-水(50+50)溶液洗柱, 弃去淋洗液; 真空抽干 MCX 小柱 1 min, 用 5 mL 氨水-甲醇(1+19)进行洗脱, 收集洗脱液。洗脱液在 45°C 下氮气吹干, 准确加入 1.0 mL 0.1% 甲酸溶液溶解残渣, 超声混匀, 将溶解液通过 0.22 μm 有机相滤膜, 进液相色谱-串联质谱检测。

2 结果与分析

2.1 数学模型

牛肉中苯乙醇胺 A 残留量计算公式为 $X = \frac{C \times C_i \times A \times A_{si} \times V}{C_{si} \times A_i \times A_s \times W} \times \frac{1000}{1000}$, 式中 C、A、V、W 分别代表浓度、峰面积、体积、质量, 峰面积引入的不确定度可以纳入到浓度中进行综合评定, 本文评定液相色谱-串联质谱法测定牛肉中苯乙醇胺 A 残留量不确定度的数学模型见式(1)。

$$X = \frac{C \times V}{m} \times f_{\text{rep}} \quad (1)$$

式中: X 表示试样中待测组分残留量($\mu\text{g/kg}$), C 表示标准工作溶液的浓度($\mu\text{g/L}$), V 表示样品定容体积(mL), m 表示样品称样量(g), f_{rep} 表示测量重复性校正因子。

由于 C、V、m、 f_{rep} 互不相关, 因而可根据式(2)计算液相色谱-串联质谱法测定牛肉中苯乙醇胺 A 残留量的不确定度:

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(f_{\text{rep}})} \quad (2)$$

2.2 不确定度来源

从检测过程和数学模型分析, 苯乙醇胺 A 残留量的不确定度来源主要包括: 检测设备带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(1)$ 、标准品和样品称量带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(2)$ 、实验室温度带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(3)$ 、移取及定容体积带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(4)$ 、样品前处理带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(5)$ 、实验重复性带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(6)$ 。故可根据式(3)计算苯乙醇胺 A 残留量的不确定度:

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(1) + u_{\text{rel}}^2(2) + u_{\text{rel}}^2(3) + u_{\text{rel}}^2(4) + u_{\text{rel}}^2(5) + u_{\text{rel}}^2(6)} \quad (3)$$

2.3 各分量标准不确定度评定

2.3.1 检测设备引入的不确定度

根据校准证书查得, 仪器的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(1)=10\%$, $k=2$ 。

2.3.2 标准品和样品称量带来的不确定度

使用万分之一天平称量标准品, 苯乙醇胺 A 称样量为 100.0 mg, 苯乙醇胺 A-D3 称样量为 50.0 mg, 称量精确至 0.1 mg。天平说明书给出的最小分度值为 $d=0.1\text{ mg}$, 区间半宽度 $a=0.5d=0.05\text{ mg}$, 服从均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 故由标准品称量导致的相对标准不确定度分别为:

$$u_{\text{rel}}(m_{\text{标}}) = \frac{a}{k \times m_{\text{标}}} = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 100.0} = 0.000289, \quad u_{\text{rel}}(m_{\text{样}}) = \frac{a}{k \times m_{\text{样}}} = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 50.0} = 0.000577;$$

称量样品过程中使用百分之一的天平, 样品的称样量为 5.00 (± 0.01) g。天平说明书给出的最小分度值为 $d=0.01\text{ g}$, 区间半宽度 $a=0.5d=0.005\text{ g}$, 服从均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 称量样品过程导致的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(m_{\text{外}}) = \frac{a}{k \times m_{\text{外}}} = \frac{0.005}{\sqrt{3} \times 5.00} = 0.000577。由于 $u_{\text{rel}}(m_{\text{外}})$ 、 $u_{\text{rel}}(m_{\text{内}})$ 、$$

$u_{\text{rel}}(m_{\text{样}})$ 互不相关, 故标准品和样品称量的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(2) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m_{\text{标}}) + u_{\text{rel}}^2(m_{\text{样}}) + u_{\text{rel}}^2(m_{\text{外}})} = \sqrt{0.000289^2 + 0.000577^2 + 0.000577^2} = 0.000866。$

2.3.3 实验室温度带来的不确定度

实验中使用甲醇配制及稀释标准品, 实验室的温度变化范围 (20 ± 5) °C, 甲醇的体积膨胀系数为 $1.1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (大于玻璃的膨胀系数)。苯乙醇胺 A 配制及稀释分别使用 100、50、10 mL 容量瓶, 苯乙醇胺 A 配制及稀释分别使用 50、50、10 mL 容量瓶, 对于 10、50、100 mL 容量瓶由温度效应产生的体积变化分别为 $\pm(10 \times 5 \times 1.1 \times 10^{-3}) = \pm 0.055\text{ mL}$ 、 $\pm(50 \times 5 \times 1.1 \times 10^{-3}) = \pm 0.275\text{ mL}$ 、 $\pm(100 \times 5 \times 1.1 \times 10^{-3}) = \pm 0.550\text{ mL}$, 服从均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 由此带来的相对标准不确定度分别为

$$u_{\text{rel}}(V_{10}) = \frac{a(V_{10})}{k \times V_{10}} = \frac{0.055}{\sqrt{3} \times 10} = 0.00318, \quad u_{\text{rel}}(V_{50}) = \frac{a(V_{50})}{k \times V_{50}} = \frac{0.275}{\sqrt{3} \times 50} = 0.00318, \quad u_{\text{rel}}(V_{100}) = \frac{a(V_{100})}{k \times V_{100}} = \frac{0.550}{\sqrt{3} \times 100} = 0.00318。$$

不确定度分量 $u_{\text{rel}}(V_{10})$ 、 $u_{\text{rel}}(V_{50})$ 、 $u_{\text{rel}}(V_{100})$ 互不相关, 因此实验室温度波动带来的相对标准不确定度为

$$u_{\text{rel}}(3) = \sqrt{2 \times u_{\text{rel}}^2(V_{10}) + 3 \times u_{\text{rel}}^2(V_{50}) + u_{\text{rel}}^2(V_{100})} = \sqrt{6 \times 0.00318^2} = 0.00779。$$

2.3.4 移取及定容体积带来的不确定度

标准品配制使用了 10、50、100 mL 容量瓶, 所使用的均为 A 级容量瓶。根据 JJG 196-2006^[16], 20°C 时的容量允差分别为 $\pm 0.020\text{ mL}$ 、 $\pm 0.050\text{ mL}$ 、 $\pm 0.10\text{ mL}$, 服从三角分布, 取 $k=\sqrt{6}$, 区间半宽度 $a(V_{10})=0.020\text{ mL}$ 、 $a(V_{50})=0.050\text{ mL}$ 、 $a(V_{100})=0.10\text{ mL}$ 。故容量瓶体积导致的相对标准不确定度分别为 $u_{\text{rel}}(V_{10}) = \frac{a(V_{10})}{k \times V_{10}} = \frac{0.020}{\sqrt{6} \times 10} = 0.000817$ 、

$$u_{\text{rel}}(V_{50}) = \frac{a(V_{50})}{k \times V_{50}} = \frac{0.050}{\sqrt{6} \times 50} = 0.000408、$$

$u_{\text{rel}}(V_{100}) = \frac{a(V_{100})}{k \times V_{100}} = \frac{0.10}{\sqrt{6} \times 100} = 0.000408$ 。容量瓶体积带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{10})$ 、 $u_{\text{rel}}(V_{50})$ 、 $u_{\text{rel}}(V_{100})$ 互不相关, 所以苯乙醇胺 A 标准品配制所使用的容量瓶带来的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{容}}) = \sqrt{2 \times u_{\text{rel}}^2(V_{10}) + 3 \times u_{\text{rel}}^2(V_{50}) + u_{\text{rel}}^2(V_{100})} = \sqrt{2 \times 0.000817^2 + 4 \times 0.000408^2} = 0.00141。$$

标准品转移及样品定容时使用 50 μL 移液枪 2 次、1000 μL 移液枪 3 次。50 μL 、1000 μL 移液枪容量允差分别为 $\pm 1.5\text{ }\mu\text{L}$ 、 $\pm 10\text{ }\mu\text{L}$, 服从均匀分布, $k=\sqrt{3}$, 由 50 μL 、1000 μL 移液枪单次带来的相对标准不确定度分别为

$$u_{\text{rel}}(V_{50}) = \frac{a(V_{50})}{k \times V_{50}} = \frac{1.5}{\sqrt{3} \times 50} = 0.0173, \quad u_{\text{rel}}(V_{1000}) = \frac{a(V_{1000})}{k \times V_{1000}} = \frac{10}{\sqrt{3} \times 1000} = 0.00577,$$

因此移液枪使用带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{枪}}) = \sqrt{2 \times u_{\text{rel}}^2(V_{50}) + 3 \times u_{\text{rel}}^2(V_{1000})} = \sqrt{2 \times 0.0173^2 + 3 \times 0.00577^2} = 0.0264。$

容量瓶体积带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{容}})$ 与移液枪体积带来的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{枪}})$ 互不相关, 故移取、定容带来的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(4) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{\text{容}}) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{枪}})} = \sqrt{0.00141^2 + 0.0264^2} = 0.0264。$

2.3.5 样品前处理带来的不确定度

样品前处理的不确定度受多个因素影响, 如萃取、干燥、净化、浓缩等步骤, 如果每个步骤都进行评定难度较大, 且有可能造成重复评定, 而回收率能很好地反映样品前处理过程各环节的影响, 本文采用回收率数据对样品前处理过程导致的不确定度进行评定。添加回收率 6 次测定结果分别为: 107.02%、102.80%、112.38%、95.76%、93.38%、98.92%, 平均添加回收率为 $\bar{R}=101.71\%$,

$u(\bar{R}) = s(\bar{R}) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2} = 7.15\%$ 。采用多次测定结果的算术平均值作为最佳估计值, 则样品前处理带来的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(5) = \frac{1}{\sqrt{n}} \times \frac{u(\bar{R})}{\bar{R}} \times 100\% = \frac{1}{\sqrt{6}} \times \frac{7.15\%}{101.71\%} \times 100\% = 0.0287。$$

2.3.6 实验重复性带来的不确定度

实验中 6 次平行测定结果为 0.54、0.51、0.56、0.48、0.47、0.49 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 平均值 $\bar{X} = \sum_{i=1}^n X_i = 0.51\text{ }\mu\text{g}/\text{kg}$, 单次测量的

标准不确定度 $u_{\text{rel}}(X) = s(X) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} = 0.0354\text{ }\mu\text{g}/\text{kg}$, 测定结果的

标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(\bar{X}) = s(\bar{X}) = \frac{s(X)}{\sqrt{n}} = \frac{0.0354}{\sqrt{6}} = 0.0145\text{ }\mu\text{g}/\text{kg}$, 因此, 实验重复性引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(6) = \frac{u_{\text{rel}}(\bar{X})}{\bar{X}} = \frac{0.0145}{0.51} = 0.0284。$

为确定计算结果是否采用回收率校正因子, 采用 t-检验 ($t = \frac{100\% - \bar{R}}{u(\bar{R})}$) 对平均回收率进行显著性检验, 当

$t \geq t_{95}(5)$ (临界值, 2.57) 时, 结果需要用回收率校正; 当 $t < t_{95}(5)$ 时, 则不必用回收率校正最终结果。

$t = \frac{|100\% - 101.71\%|}{7.15\%} = 0.24 < 2.57$, 由于 $t < t_{95}(5)$, 故不必用回收率校正检测结果。

2.4 总标准不确定度

2.4.1 合成相对标准不确定度

根据以上计算得到的各分量不确定度, 合成液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量相对标准不确定度:

$$u_{rel} = \sqrt{u_{rel}^2(1) + u_{rel}^2(2) + u_{rel}^2(3) + u_{rel}^2(4) + u_{rel}^2(5) + u_{rel}^2(6)}$$

$$= \sqrt{0.1^2 + 0.000866^2 + 0.00779^2 + 0.0264^2 + 0.0287^2 + 0.0284^2} = 0.11^\circ$$

2.4.2 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ (置信概率 $p=95\%$), 则牛肉中苯乙醇胺 A 残留量检测结果的相对扩展不确定度

$$U_{rel} = k \times u_{rel} = 2 \times 0.11 = 0.22$$

$$U(X) = 0.22 \times 0.51 = 0.11 \mu\text{g}/\text{kg}$$

2.5 结果报告

液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量检测结果: $X = (0.51 \pm 0.11) \mu\text{g}/\text{kg}$, $k = 2^\circ$

3 结论

本文分析了液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留量的不确定度, 通过计算给出了合成相对标准不确定度 $u_{rel}=0.11$ 及扩展不确定度 $U(X)=0.11 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。从评定结果可以看出, 不确定度各分量贡献大小依次是检测设备带来的不确定度 $u_{rel}(1)$ 、样品前处理带来的不确定度 $u_{rel}(5)$ 、实验重复性带来的不确定度 $u_{rel}(6)$ 、移取及定容体积带来的不确定度 $u_{rel}(4)$ 、实验室温度带来的不确定度 $u_{rel}(3)$ 、标准品和样品称量带来的不确定度 $u_{rel}(2)$ 。其中, 检测设备对苯乙醇胺 A 残留量测量不确定度影响最大, 其次是样品前处理、实验重复性、移取及定容体积, 实验室温度、标准品和样品称量对测量不确定度的影响较小, 可以忽略不计。因此, 在液相色谱-串联质谱法检测牛肉中苯乙醇胺 A 残留的日常操作中, 应重点关注仪器设备状况, 及时进行核查与校准, 规范实验过程、移取与定容操作, 尽量减小上述因素对测量不确定度的影响。

参考文献

[1] 项自来, 王玲, 夏苏干, 等. 苯乙醇胺 A 单克隆抗体的研制及 ELISA 检测方法的建立[J]. 《中国畜牧兽医》, 2019, 46(3):

849-857.

- [2] 姜丹妮. 苯乙醇胺 A 和沙丁胺醇单克隆抗体的制备及其酶联免疫吸附分析方法的建立[D]. 苏州: 苏州大学, 2015.
- [3] 蔡英华, 薛毅, 张玥, 等. UPLC-MS/MS 法测定动物源性食品中 4 个四环素类药物和 10 个 β 受体激动剂类药物残留[J]. 药物分析杂志, 2014, 34(07): 1223-1230.
- [4] 刘艳. 动物性食品中苯乙醇胺 A 残留检测方法的研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2018.
- [5] 中华人民共和国农业部. 中华人民共和国农业部公告 第 1519 号[DB/OL]. [2010-12-27]. http://www.moa.gov.cn/nybg/b/2011/dyq/201805/t20180518_6142536.htm [2024-02-15].
- [6] 农业部 1486 号公告-1-2010 饲料中苯乙醇胺 A 的测定高效液相色谱-串联质谱法[S]. 北京: 中国农业出版社, 2010.
- [7] 农业部 1879 号公告-1-2012 动物尿液中苯乙醇胺 A 的测定液相色谱-串联质谱法[S]. 北京: 中国农业出版社, 2012.
- [8] NY/T 3140—2017 中华人民共和国农业行业标准饲料中苯乙醇胺 A 的测定 高效液相色谱法[S]. 北京: 中国农业出版社, 2018.
- [9] 倪永付, 王勇, 高瑞刚, 等. 全自动固相萃取-液相色谱-串联质谱法测定肉类食品中苯乙醇胺 A 残留量[J]. 中国口岸科学技术, 2023, 5(08): 54-60.
- [10] 陈其煌. 基于 PRiME HLB 净化高效液相色谱-串联质谱法测定饲料中苯乙醇胺 A[J]. 福建农业科技, 2021, 51(02): 24-31.
- [11] 刘艳, 汪建明, 王敏, 等. QuEChERS-HPLC-MS/MS 测定猪肉猪肝中苯乙醇胺 A[J]. 中国农业科技导报, 2018, 20(10): 131-137.
- [12] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-CL01-G003: 2021 《测量不确定度的要求》(2023-1-1 第一次修订)(发布稿)[DB/OL]. [2023-01-09]. <https://www.cnas.org.cn/rkgf/sysrk/rkyzyz/2023/01/910523.shtml> [2024-02-15].
- [13] GB/T 27418-2017 测量不确定度评定和表示[S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.
- [14] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 中国质检出版社, 2012.
- [15] 吴向君, 陈世山, 刘心同, 等. 食品安全检测实验室测量不确定度的评定与应用[M]. 青岛: 中国海洋大学出版社, 2007.
- [16] JJG 196-2006 常用玻璃仪器检定规程[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.

(责任编辑: 吴华)

作者简介



倪永付, 硕士, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测。

E-mail: niyongfu@126.com