

高效液相色谱-蒸发光散射检测法测量饮料中三氯蔗糖含量的不确定度评估

贾寒冰*, 李 荣, 郭 端, 王 涛, 孙 晓

(西安市食品药品检验所, 西安 710054)

摘 要: **目的** 评定高效液相色谱-蒸发光散射检测法测量饮料中三氯蔗糖含量的不确定度。**方法** 以 GB 22255-2014《食品中三氯蔗糖的测定》为检测依据, 对饮料中的三氯蔗糖含量进行定量分析。以 JJF 1059-2012《测量不确定度评定与表示》为依据对测量过程中的不确定度因素进行评估, 并计算合成不确定度与扩展不确定度。**结果** 高效液相色谱-蒸发光散射检测法测量饮料中三氯蔗糖含量的不确定度结果表示为 (45.0 ± 4.09) mg/kg, $k=2$ ($P=95\%$)。 **结论** 饮料中三氯蔗糖含量测定的不确定度主要来源于标准曲线拟合和标准品配制, 在实际测量过程中应该注意规范操作, 以减少不确定度因素, 提高测量结果的准确性。

关键词: 高效液相色谱-蒸发光散射检测法; 饮料; 三氯蔗糖; 不确定度

Uncertainty evaluation for determination of sucralose in beverage by high performance liquid chromatography-evaporative light-scattering detector

JIA Han-Bing*, LI Rong, GUO Duan, WANG Tao, SUN Xiao

(Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of sucralose in beverage by high performance liquid chromatography-evaporative light-scattering detector (HPLC-ELSD). **Methods** The content of sucralose in beverage was quantitatively analyzed based on GB 22255-2014 *Determination of sucralose in food*. The uncertainty of the factors in measurement process was evaluated and the synthetic uncertainty and extension uncertainty were calculated according to JJF 1059-2012 *Evaluation and expression of uncertainty in measurement*. **Results** The result of HPLC-ELSD in the determination of sucralose in beverages could be expressed as (45.0 ± 4.09) mg/kg, $k=2$ ($P=95\%$). **Conclusion** The uncertainty in the determination of sucralose content in beverages mainly comes from the fitting of standard curve and the preparation of standards. In the actual measurement process, the standardized operation is required to reduce the uncertainty factors and improve the accuracy of the measurement results.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-evaporative light-scattering detector; beverage; sucralose; uncertainty

1 引 言

三氯蔗糖是国家批准使用的一种非营养型强力甜味

剂, 甜度为蔗糖的 600 倍, 在人体内几乎不被吸收, 热量值为零, 被广泛应用于饮料、调味料、糕点等食品中^[1-3]。有研究表明, 三氯蔗糖及其水解产物具有一定的毒性, 如

*通讯作者: 贾寒冰, 硕士, 主要研究方向为食品安全质量检测。E-mail: hbja6@163.com

*Corresponding author: JIA Han-Bing, Master, Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China. E-mail: hbja6@163.com

能够损伤大鼠胃和肺的 DNA, 同时能降低小鼠与人类的精子活力; 影响肠道微生物群的平衡, 促使炎症基因的富集^[4]; Lord 等^[5]认为喂养大鼠产生吸收不良的渗透活性物质会促使发生盲肠和肾脏上皮增生病变; Grice 等^[6]发现每天给予小鼠 270 mg/kg 三氯蔗糖水解产物, 能对母体产生一定的毒性, 并影响后代的发育。GB2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[7]中规定, 饮料中三氯蔗糖的限量值为 0.25 g/kg。目前, 三氯蔗糖的检测有离子色谱法、液相色谱-串联质谱法, 较常用的为液相色谱-蒸发光散射检测器/示差折光检测器等^[8-13]。由于糖类化合物沸点高, 挥发性低, 在正常紫外区和可见光区范围内没有吸收, 蒸发光散射检测器对不吸收紫外光或荧光的化合物, 如糖、甘油三酸脂等脂类检测有很高灵敏度^[14], 而示差检测器易受溶剂前沿峰的干扰使分析复杂化, 对温度敏感, 导致基线不稳定。笔者在长期检测饮料中的三氯蔗糖时发现, 不少检测结果在饮料中三氯蔗糖的使用限量值附近, 其中部分数值可能刚刚超过判定值, 需要再次检测确认, 这不仅给检测人员带来麻烦, 也给企业带来经济损失。不确定度评定是评价测量方法合理性、科学性的有效手段之一; 也是评价测得值的准确度、可信度的定量指标^[15-17]。因此, 评价三氯蔗糖测量方法的合理性与科学性是很有必要的。本文参照 GB 22255-2014《食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定》^[18]中的方法采用高效液相色谱-蒸发光散射检测器检测饮料中三氯蔗糖含量, 按照 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[19]和 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》^[20]对其进行评估, 为实验室提供科学、合理的依据, 也为其他三氯蔗糖的检测人员提供参考。

2 材料与方 法

2.1 仪器与试剂

Thermo UltiMate3000 高效液相色谱仪(配有 Alltech6000 型蒸发光散射检测器, 美国 Thermo 公司); MS105, 梅特勒-托利多电子天平(最大允许误差为 0.05 mg, 瑞士 Mettler 公司); ME204E 梅特勒-托利多电子天平(最大允许误差为 0.5 mg, 瑞士 Mettler 公司); HC-3018R 高速离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司); IKA VORTEX2 涡旋振荡器(德国 IKA 公司); HH-S8 型水浴锅(北京科伟永兴仪器有限公司); HLB 固相萃取柱(200 mg/6 mL, 美国 Supelco 公司); Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司)。

三氯蔗糖标准品(纯度 99.0%, 德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 甲醇(色谱级, 美国 Fisher 公司); 乙腈(色谱级, 德国 Merck 公司); 实验室用水为 Milli-Q 超纯水; 饮料为市售葡萄汁饮品。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

称取三氯蔗糖标准品 0.1 g(精确至 0.0001 g), 用水溶解, 定容至 100 mL, 配制浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。分别移取 1、2、3、4、5 mL 标准储备液于 50 mL 容量瓶里, 加水定容配制成浓度为 20、40、60、80、100 μg/mL 的标准使用液。

2.2.2 样品前处理

称取 5 g 试样(精确到 0.001 g), 于 15 mL 离心管中, 加入 5 mL 水, 涡旋混合器上振荡 30 s, 以 3000 r/min 离心 10 min, 取全部上清液置于 50 mL 蒸发皿内, 于沸水浴上蒸干。残渣用 1.00 mL 乙腈水溶液(11: 89, 体积比)溶解, 溶液过 0.45 μm 滤膜, 待上机测定。

2.2.3 标准曲线的拟合

按照标准溶液配制方法, 称量 24.98 mg 标准品, 溶解, 定容至 25 mL 容量瓶中, 得到母液浓度为 0.989 mg/mL, 稀释成系列标准溶液, 并上机检测, 以对照品浓度的对数为横坐标, 峰面积对数为纵坐标, 建立标准曲线, 每个浓度测量 3 次。

2.2.4 回收率的测定

准确称取 5 g 试样 6 份, 加入 20、40、60 mg/kg 的三氯蔗糖标品(每个浓度均做平行样), 加标回收率实验样品处理同 2.2.2, 计算方法的回收率。

2.3 实验条件

高效液相色谱条件: 色谱柱 C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm), 柱温为 35 °C; 流动相: 水+乙腈=89: 11(V: V), 流动相流速 1.0 mL/min, 进样量 20 μL;

蒸发光散射检测条件: 飘逸管温度 106 °C, 空气流速 2.6 L/min。

2.4 数学模型和不确定度来源

2.4.1 数学模型

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000 \times f_{\text{rec}}}$$

式中: X -试样中三氯蔗糖的含量, g/kg; c -由标准曲线查得试样进样液中三氯蔗糖的浓度, mg/mL; V -试样定容体积, mL; m -试样质量, g; 1000-换算系数; f_{rec} -回收率校正系数。

3 结果与分析

3.1 不确定度来源分析

由检测过程和数学模型判断, 影响饮料中三氯蔗糖含量不确定度的来源有: 标准品纯度、标准品称量、标准品配制、标准曲线拟合、样品称量过程、样品重复测定、样品定容体积、样品加标回收等不确定度因素。

3.2 标准品的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m_{\text{标}})$

3.2.1 标准品纯度的相对标准不确定度 u_{rel}

由标准品的标准物质证书可以看出, 三氯蔗糖标准

品的纯度是 99.0%，其纯度允差为 $\pm 1.0\%$ ，根据相关文献^[21]，标准品纯度不确定度按矩形分布计算，三氯蔗糖标准品引入的不确定度是 $u_1 = \frac{1.0\%}{\sqrt{3}} = 0.577\%$ ， $u_{rel1} = \frac{u_1}{99.0\%} = 5.83 \times 10^{-3}$ 。

3.2.2 标准品称量引入的相对标准不确定度 u_{rel2}

标准品称量使用的是十万分之一天平，校准证书看出，在 0~5 g 的称量范围内，其最大允许误差为 ± 0.05 mg，即 ± 0.00005 g，包含因子 $k=2$ ，因此标准品称量引入的不确定度 $u_2 = \frac{0.00005 \text{ g}}{2} = 0.000025$ g，样品实际称取 0.02498 g，因此，标准品称量引入的相对标准不确定度为 $u_{rel2} = \frac{0.000025 \text{ g}}{0.02498 \text{ g}} = 1.00 \times 10^{-3}$ 。

3.2.3 标准溶液配制中玻璃器具校准产生的相对标准不确定度 u_{rel3}

使用的玻璃器具的不确定度主要有 2 个方面：第一个是温度的影响，配制三氯蔗糖标准液时温度是 25 °C，而 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》检定时温度为 20 °C，因为液体的体积膨胀系数明显大于玻璃器具的体积膨胀系数，因此，我们只考虑液体的体积膨胀^[22]，三氯蔗糖标品是用水溶解的，水的体积膨胀系数为 $0.00021 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，按照均匀分布计算，温度导致玻璃器具液体体积变化产生的不确定度为 $u_T = \frac{0.00021 \times 5 \times V}{\sqrt{3}}$ (V 表示玻璃器具规格)；第二个是玻璃器具的容量允差 δ 产生的不确定度，按照均匀分布，其产生的不确定度为 $u_V = \frac{\delta}{\sqrt{3}}$ 。合成标准不确定度为

$$u(V) = \sqrt{u_V^2 + u_T^2}, \text{ 相对标准不确定度为 } u_{rel}(V) = \frac{u(V)}{V}。$$

按照以上评定方法，三氯蔗糖标准工作液配制过程中使用到了 25 mL 的容量瓶，50 mL 的容量瓶，1、2、5、10、15 mL 单标线吸量管，以上玻璃器具引入的不确定度如表 1。

由表 1 中的数据得出，三氯蔗糖标准溶液配制中玻璃器具校准产生的相对合成标准不确定度 $u_{rel3} = \sqrt{0.000921^2 + 0.000837^2 + 0.004086^2 + 0.002950^2 + 0.001835^2 + 0.001304^2 + 0.001137^2} = 5.77 \times 10^{-3}$ 。

因此，三氯蔗糖标准品引入的相对合成标准不确定度为： $u_{rel}(m_{\text{标}}) = \sqrt{(5.83 \times 10^{-3})^2 + (1.00 \times 10^{-3})^2 + (5.77 \times 10^{-3})^2} = 8.26 \times 10^{-3}$ 。

3.3 标准曲线拟合过程中的相对标准不确定度 $u_{rel}(C_{\text{标曲}})$

本实验对 5 个不同浓度的三氯蔗糖标准溶液进行测定，结果见表 2。

由表 2 中的数据，得到的线性方程 $A = 1.5634C - 2.0111$ ， $r^2 = 0.999$ ，斜率 $B_1 = 1.5634$ ，截距 $B_0 = -2.0111$ 。样品检验结果为独立 6 次测量的均值，由标准曲线得出待测液中三氯蔗糖的平均质量浓度为 222.301 $\mu\text{g/mL}$ ，其浓度对数 C_0 为 2.347。

表 1 容量瓶和移液管引入的不确定度
Table 1 Uncertainty introduced by volumetric flasks and pipettes

玻璃器具规格 (A 级)	容量允差 /mL	不确定度 u_T	不确定度 u_V	标准不确定度 $u(V)$	相对不确定度 $u_{rel}(V)$
25 mL 容量瓶	± 0.03	0.015155	0.017321	0.023015	0.000921
50 mL 容量瓶	± 0.05	0.030311	0.028867	0.041858	0.000837
1 mL 移液管	± 0.007	0.000606	0.004041	0.004086	0.004086
2 mL 移液管	± 0.010	0.001212	0.005774	0.005900	0.002950
5 mL 移液管	± 0.015	0.003031	0.008660	0.009175	0.001835
10 mL 移液管	± 0.020	0.006062	0.011547	0.013042	0.001304
15 mL 移液管	± 0.025	0.009093	0.014434	0.017059	0.001137

表 2 标准工作液测定值
Table 2 The value of standard working solution

标准点	标准溶液浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	峰面积				C_i 浓度对数	A_i 峰面积对数
		1	2	3	平均		
1	19.8	1.075	1.098	1.059	1.077	1.2967	0.0322
2	39.6	2.887	2.983	2.924	2.928	1.5977	0.4666
3	98.9	13.154	12.535	12.804	12.831	1.9952	1.1083
4	198	38.030	37.349	36.906	37.428	2.2967	1.5732
5	297	75.059	72.818	72.256	73.378	2.4728	1.8656

根据以下公式计算待测溶液的标准不确定度

$$u(C_{\text{标曲}}) = (S/B_1) \sqrt{(1/P) + (1/n) + [(C_0 - \bar{C})^2]/S_{xx}}$$

式中, S 为残差标准偏差; B_1 为斜率; P 为样品测定次数; n 为测定工作曲线的标准点数; C_0 为被测样品溶液中三氯蔗糖的浓度对数; \bar{C} 为工作曲线各点浓度对数的平均值, S_{xx} 为工作曲线浓度对数差的平方和。

其中, 残差标准偏差 $S_x = \sqrt{\sum_{i=1}^n [A_i - (B_0 + B_1 C_i)]^2 / (n-2)} = 0.0504$; 工作曲线浓度差的平方和 $S_{xx} = \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2 = 0.9448$; 工作曲线浓度对数的平均值 $\bar{C} = \sum_{i=1}^n C_i / n = 1.9318$ 。由标准曲线引入的引起的标准不确定度为: $u(C_{\text{标曲}}) = (0.0504 / 1.5634) \sqrt{(1/6) + (1/15) + [(2.347 - 1.9318)^2] / 0.9448} = 0.0206$ 。

则, 由标准曲线引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{标曲}}) = 0.0206 / 2.347 = 8.78 \times 10^{-3}$$

3.4 饮料试样制备过程引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m_{\text{样}})$

饮料试样制备过程引入的相对不确定度主要来自样品的称量。样品称量使用的是万分之一天平, 最大允许误差为 0.5 mg, 按均匀分布计算, 样品称量不确定度

$$u(m_{\text{样}}) = \frac{5 \times 10^{-4} \text{ g}}{\sqrt{3}} = 2.89 \times 10^{-4} \text{ g}, \text{ 样品平均取样量为 } 4.999 \text{ g},$$

则样品称量的相对标准不确定度是 $u_{\text{rel}}(m_{\text{样}}) = \frac{2.89 \times 10^{-4} \text{ g}}{4.999 \text{ g}} = 5.77 \times 10^{-5}$ 。

3.5 饮料样品平行实验重复性测定引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(f)$

按照 2.2 的方法处理饮料样品, 上机进行 6 次独立测试, 结果为 0.0426、0.0441、0.0435、0.0450、0.0480、0.0464 g/kg, 平均含量 0.0450 g/kg, 根据贝塞尔公式计算重复性引起的

不确定度 $s_x = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 / (n-1)} = 2.01 \times 10^{-3} \text{ g/kg}$, 在实际测量中, 以连续 2 次测量的算术平均值作为测量结果, 则标准不确定度应为 $u(f) = 2.01 \times 10^{-3} / \sqrt{2} = 1.421 \times 10^{-3} \text{ g/kg}$, 因此, 饮料中三氯蔗糖平行实验重复性(f)引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(f) = 1.421 \times 10^{-3} / 0.0450 = 3.16 \times 10^{-2}$$

3.6 回收率引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(u_{\text{rec}})$

样品回收率测定结果分别为 92.1%、93.5%、105.2%、107.1%、98.6%和 96.2%, 平均回收率 $\bar{f}_{\text{rec}} = 98.8\%$, 标准偏差 $S_{\bar{f}_{\text{rec}}} = 0.0616$ 。则回收率引入的标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(f_{\text{rec}}) = \frac{S_{\bar{f}_{\text{rec}}}}{\bar{f}_{\text{rec}}} / \sqrt{n} = 2.51, \text{ 相对标准不确定度为:}$$

$$u_{\text{rel}}(f_{\text{rec}}) = \frac{S_{\bar{f}_{\text{rec}}}}{\bar{f}_{\text{rec}}} / \sqrt{n} \times 100\% = 2.54\%$$

对平均回收率进行显著性检验, 确定 f_{rec} 在计算公式中

是否使用。该检验采用 t 检验法, 结果为: $t = \frac{|100\% - \bar{f}_{\text{rec}}|}{u_{\text{rel}}(f_{\text{rec}})} = 47.8$ 。

本实验 $n=6$, 自由度为 5, 在置信概率为 95% 时, $t_{0.95}(5) = 2.57$ 。当 $t \geq 2.57$ 时, 则回收率有非常显著性差异, 需要用回收率修正结果。因此, 该实验需要使用回收率修正结果。

3.7 由仪器产生的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(r_{\text{仪器}})$

由仪器的校准证书可知, 蒸发光散射检测器 ELSD 的定量测量重复性为 2.86%, 则其相对扩展不确定度为 2.86%, 按均匀分布计算, 则液相色谱仪的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(r_{\text{仪器}}) = 2.86\% / \sqrt{3} = 1.65 \times 10^{-2}$$

3.8 相对合成标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x)$

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m_{\text{标}}) + u_{\text{rel}}^2(C_{\text{标曲}}) + u_{\text{rel}}^2(m_{\text{样}}) + u_{\text{rel}}^2(f) + u_{\text{rel}}^2(f_{\text{rec}}) + u_{\text{rel}}^2(r_{\text{仪器}})} = 4.54 \times 10^{-2}$$

3.9 不确定度评估结果

取置信概率 $P=95\%$, 包含因子 $k=2$, 则饮料中三氯蔗糖含量测定的相对扩展不确定度为

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{rel}}(x) = 2 \times 4.54 \times 10^{-2} = 9.08\%$$

扩展不确定度为 $U = 9.08\% \times 0.0450 \text{ g/kg} = 4.09 \times 10^{-3} \text{ g/kg}$ 。

高效液相色谱-蒸发光散射检测法测量饮料中三氯蔗糖含量的结果表示为 $(45.0 \pm 4.09) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 。

4 结论与讨论

本研究结果显示, 饮料中三氯蔗糖含量测定的不确定度主要来源于标准曲线拟合和标准品配制。因此, 在实际测量过程中应该注意规范操作, 选择适当的量器, 准确配制标准品, 尽量使所配制的三氯蔗糖工作曲线各校准点浓度对数的平均值与被测样品浓度对数的均值接近, 以减少不确定度因素, 提高结果的准确性。

参考文献

- [1] 黄超群, 刘绿叶, 吕春华, 等. 柱后补偿-液相色谱-电喷雾式检测器测定饮料中的三氯蔗糖[J]. 分析化学, 2014, (12): 1869-1870.
Huang CQ, Liu LY, Lv CH, et al. Determination of sucralose with post-column compensation and liquid chromatography-charged aerosol detection technique in beverage [J]. Chin J Anal Chem, 2014, (12): 1869-1870.
- [2] 杨婉霜, 高婷婷, 韩婉莹. 三氯蔗糖在食品中的应用[J]. 现代食品, 2016, (7): 5-6.
Yang WS, Gao TT, Han WY. The application of sucralose in food research [J]. Mod Food, 2016, (7): 5-6.
- [3] 阚志强, 赵美法. 甜味剂工业现状与发展[J]. 化工中间体, 2005, (5): 10-14.

- Kan ZQ, Zhao MF. Status and development of sweetener industry [J]. *Chem Intermediat*, 2005, (5): 10–14.
- [4] 赵淑芹, 鲍忠剑, 蒋鑫, 等. 人工甜味剂三氯蔗糖生物安全性的研究进展[J]. *中国临床药理学杂志*, 2018, 34(22): 2678–2680.
- Zhao SQ, Bao ZJ, Jiang X, *et al.* Progress on the biological safety of artificial sweetener sucralose [J]. *Chin J Clin Pharm*, 2018, 34(22): 2678–2680.
- [5] Lord GH. Renal mineralization-A ubiquitous lesion in chronic rat studies [J]. *Food Chem Toxicol*, 1990, 28(6): 49–55.
- [6] Grice HC, Goldsmith LA. Sucralose-an overview of the toxicity data [J]. *Food Chem Toxicol*, 2000, 38(2): 1–6.
- [7] GB 2760-2014 食品安全国家标准食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard for uses of food additives [S].
- [8] 赵丹霞, 王力清, 黄秋研, 等. 果汁饮品中三氯蔗糖离子色谱脉冲安培检测法的测定[J]. *农业机械*, 2013, (2): 65–67.
- Zhao DX, Wang LQ, Huang QY, *et al.* Determination of sucralose in fruit drinks by ion chromatography pulsed amperometric detection [J]. *Agric Mach*, 2013, (2): 65–67.
- [9] 刘迪, 韩莉, 王亨. 液相色谱-串联质谱测定酒类产品中三氯蔗糖[J]. *食品工业*, 2019, 40(10): 327–330.
- Liu D, Han L, Wang H. Determination of sucralose in alcohol products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind*, 2019, 40(10): 327–330.
- [10] 李桑, 刘嘉飞, 王立亚, 等. 高效液相色谱法测定饮料中三氯蔗糖的含量的优化[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(12): 2998–3003.
- Li S, Liu JF, Wang LY, *et al.* Optimization the method of determination of sucralose in beverage by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(12): 2998–3003.
- [11] 赵贞, 刘丽君, 李素琴, 等. 高效液相色谱法测定乳制品中三氯蔗糖的含量[J]. *乳业科学与技术*, 2017, 40(1): 16–18.
- Zhao Z, Liu LJ, Li SQ, *et al.* High performance liquid chromatography determination of sucralose in dairy products [J]. *J Dairy Sci Technol*, 2017, 40(1): 16–18.
- [12] 陈晓霞, 游景水, 杨祖伟. 高效液相色谱法测定保健食品中三氯蔗糖的含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2015, 6(5): 1883–1888.
- Chen XX, You JS, Yang ZW. Determination of sucralose content in health food by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(5): 1883–1888.
- [13] 袁月兰. 高效液相色谱-质谱联用仪同时测定饮料中甜蜜素、阿斯巴甜、三氯蔗糖、纽甜的检测方法研究[J]. *食品安全导刊*, 2018, (17): 73–74.
- Yuan YL. Study on simultaneous detection of cyclamate, aspartame, sucralose and neotame in beverages by high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *China Food Saf Magaz*, 2018, (17): 73–74
- [14] 董海鸥, 倪钟, 张津枫, 等. 高效液相色谱-蒸发光散射检测器分析糖类化合物[J]. *食品科学*, 1999, 20(11): 50–52.
- Dong HO, NiZ, ZhangJF, *et al.* Analysis of carbohydrates by high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detector [J]. *Food Sci*, 1999, 20(11): 50–52.
- [15] 秦楚君, 孙文佳, 汪廷彩, 等. 白兰地酒精度测量的不确定度评定[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(13): 4170–4173.
- Qin CJ, Sun WJ, Wang TC, *et al.* Evaluation of uncertainty of measurement of alcohol content in brandy [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(13): 4170–4173.
- [16] 芦江会, 王小宝, 张书芬, 等. 高效液相色谱法测定鲜虾中 4-己基间苯二酚残留量的不确定度分析[J]. *中国食品添加剂*, 2019, (6): 128–134.
- Lu XH, Wang XB, Zhang SF, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of 4-hexylresorcinol residue in shrimp by high performance liquid chromatography [J]. *Chin Food Addit*, 2019, (6): 128–134.
- [17] 周雪, 吕琳. 滴定法测定玉米油中过氧化值的测量不确定度评定[J]. *现代食品*, 2019, (15): 163–165.
- Zhou X, Lv L. Evaluation of uncertainty in measuring peroxide value in corn oil by titration [J]. *Mod Food*, 2019, (15): 163–165.
- [18] GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定[S].
GB 22255-2014 National food safety standard-Determination of sucralose in food [S].
- [19] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 Measurement uncertainty evaluation and expression [S].
- [20] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Work glass container [S].
- [21] 姜连阁, 刘永成, 白政忠. HPLC 法含量测定不确定度分析及实例[J]. *药物分析杂志*, 2007, 27(11): 1803–1805.
- Jiang LG, Liu YC, Bai ZZ. Evaluation of uncertainty measurement for the determination of ribavirin by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2007, 27(11): 1803–1805.
- [22] 罗卓雅. 食品药品检测测量不确定度评定实例[M]. 北京: 中国质检出版社, 2015.
- Luo ZY. Example of evaluation of uncertainty in food and drug testing [M]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2015.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



贾寒冰, 硕士, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: hbjia6@163.com