

高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物残留的不确定度评定

赵健亚¹, 陈 丹², 谢怀根², 肖 静^{1,*}

(1.南通大学公共卫生学院, 江苏 南通 226019; 2.南通市动物疫病预防控制中心, 江苏 南通 226006)

摘 要: 依据JJF 1059—1999《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》规定的测量不确定度的基本方法, 建立数学模型, 分析高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物残留的不确定度来源, 并对各分量进行量化, 给出5种磺胺类药物残留测定结果的扩展不确定度, 评定结果表明: 影响检测结果不确定度的主要因素为标准曲线拟合、样品前处理过程和测量重复性等。

关键词: 不确定度; 磺胺; 高效液相色谱法; 鸡肉

Uncertainty Evaluation for Determination of Sulfonamide Residues in Chicken by High Performance Liquid Chromatography

ZHAO Jian-ya¹, CHEN Dan², XIE Huai-gen², XIAO Jing^{1,*}

(1. School of Public Health, Nantong University, Nantong 226019, China;

2. Nantong Center for Animal Disease Control and Prevention, Nantong 226006, China)

Abstract: A mathematical model was established according to the basic method for uncertainty evaluation from JJF 1059—1999 and CNAS-GL06. The sources of uncertainty for determining sulfonamide residues in chicken by high performance liquid chromatography (HPLC) were analyzed and each component of uncertainty was quantified. The expanded uncertainty for five sulfonamides residues results was calculated. The major uncertainty sources were standard curve fitting, sample pretreatment and measurement repeatability.

Key words: uncertainty; sulfonamides; high performance liquid chromatography (HPLC); chicken

中图分类号: TS207.3

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)10-0144-04

doi:10.7506/spkx1002-6630-201310031

一切测量结果都不可避免地具有不确定度, 测量不确定度是表征赋予被测量量值分散性的非负参数^[1-2], 它可以定量表示测量结果的质量, 只有附上不确定度说明才能实现检测结果的完整表达^[3-4]。磺胺类药物属广谱抗菌药, 价格低廉, 是治疗畜禽感染的常用兽药^[5]。由于其在动物体内作用时间和代谢时间较长, 易造成可食组织残留, 给人类健康带来危害^[6]。各国对动物性食品中磺胺类药物残留严格规定了限量标准, 欧盟规定总残留不应超过0.1mg/kg^[7]。本实验依据JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》^[1]和CNAS—GL06《化学分析中不确定度的评估指南》^[8]规定的基本方法和程序, 对高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物残留的不确定度进行分析评定, 找出主要分量, 在实验过程中重点控制从而提高检测质量。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

样品为市区农贸市场随机抽查的鸡肉。

5种磺胺标准品: 磺胺间甲氧嘧啶(SMM)、磺胺二甲基嘧啶(SM₂)、磺胺甲恶唑(SMZ)和磺胺二甲氧嘧啶(SDM)(纯度均为99%), 磺胺喹恶啉(SQ)(纯度为97.2%) 美国Sigma公司; 乙腈(色谱纯) 德国Meker公司; 其余试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

1100高效液相色谱系统(配紫外检测器和自动进样器) 美国Agilent公司; 3K15台式高速冷冻离心机 德国Sigma公司; AB265-S分析天平 瑞士Mettler公司; AB204-N分析天平 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公

收稿日期: 2012-02-24

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金项目(31000539); 南通市应用研究计划项目(K2010066)

作者简介: 赵健亚(1980—), 女, 讲师, 硕士, 主要从事食品安全质量控制研究。E-mail: zhaojianya@ntu.edu.cn

*通信作者: 肖静(1979—), 女, 副教授, 博士, 主要从事食品检测数据的方法学研究。E-mail: jxiaont@ntu.edu.cn

司; R-215旋转蒸发仪 瑞士Büchi公司; Bond-Elut-Al-B固相萃取柱(500mg/3mL) 美国Varian公司。

1.3 样品前处理方法

参考NY502—2001《磺胺类药物在动物可食性组织中残留的高效液相色谱检测方法》^[9]进行。

1.4 标准溶液配制

1.4.1 单标储备液的配制

分别准确称取5种磺胺标准品50mg于50mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容,质量浓度为1mg/mL。

1.4.2 混合标准中间液的配制

分别准确吸取以上5种单标储备液各1mL置100mL容量瓶中,用流动相稀释并定容,得到质量浓度10μg/mL的混合标准中间液。

1.4.3 混合标准工作液的配制

按表1配制方法用流动相将混合标准中间液逐级稀释成质量浓度为1.0、0.5、0.2、0.1、0.05μg/mL的混合标准工作液。

表1 标准工作液的配制

Table 1 Preparation of standard working solution

标准工作液质量 浓度/(μg/mL)	吸取液质量 浓度/(μg/mL)	移液管 体积/mL	吸取 量/mL	定容体 积/mL
10	1000	1	1	100
1.0	10	1	1	10
0.5	1.0	5	5	10
0.2	1.0	2	2	10
0.1	0.5	2	2	10
0.05	0.5	1	1	10

1.5 色谱条件

色谱柱: C₁₈柱(250mm×4.6mm, 5μm); 流动相: 乙腈-甲醇-水-乙酸(2:2:9:0.2, V/V); 流速: 1.0mL/min; 检测波长: 270nm; 柱温: 室温; 进样量20μL。

2 结果与分析

2.1 数学模型

$$W = \frac{C_0 \times V_x}{m} \times f_r \quad (1)$$

式中: W 为样品中磺胺类药物含量/(mg/kg); C_0 为定容液中磺胺类药物质量浓度/(μg/mL); V_x 为样液定容体积/mL; m 为样品质量/g; f_r 为回收率校正因子。

2.2 不确定度的来源分析

从实际测量过程和数学模型分析, 磺胺类药物残留测定的不确定度主要来源于标准溶液配制、标准曲线拟合、样品前处理、测量重复性等^[10]。

2.3 不确定度分量的评定

2.3.1 标准溶液配制引入的不确定度

2.3.1.1 标准物质纯度引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(p)$

标准品证书给出SMM、SM₂、SMZ和SDM的扩展不确定度为0.5%, 包含因子 $k=2$, 4种标准物质的标准不确定度均为 $u(p)_1=0.5\%/2=2.500 \times 10^{-3}$, 则 $u_{\text{rel}}(p)_1=2.500 \times 10^{-3}/99\%=2.525 \times 10^{-3}$; 证书给出SQ的扩展不确定度为1%, 包含因子 $k=2$, 其标准不确定度为 $u(p)_2=1\%/2=5.000 \times 10^{-3}$, 则 $u_{\text{rel}}(p)_2=5.000 \times 10^{-3}/97.2\%=5.144 \times 10^{-3}$ 。

2.3.1.2 标准物质称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

AB 265-S天平精密称量标准品50mg, 检定证书给出 $0 \leq m \leq 5\text{g}$ 时天平最大允差为 $\pm 0.03\text{mg}$, 重复性误差为 $\pm 0.05\text{mg}$, 按照均匀分布, 最大允差的标准不确定度为 $u(m)_1=0.03/3=1.732 \times 10^{-2}\text{mg}$, 重复性误差的标准不确定度为 $u(m)_2=0.05/3=2.887 \times 10^{-2}\text{mg}$, 标准物质称量引入的标准不确定度为 $u(m)=\sqrt{[u(m)_1]^2+[u(m)_2]^2}=3.367 \times 10^{-2}\text{mg}$, 则 $u_{\text{rel}}(m)=u(m)/m=3.367 \times 10^{-2}/50=6.733 \times 10^{-4}$ 。

2.3.1.3 标准工作液配制过程引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$

1) 量器校准引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)_1$

配制标准工作液过程中使用的玻璃量器见表2, 参考JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[11]要求, 均有相应最大允差, 按均匀分布计算每次定容量器校准的相对标准不确定度见表2, 则 $u_{\text{rel}}(V)=\sqrt{[u_{\text{rel}}(V)_1]^2+[u_{\text{rel}}(V)_2]^2+5 \times [u_{\text{rel}}(V)_3]^2+[u_{\text{rel}}(V)_4]^2+2 \times [u_{\text{rel}}(V)_5]^2+7 \times [u_{\text{rel}}(V)_6]^2}=1.189 \times 10^{-2}$ 。

表2 量器校准引入的不确定度

Table 2 Uncertainties caused by glass container calibration

玻璃量器	最大允差/mL	相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)_i$
50mL单标线容量瓶A级 V_1	± 0.050	5.774×10^{-4}
100mL单标线容量瓶A级 V_2	± 0.100	5.774×10^{-4}
10mL单标线容量瓶A级(使用5次) V_3	± 0.020	1.155×10^{-3}
5mL单标线吸量管A级 V_4	± 0.015	1.732×10^{-3}
2mL单标线吸量管A级(使用2次) V_5	± 0.010	2.887×10^{-3}
1mL单标线吸量管A级(使用7次) V_6	± 0.007	4.041×10^{-3}

2) 温度变化引起溶剂体积改变引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)_2$

玻璃量器受温度变化影响很小, 可忽略不计, 但需考虑环境温度变化对溶剂的影响。单标储备液用甲醇配制, 20℃时甲醇的体积膨胀系数(α_1)为 $1.2 \times 10^{-3}\text{℃}^{-1}$; 标准工作液用流动相(乙腈-甲醇-水-乙酸(2:2:9:0.2, V/V))稀释配制, 主要考虑水的体积膨胀系数(α_2)为 $2.1 \times 10^{-4}\text{℃}^{-1}$; 实验室温度在 $(20 \pm 3)\text{℃}$ 范围变动, 按照均匀分布, 则每次定容温度变化引起溶剂体积改变的标准不确定度 $u(V)=(\Delta V)/\sqrt{3}$, $\Delta V=V \times \Delta T \times \alpha$, 其相对标准不确定度见表3, 因此 $u_{\text{rel}}(V)=\sqrt{[u_{\text{rel}}(V)_1]^2+[u_{\text{rel}}(V)_2]^2+5 \times [u_{\text{rel}}(V)_3]^2+[u_{\text{rel}}(V)_4]^2+2 \times [u_{\text{rel}}(V)_5]^2+7 \times [u_{\text{rel}}(V)_6]^2}=5.231 \times 10^{-3}$ 。

表3 环境温度变化引入的不确定度

Table 3 Uncertainties caused by environmental temperature change		
玻璃量器	$\Delta V/\text{mL}$	相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)_2$
50mL单标线容量瓶A级(甲醇定容) V_1	$50 \times 3 \times 1.2 \times 10^{-3}$	2.078×10^{-3}
100mL单标线容量瓶A级(流动相定容) V_2	$100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$	3.637×10^{-4}
10mL单标线容量瓶A级(流动相定容, 使用5次) V_3	$10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$	3.637×10^{-4}
5mL单标线吸量管A级(吸流动相) V_4	$5 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$	3.637×10^{-4}
2mL单标线吸量管A级(吸流动相, 使用2次) V_5	$2 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$	3.637×10^{-4}
1mL单标线吸量管A级(吸流动相, 使用2次) V_6	$1 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$	3.637×10^{-4}
1mL单标线吸量管A级(吸甲醇, 使用5次) V_7	$1 \times 3 \times 1.2 \times 10^{-3}$	2.078×10^{-3}

2.3.1.4 合成标准溶液配制的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{std})$

SMM、SM₂、SMZ和SDM标准溶液:

$$u_{\text{rel}}(\text{std})_1 = \sqrt{[u_{\text{rel}}(p)]^2 + [u_{\text{rel}}(m)]^2 + [u_{\text{rel}}(V)]^2 + [u_{\text{rel}}(V)_2]^2} = 1.325 \times 10^{-2};$$

$$\text{SQ标准溶液: } u_{\text{rel}}(\text{std})_2 = \sqrt{[u_{\text{rel}}(p)]^2 + [u_{\text{rel}}(m)]^2 + [u_{\text{rel}}(V)]^2 + [u_{\text{rel}}(V)_2]^2} = 1.399 \times 10^{-2}.$$

2.3.2 标准曲线拟合引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C_0)$

表4 5种磺胺类药物的标准曲线测定结果和不确定度计算

Table 4 Standard curves of five sulfonamides and uncertainties								
药物名称	质量浓度 C_i ($\mu\text{g/mL}$)	峰面积 A_i ($\text{mAU} \cdot \text{s}$)	线性回归 方程 $A=a+bC$	相关 系数 r	C_0 ($\mu\text{g/mL}$)	\bar{C} ($\mu\text{g/mL}$)	$S(A)$	$u_{\text{rel}}(C_0)$
SMM	0.05	3.96167	$A=76.55641C$ -0.16003	0.99983	0.231	0.370	6.934×10^{-1}	4.351×10^{-2}
	0.1	7.61380						
	0.2	15.12177						
	0.5	37.07421						
	1.0	76.89776						
SM ₂	0.05	3.92527	$A=77.38275C$ -0.18553	0.99984	0.223	0.370	6.816×10^{-1}	4.389×10^{-2}
	0.1	7.64085						
	0.2	15.32359						
	0.5	37.46498						
	1.0	77.69025						
SMZ	0.05	4.29718	$A=83.44097C$ -0.13950	0.99987	0.214	0.370	6.550×10^{-1}	4.084×10^{-2}
	0.1	8.37101						
	0.2	16.48577						
	0.5	40.60032						
	1.0	83.77451						
SDM	0.05	4.11185	$A=77.45935C$ -0.10021	0.99990	0.221	0.370	5.473×10^{-1}	3.555×10^{-2}
	0.1	7.53548						
	0.2	15.48204						
	0.5	37.83860						
	1.0	77.73056						
SQ	0.05	3.63972	$A=73.83177C$ $+0.01633$	0.99989	0.226	0.370	5.389×10^{-1}	3.587×10^{-2}
	0.1	7.49350						
	0.2	15.24799						
	0.5	36.18077						
	1.0	74.12477						

对5个混合标准系列工作液进行测量, 每个浓度点测量1次, 将峰面积平均值(A)与相应标准溶液质量浓度(C)采用最小二乘法拟合标准曲线, 检测结果及线性回归方程见表4。标准曲线引入的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(C_0) = \frac{S(A)}{C_0 \times b} \sqrt{1/p + 1/n + (C_0 - \bar{C})^2 / \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}, \text{ 其中 } S(A)$$

$$\text{为回归直线标准偏差: } S(A) = \sqrt{\left\{ \sum_{i=1}^n [A_i - (a + bC_i)]^2 \right\} / (n-2)};$$

式中: A_i 为第*i*个质量浓度点测定的响应值(峰面积值); $(a+bC_i)$ 为按回归方程计算得出的第*i*点的响应值, a 为线性回归方程的截距, b 为斜率; n 为标准溶液浓度点, $n=5$; C_i 为第*i*点的质量浓度值, C_0 为样品的测定值(测定次数 $p=1$), \bar{C} 为标样质量浓度的平均值, 结果如表4所示。

2.3.3 样品前处理引入的不确定度

2.3.3.1 样品称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m')$

AB204-N天平称量样品5g, 检定证书给出 $m' \leq 5.0\text{g}$ 时天平最大允差为 $\pm 0.5\text{mg}$, 重复性误差为 $\pm 1.0\text{mg}$, 按照均匀分布, $u_{\text{rel}}(m') = (\sqrt{(0.0005/\sqrt{3})^2 + (0.001/\sqrt{3})^2})/5 = 1.291 \times 10^{-4}$ 。

2.3.3.2 试样定容体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_x)$

样品提取净化后用2.0mL流动相定容, A级2mL单标线吸量管最大允差为 $\pm 0.010\text{mL}$, 按均匀分布, 吸量管检定的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(V_x)_1 = 0.01/(\sqrt{3} \times 2.0) = 2.887 \times 10^{-3}$, 水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 实验室温度在 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 范围变动, 以均匀分布计算定容温度变化引起溶剂体积改变的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_x)_2 = 3 \times 2.1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 3.637 \times 10^{-4}$, 因此定容体积引入的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(V_x) = \sqrt{[u_{\text{rel}}(V_x)_1]^2 + [u_{\text{rel}}(V_x)_2]^2} = 2.910 \times 10^{-3}$ 。

2.3.3.3 加标回收率引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{R})$

表5 5种磺胺类药物的加标回收率测定结果和不确定度计算

Table 5 Recoveries of five sulfonamides at different spike levels and uncertainties							
项目		药物名称					
		SMM	SM ₂	SMZ	SDM	SQ	
回收率/ <i>P</i> (%) (<i>n</i> =6)	加标水平/ <i>I</i> (mg/kg)	0.08	87.2	82.8	92.4	84.5	95.2
			89.6	89.9	83.7	80.9	92.0
			90.0	83.5	85.7	85.3	90.4
			101.3	87.7	90.5	87.2	94.2
			92.2	89.1	85.7	88.4	90.5
		0.10	87.6	84.5	90.2	85.5	88.7
		$\bar{R}/\%$	91.317	86.250	88.033	85.300	91.833
		$S(\bar{R})/\%$	5.213	3.036	3.450	2.579	2.474
		$u(\bar{R})/\%$	2.128	1.239	1.408	1.053	1.010
		$u_{rel}(\bar{R})$	2.331×10^{-2}	1.437×10^{-2}	1.600×10^{-2}	1.234×10^{-2}	1.100×10^{-2}
	f_i	1.095	1.159	1.136	1.172	1.089	
	<i>t</i> 值	4.080	11.095	8.496	13.961	8.084	
	<i>P</i>	显著	显著	显著	显著	显著	

样品前处理过程复杂, 需经过均质、提取、浓缩、净化等步骤, 难以对各环节进行逐一评定, 可通过加标回收率对制样过程进行不确定度评定。空白鸡肉样品中分别添加0.08mg/kg和0.10mg/kg两个水平的混合标准, 各做3个平行, 加标回收率结果见表5。根据回收率平均值(\bar{R})的标准差 $s(\bar{R})$ 计算 \bar{R} 的标准不确定度 $u(\bar{R}) = s(\bar{R})/\sqrt{6}$,

对 \bar{R} 进行 t 检验($t = \frac{1-\bar{R}}{u(\bar{R})}$)以确定是否需要用回收率校正因子 f_i 校正结果, $f_i = 1/\bar{R}$, 若 $t \geq t_{0.05,5} = 2.57$, 则 \bar{R} 与1有显著性

差异, f_r 应归入到样品中质量分数的计算, 否则在计算公式中不必进行校正。回收率($n=6$)计算结果见表5。

2.3.4 样品重复测定引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(W_{\text{rep}})$

对同一鸡肉加标样品进行前处理和色谱测定, 重复6次, 按照公式(1)计算样品中磺胺类药物残留的质量分数和不确定度, 评定结果见表6。样品重复性测定产生的标准不确定度 $u(W_{\text{rep}})=s(W_{\text{rep}})/\sqrt{6}$, 相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(W_{\text{rep}})=u(W_{\text{rep}})/\bar{W}$ 。

表6 重复测定结果和不确定度计算
Table 6 Results of repeatability and uncertainties

药物名称	$W/(\text{mg/kg})$						$s(W_{\text{rep}})/(\text{mg/kg})$	$u(W_{\text{rep}})/(\text{mg/kg})$	$u_{\text{rel}}(W_{\text{rep}})$
	1	2	3	4	5	6			
SMM	0.0922	0.0916	0.0898	0.0914	0.0853	0.0874	0.0896	2.734×10^{-3}	1.116×10^{-3}
SM ₂	0.0891	0.0917	0.0862	0.0865	0.0908	0.0842	0.0881	2.920×10^{-3}	1.192×10^{-3}
SMZ	0.0857	0.0870	0.0938	0.0953	0.0958	0.0901	0.0913	4.331×10^{-3}	1.768×10^{-3}
SDM	0.0884	0.0847	0.0876	0.0864	0.0916	0.0856	0.0874	2.458×10^{-3}	1.003×10^{-3}
SQ	0.0905	0.0936	0.0962	0.0944	0.0886	0.0887	0.0920	3.183×10^{-3}	1.299×10^{-3}

2.4 合成不确定度及检测结果表述

以上各不确定度分量相互独立, 不考虑分量间的相关性, 则鸡肉中磺胺类药物残留的合成标准不确定度 $u_c(\bar{W})=\bar{W} \cdot u_{\text{rel}}(\bar{W})=\bar{W} \cdot \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\text{std})+u_{\text{rel}}^2(C_0)+u_{\text{rel}}^2(m')+u_{\text{rel}}^2(V_x)+u_{\text{rel}}^2(\bar{R})+u_{\text{rel}}^2(W_{\text{rep}})}$, 最终检测结果取包含因子 $k=2$, 用扩展不确定度 $U=k \cdot u_c \bar{W}$ 表示, 见表7。

表7 不确定度评定结果
Table 7 Uncertainty evaluation for the determination of five sulfonamides

药物名称	$u_{\text{rel}}(\text{std})$	$u_{\text{rel}}(C_0)$	$u_{\text{rel}}(m')$	$u_{\text{rel}}(V_x)$	$u_{\text{rel}}(\bar{R})$	$u_{\text{rel}}(W_{\text{rep}})$	$u_{\text{rel}}(\bar{W})$	U	检测结果/ (mg/kg)
SMM	1.325×10^{-2}	4.351×10^{-2}	1.291×10^{-4}	2.910×10^{-3}	2.331×10^{-2}	1.245×10^{-2}	5.268×10^{-2}	0.0094	0.0896 ± 0.0094
SM ₂	1.325×10^{-2}	4.389×10^{-2}	1.291×10^{-4}	2.910×10^{-3}	1.437×10^{-2}	1.353×10^{-2}	5.000×10^{-2}	0.0088	0.0881 ± 0.0088
SMZ	1.325×10^{-2}	4.084×10^{-2}	1.291×10^{-4}	2.910×10^{-3}	1.600×10^{-2}	1.937×10^{-2}	4.983×10^{-2}	0.0091	0.0913 ± 0.0091
SDM	1.325×10^{-2}	3.555×10^{-2}	1.291×10^{-4}	2.910×10^{-3}	1.234×10^{-2}	1.148×10^{-2}	4.162×10^{-2}	0.0073	0.0874 ± 0.0073
SQ	1.399×10^{-2}	3.587×10^{-2}	1.291×10^{-4}	2.910×10^{-3}	1.100×10^{-2}	1.412×10^{-2}	4.256×10^{-2}	0.0078	0.0920 ± 0.0078

3 结论

通过对高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物残留的不确定度各分量的评定, 可见最终结果的不确定度主要由标准曲线拟合、样品前处理过程和测量重复性引起, 其次为标准溶液配制过程。实际操作过程中可通过增加混合标准系列工作液测定次数、优化样品前处理方法、增加平行样测定及选择精度较高玻璃量器来减小引入的不确定度, 从而提高检测质量。

参考文献:

- [1] 国家质量技术监督局. JJF 1059—1999测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 中国计量出版社, 1999.
- [2] JCGM 200: 2008, International vocabulary of basic and general terms in metrology(VIM). 3rd edition[S]. BIPM and ISO, 2008.
- [3] 国家质量技术监督局计量司. 测量不确定度评定与表示指南[S]. 北京: 中国计量出版社, 2000.
- [4] ISO-ISBN 92-67-10188-9 Guide to the expression of uncertainty in measurement[S]. Geneva, 1995.
- [5] 沈建忠, 谢联金. 兽医药理学[M]. 北京: 中国农业大学出版社, 2000: 155.
- [6] 李俊锁, 邱月明, 王超, 等. 兽药残留分析[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002: 232.
- [7] The Commission of the European Communities. Council Regulation (EEC) No 2377/90 laying down a Community procedure for the establishment of maximum residue limits of veterinary medicinal products in foodstuffs of animal origin[J]. Off J Eur Commun, 1990, 62(2): 16-17.
- [8] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS—GL06 化学分析中不确定度的评估指南[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006.
- [9] 中华人民共和国农业部. NY 5029—2001 无公害食品猪肉附录E磺胺类药物在动物可食性组织中残留的高效液相色谱检测方法[S].
- [10] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1135—2005 化学分析测量不确定度评定[S]. 北京: 中国计量出版社, 2005.
- [11] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006.