

# 蔬菜中农药残留测定的测量不确定度评定

王璐, 贺泽英, 罗铭, 彭祎 (农业部环境保护科研监测所, 天津 300191)

**摘要** [目的] 评定蔬菜中农药残留检测最常用的标准方法之一——NY/T 761 方法的测量不确定度。[方法] 以 NY/T 761-2008 标准方法为研究对象, 选择甲胺磷、甲氧菊酯和甲萘威分别代表方法的 3 个部分, 从样品前处理过程、仪器测定分析和标准溶液配制等几方面对检测方法的测量不确定度进行了评估。[结果] 方法 3 个部分的相对扩展不确定度分别为 5.70%、5.66% 和 6.30% ( $k=2$ ), 其中色谱仪的测量重复性偏差和标准溶液配制引入的不确定度分量是主要来源。[结论] 为客观评价蔬菜中农药残留检测结果提供了参考。

**关键词** 测量不确定度; 农药残留; 检测方法

中图分类号 S481+.8 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2015)03-113-03

## Measurement Uncertainty Evaluation of Determination Pesticide Residues in Vegetables

WANG Lu, HE Ze-ying, LUO Ming et al (Agro-environmental Protection Institute, Ministry of Agriculture, Tianjin 300191)

**Key words** [Objective] The aim was to evaluate the measurement uncertainty of NY/T 761 method for determining pesticide residues in vegetables. [Method] With the standard method of NY/T 761-2008 as the research objects, methamidophos, fenprothrin and carbaryl that represent the three parts of method were selected, and the measurement uncertainty of the determination method was evaluated from the sample pretreatment process, instrument measuring analysis and standard solution preparation and other aspects. [Result] The relative expanded uncertainty of three parts of method respectively were 5.70%, 5.66% and 6.30% ( $k=2$ ), which mainly come from the measurement repeatability error of chromatograph and the standard solution preparation introduced uncertainty components. [Conclusion] The results provide reference for objective evaluating the detection results of pesticide residues in vegetables.

**Key words** Measurement uncertainty evaluation; Pesticide residues; Determination method

测量不确定度是表征赋予被测量值分散性的非负参数<sup>[1]</sup>, 分析化学实验室在出具检测数据的同时, 相应作出测量不确定度分析, 在国际上已经成为惯例<sup>[2-3]</sup>。农药残留测定结果作为判定蔬菜中农药残留量是否符合最大残留限量(MRL)要求的依据, 需要检测机构具备完善的质量保证体系确保检测数据的科学性和可靠性, 而测量不确定度的评定则是其中极为重要的措施之一。将科学的测量不确定度引入农药残留检测过程中, 可以极大地统一理解和说明测量结果, 对于客观评价检测结果, 尤其是对检测结果临界值的判断具有重要意义。NY/T 761 方法是蔬菜中农药残留检测最常用的标准方法之一, 很多学者针对该方法进行过测量不确定度的评定。例如, 罗小玲等<sup>[4-5]</sup> 评定小白菜中毒死蜱和蔬菜中氧乐果残留量检测的相对扩展不确定度分别为 3.16% 和 3.18%; 黄荣浪等<sup>[6]</sup> 评定黄瓜中甲胺磷、毒死蜱、对硫磷和三唑磷残留量检测的相对扩展不确定度在 4.0%~6.8%; 王立君等<sup>[7]</sup> 评定甘蓝中氯氰菊酯残留量检测的相对扩展测量不确定度为 4.0%; 上官苗苗等<sup>[8]</sup> 评定豇豆中灭多威残留量检测的相对扩展不确定度为 1.8%。由于前人多是针对特定蔬菜和农药品种开展研究, 而作为通用型方法标准, 761 方法适用于各种蔬菜和水果中 105 种农药残留量的测定, 为确保方法测量不确定度评定结果的科学性和实际应用效果, 笔者从计量学角度出发, 结合方法标准实际操作步骤, 建立数学模型, 分析了 761 方法的测量不确定度来源, 并选择方法三部分各自检测范围内已列出的农药甲胺磷、甲氧菊酯和甲萘威分别代表有机磷类农药、有机氯及拟除虫菊酯类农药和氨基甲酸酯类农药, 对方法的测量不确定度进行了分析评定,

旨在为客观评价蔬菜中农药残留检测结果提供借鉴。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

**1.1.1 仪器。** 2010Plus 气相色谱仪(配 FPD 检测器, 日本 Shimadzu 公司)、7890A 气相色谱仪(配 ECD 检测器, 美国 Agilent 公司)、1260 液相色谱仪(配 FLD 检测器及 Pickering Pinnacle PCX 柱后衍生系统, 美国 Agilent 公司)、Autogizer 全自动均质器(美国 TOMTEC 公司)、全自动固相萃取仪(REE-KO 公司)。

**1.1.2 试剂。** 乙腈(分析纯, 天津四友精细化学品有限公司); 丙酮、正己烷、甲醇、二氯甲烷(色谱级, 美国 Fisher 公司); 氯化钠(优级纯, 天津科密欧化学试剂厂); 国家二级农药标准物质; Florisil 固相萃取柱(500 mg/6 ml, 天津博纳艾杰尔公司); NH<sub>2</sub> 固相萃取柱(500 mg/6 ml, 美国 Agilent 公司)。

### 1.2 方法<sup>[9]</sup>

**1.2.1 样品提取。** 称取 25.0 g 制备好的样品, 加入 50.0 ml 乙腈, 高速匀浆 2 min 后, 过滤到装有 5~7 g 氯化钠的 100 ml 具塞量筒中, 剧烈振荡 1 min 后静置 30 min, 使乙腈相与水相分层。

**1.2.2 净化浓缩。** 分别取 10.0 ml 上层乙腈溶液于 3 个 150 ml 烧杯中, 80 °C 水浴氮吹近干后, 待净化。

**1.2.2.1 有机磷类农药净化。** 用丙酮多次淋洗烧杯, 合并淋洗液, 用丙酮定容至 5.0 ml, 旋涡混匀后装瓶待测。

**1.2.2.2 有机氯及拟除虫菊酯类农药净化。** 按照方法步骤要求, 使用全自动固相萃取仪进行 Florisil 柱的净化操作, 全部洗脱液于 50 °C 水浴氮吹至小于 5 ml, 用正己烷定容至 5.0 ml, 旋涡混匀后装瓶待测。

**1.2.2.3 氨基甲酸酯类农药净化。** 按照方法步骤要求, 使用全自动固相萃取仪进行 NH<sub>2</sub> 柱的净化操作, 全部洗脱液于

**作者简介** 王璐(1981-), 男, 吉林四平人, 副研究员, 硕士, 从事农产品质量安全检测研究。

**收稿日期** 2014-12-04

50℃水浴氮吹近干,用甲醇定容至2.5 ml,旋涡混匀,过0.2 μm 滤膜后装瓶待测。

**1.2.3 仪器测定。**按照 NY/T 761-2008 方法规定仪器条件进行测定。

**2 结果与分析**

**2.1 不确定度分量的来源分析** 根据 NY/T 761-2008 方法的规定,样品中被测农药含量按如下公式计算:

$$\omega = \frac{V_1 \times A_x \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \rho$$

式中,ω 为样品中被测农药浓度(mg/kg);ρ 为被测农药标准工作液浓度(mg/L);V<sub>1</sub> 为提取溶剂总体积(ml);V<sub>2</sub> 为分取体积(ml);V<sub>3</sub> 为待测溶液定容体积(ml);A<sub>x</sub> 为样液中被测农药峰面积;A<sub>s</sub> 为标准液中被测农药峰面积;m 为样品质量(g)。

根据上述公式分析,测量不确定度分量主要来源于样品质量、样品体积、仪器测定峰面积和标准溶液浓度4个方面(图1),据此可得合成不确定度为:

$$u_{rel}(\omega) = \sqrt{u_{rel}(m)^2 + u_{rel}(V)^2 + u_{rel}(A)^2 + u_{rel}(\rho)^2}$$

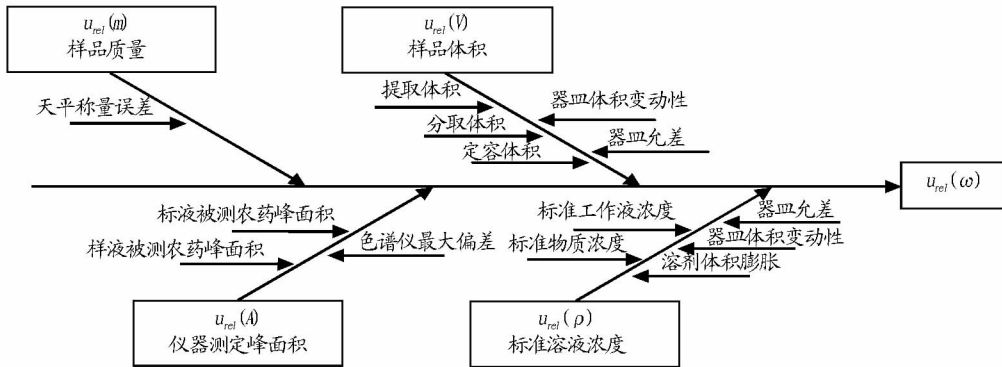


图1 测量不确定度分量来源

**2.2 样品质量(m)引入的不确定度** 样品称量使用分度为0.01 g 的中准确度级分析天平,不确定度由称量误差导致,在0~50 g 称量范围的最大允许误差为±0.005 g<sup>[10]</sup>,按矩形分布换算成相对不确定度为:

$$u_{rel}(m) = (0.005/\sqrt{3})/25 = 0.012\%$$

**2.3 样品体积(V)引入的不确定度**

**2.3.1 提取溶剂总体积(V<sub>1</sub>)引入的不确定度。**来源于2个方面:第一,50 ml 量筒吸取体积变动性,重复测定10次的标准偏差为±0.10 ml,按矩形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{1,1}) = (\Delta V_{1,1}/\sqrt{3})/V_1$ ;第二,50 ml 量筒满刻度最大允差为±0.50 ml<sup>[11]</sup>,按三角形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{1,2}) = (\Delta V_{1,2}/\sqrt{6})/V_1$ 。

提取溶剂总体积引入的相对合成不确定度为:

$$u_{rel}(V_1) = \sqrt{u_{rel}(V_{1,1})^2 + u_{rel}(V_{1,2})^2}$$

**2.3.2 样品溶液分取体积(V<sub>2</sub>)引入的不确定度。**来源于2个方面:第一,10 ml 移液管吸取体积变动性,重复测定10次的标准偏差为±0.01 ml,按矩形分布换算成相对不确定度

$u_{rel}(V_{2,1}) = (\Delta V_{2,1}/\sqrt{3})/V_2$ ;第二,10 ml 移液管最大允差为±0.05 ml<sup>[11]</sup>,按三角形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{2,2}) = (\Delta V_{2,2}/\sqrt{6})/V_2$ 。

样品溶液分取体积引入的相对合成不确定度为:

$$u_{rel}(V_2) = \sqrt{u_{rel}(V_{2,1})^2 + u_{rel}(V_{2,2})^2}$$

**2.3.3 待测溶液定容体积(V<sub>3</sub>)引入的不确定度。**来源于2个方面:第一,5 ml 离心管定容体积变动性,重复测定10次的标准偏差为±0.01 ml,按矩形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{3,1}) = (\Delta V_{3,1}/\sqrt{3})/V_3$ ;第二,5 ml 离心管最大允差为±0.10 ml<sup>[12]</sup>,按三角形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{3,2}) = (\Delta V_{3,2}/\sqrt{6})/V_3$ 。

待测溶液定容体积引入的相对合成不确定度为:

$$u_{rel}(V_3) = \sqrt{u_{rel}(V_{3,1})^2 + u_{rel}(V_{3,2})^2}$$

**2.3.4 样品体积引入的相对合成不确定度。**将上述不确定度分量合成即为样品体积引入的相对合成不确定度(表1):

$$u_{rel}(V) = \sqrt{u_{rel}(V_1)^2 + u_{rel}(V_2)^2 + u_{rel}(V_3)^2}$$

表1 样品体积不确定度评定

农药名称	V <sub>1</sub> ml	ΔV <sub>1,1</sub> ml	ΔV <sub>1,2</sub> ml	$u_{rel}(V_{1,1})$ (%)	$u_{rel}(V_{1,2})$ (%)	$u_{rel}(V_1)$ (%)	V <sub>2</sub> ml	ΔV <sub>2,1</sub> ml	ΔV <sub>2,2</sub> ml	$u_{rel}(V_{2,1})$ (%)	$u_{rel}(V_{2,2})$ (%)	$u_{rel}(V_2)$ (%)	V <sub>3</sub> ml	ΔV <sub>3,1</sub> ml	ΔV <sub>3,2</sub> ml	$u_{rel}(V_{3,1})$ (%)	$u_{rel}(V_{3,2})$ (%)	$u_{rel}(V_3)$ (%)	$u_{rel}(V)$ (%)
甲胺磷	50.00	±0.10	±0.50	0.115	0.408	0.424	10.00	±0.01	±0.05	0.058	0.204	0.212	5.00 ±0.01	±0.10	±0.10	0.115	0.816	0.824	0.951
甲氧菊酯	50.00	±0.10	±0.50	0.115	0.408	0.424	10.00	±0.01	±0.05	0.058	0.204	0.212	5.00 ±0.01	±0.10	±0.10	0.115	0.816	0.824	0.951
甲萘威	50.00	±0.10	±0.50	0.115	0.408	0.424	10.00	±0.01	±0.05	0.058	0.204	0.212	2.50 ±0.01	±0.10	±0.10	0.231	1.633	1.648	1.715

**2.4 仪器测定峰面积(A)引入的不确定度** 主要是由色谱仪检测重复性偏差导致的,依据色谱仪检定规程<sup>[13-14]</sup>,色谱仪定量测定重复性最大相对偏差为3%,按矩形分布换算成

相对不确定度为:

$$u_{rel}(A_x) = u_{rel}(A_s) = 3\%/\sqrt{3} = 1.732\%$$

将上述不确定度分量合成即为仪器测定峰面积引入的

相对合成不确定度:

$$u_{rel}(A) = \sqrt{u_{rel}(A_X)^2 + u_{rel}(A_S)^2} = 2.449\%$$

**2.5 被测农药标准工作液浓度( $\rho$ )引入的不确定度** 被测农药标准工作液由被测农药标准物质经连续 3 次稀释配制而成:第 1 次,用 0.5 ml 移液管吸取 0.5 ml 农药标准物质溶液于 10 ml 容量瓶中,用相应溶剂定容,配制成浓度为 50.0 mg/L 的标准溶液;第 2 次,用 0.5 ml 移液管吸取 0.5 ml 浓度为 50.0 mg/L 标准溶液于 10 ml 容量瓶中,用相应溶剂定容,配制成浓度为 2.5 mg/L 的标准溶液;第 3 次,用 0.5 ml 移液管吸取 0.4 ml 浓度为 2.5 mg/L 的标准溶液于 10 ml 容量瓶中,用相应溶剂定容,配制成浓度为 0.1 mg/L 的标准工作液。因此,被测农药标准物质工作液浓度引入的不确定度来源于被测农药标准物质浓度和标准工作液配制过程引入的不确定度。

**2.5.1 被测农药标准物质浓度引入的不确定度。**甲胺磷、甲氰菊酯和甲萘威标准物质使用国家二级农药标准物质,编号分别为 GBW(E)081334、GBW(E)081377 和 GBW(E)081314,质量浓度均为 1 000.0 mg/L,扩展不确定度为 7.0 mg/L(包含因子  $k=2$ ),标准物质引入的相对不确定度为:

$$u_{rel}(\rho_1) = 0.35\%$$

**2.5.2 标准工作液配制过程引入的不确定度。**配制过程引入的不确定度来源于 5 个方面:第一,0.5 ml 移液管吸取体积

变动性,由于 0.5 ml 移液管精度较高,因此吸取体积变动性引入的不确定度可忽略不计;第二,0.5 ml 移液管最大允差为  $\pm 0.005$  ml<sup>[11]</sup>,按三角形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(\rho_{2,1}) = (0.005/\sqrt{6})/0.5 = 0.408\%$ ;第三,10 ml 容量瓶最大允差为  $\pm 0.02$  ml<sup>[11]</sup>,按三角形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(\rho_{2,2}) = (0.02/\sqrt{6})/10 = 0.082\%$ ;第四,人眼观测容量瓶刻度线引入的不确定度,重复测定 10 次的标准偏差为  $\pm 0.01$  ml,按矩形分布换算成相对不确定度  $u_{rel}(\rho_{2,3}) = (0.01/\sqrt{3})/10 = 0.058\%$ ;第五,温度变化对体积的影响,试验温度控制在  $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$  范围内,容量瓶体积变化远小于溶剂体积变化,因此按矩形分布将溶剂体积变化换算成相对不确定度  $u_{rel}(V_{2,3}) = (\Delta T \times \alpha)/\sqrt{3}$ ,式中  $\alpha$  为溶剂体积膨胀系数,甲胺磷、甲氰菊酯和甲萘威分别使用丙酮、正己烷和甲醇溶剂定容。

由于标准工作液配制过程中 3 次使用的都是相同容量的量器,因此引入的相对合成不确定度为:

$$u_{rel}(\rho_2) = \sqrt{3 \times [u_{rel}(\rho_{2,1})^2 + u_{rel}(\rho_{2,2})^2 + u_{rel}(\rho_{2,3})^2 + u_{rel}(\rho_{2,4})^2]}$$

**2.5.3 被测农药标准工作液浓度引入的相对合成不确定度。**将上述各不确定度分量合成即为标准工作液浓度引入的相对不确定度(表 2):

$$u_{rel}(\rho) = \sqrt{u_{rel}(\rho_1)^2 + u_{rel}(\rho_2)^2}$$

表 2 标准工作液浓度不确定度评定

农药名称	$u_{rel}(\rho_1) // \%$	$u_{rel}(\rho_{2,1}) // \%$	$u_{rel}(\rho_{2,2}) // \%$	$u_{rel}(\rho_{2,3}) // \%$	$\Delta T // ^\circ\text{C}$	$\alpha // ^\circ\text{C}^{-1}$	$u_{rel}(\rho_{2,4}) // \%$	$u_{rel}(\rho_2) // \%$	$u_{rel}(\rho) // \%$
甲胺磷	0.350	0.408	0.082	0.058	5	0.001 49	0.430	0.601	1.098
甲氰菊酯	0.350	0.408	0.082	0.058	5	0.001 36	0.393	0.575	1.056
甲萘威	0.350	0.408	0.082	0.058	5	0.001 20	0.346	0.544	1.005

**2.6 测量均匀性引入的不确定度** 测量均匀性主要受样品前处理和仪器测定 2 个方面影响,由于样品前处理严格按照方法标准执行,样品均质和固相萃取净化由全自动设备完全,均匀性可以保证,而其他由均匀性引入的潜在不确定度已在样品质量和被测农药峰面积等部分进行了分析,因此,测量均匀性引入的不确定度可忽略不计。

**2.7 相对不确定度合成** 将上述各不确定度分量合成为该测量方法的相对合成标准不确定度。根据测量不确定度评定指南对一般实验室的要求<sup>[13]</sup>,在 95% 置信范围内,测量结果的扩展不确定度包含因子  $k \approx 2$ ,则相对扩展不确定度  $u_{0.95rel}(\omega) = k \times u_{rel}(\omega)$ (表 3)。

表 3 测量不确定度评定

农药名称	$u_{rel}(m)$	$u_{rel}(V)$	$u_{rel}(A)$	$u_{rel}(\rho)$	$u_{rel}(\omega)$	$u_{0.95rel}(\omega)$
甲胺磷	0.012	0.951	2.449	1.098	2.850	5.700
甲氰菊酯	0.012	0.951	2.449	1.056	2.830	5.660
甲萘威	0.012	1.715	2.449	1.005	3.150	6.300

### 3 讨论

该研究结果表明,色谱仪检测的重复性、标准工作液配制过程和待测溶液定容体积 3 个方面引入的不确定度是方

法测量不确定度的主要贡献者。通过分析不确定度分量的引入过程,发现可从以下 3 个方面降低测量不确定度:

(1) 由于 761 方法在蔬菜中农药残留检测方面具有通用性特点,因此在该研究过程中色谱仪重复性数据仅采用了符合计量检定要求的最低标准,故与上官苗苗等<sup>[8]</sup>的研究结果有一定差异。如采用黄荣浪等<sup>[6]</sup>的方法,针对特定蔬菜基质和农药品种开展仪器测定重复性分析,可在一定程度上降低方法的测量不确定度。

(2) 该研究过程中,从被测农药标准物质到标准储备液,再到仪器测定用标准工作液,配制过程经过 3 次稀释,不确定度是单次稀释过程的 $\sqrt{3}$ 倍。如简化标准工作液配制过程,则可有效降低测量不确定度。但值得注意的是,仪器测定用的标准工作液浓度通常在 0.1~0.5 mg/L,保存时限较短(14~21 d)<sup>[14]</sup>,通常需要随用随制,因此可能会增加检测成本、降低工作效率。

(3) 该研究中,待测溶液定容使用 5 ml 离心管,其最大允差( $\pm 0.10$  ml)较大,也是导致不确定度分量大的原因之一。因此,优化待测溶液定容方式或使用更精密玻璃器皿也可降低测量不确定度。

(下转第 119 页)

类、豆类、茄果类 3 类蔬菜是农药检出种类和使用频次较高的蔬菜种类。绿叶类中的毒死蜱、豆类中的氯氟氰菊酯、瓜类中腐霉利、甘蓝类中氧化乐果、白菜类中毒死蜱、茄果类中腐霉利、根菜类中甲拌磷的使用频率较高;③从全年不同抽检时间可以看出,农药残留水平随季节变化不明显,西宁市蔬菜农药残留检出率的高峰期一般为 1 和 3 月。

目前国内禁止的高毒农药大部分为杀虫剂,该研究结果说明随着国家禁止在蔬菜中使用高毒农药政策的进一步实施,大部分菜农已逐步开始使用低毒、中毒性农药来替代高毒性农药,可见农药检出率与我国农药生产结构有一定的相关性。根据不同种类蔬菜中农药残留检出率分析,绿叶类、茄果类和豆类蔬菜的检出农药种类较多,由于绿叶类、茄果类和豆类蔬菜营养丰富,虫害发生的机会就相对较多,使用农药种类和次数也会随之增加,从而导致农药残留的情况增加。在全年的蔬菜抽样检测中,1 和 3 月是农药残留检出频率较高的时期,其次是 10、12 月份农药检出也较高,其原因可能是由于 1、3、10 和 12 月份处于春冬季时期,在该段时期西宁市上市蔬菜大部分是南方蔬菜,自产菜相对较少,冬春季节蔬菜在温室中种植,温度适宜,生长较快,又缺少雨水冲刷,施用农药的降解速度很慢,同时是病虫害生长发育和繁殖的最佳时期,因此虫害发生的机会增加,农药的使用次数也会随之增加。另外,对于种植环境土壤中长期累积的农药

根菜类蔬菜吸附能力较强<sup>[8-10]</sup>,因此根菜类农药检出率较高。农药检出率较高的原因可能是:①使用高毒禁用农药;②使用农药浓度过高或用量过多;③不重视蔬菜上市前的安全间隔期;④蔬菜病虫抗性增强。因此,冬春种蔬菜施用农药一定要选择低毒、残效期短的农药品种,并在安全采收期前使用,以防引起药害。

### 参考文献

- [1] 温雅君,孙江,高景红,等. 蔬菜中农药残留检出率的规律性研究[J]. 中国农学通报,2012,28(12):248-251.
- [2] 闫实,张静,梁彦秋. 不同种类蔬菜农药残留检出率的规律性研究[J]. 安徽农业科学,2008,36(35):15670-15672.
- [3] 古君伶. 蔬菜中农药残留检出率探究及对策[J]. 北京农业,2014(3):58-59.
- [4] 田世英. 中国农产品质量安全状况及对策措施[J]. 中国农业信息,2005(4):425.
- [5] 王芳. 农产品质量安全监管效能评价及发展对策研究[J]. 农产品质量与安全,2011(5):23-27.
- [6] 黄月香,刘丽,塔尔顿,等. 北京市蔬菜农药残留及蔬菜生产基地农药使用现状研究[J]. 中国食品卫生杂志,2008,20(4):319-321.
- [7] 田琳,冯晓琦. 我国农药行业现状的现状与环保治理[J]. 世界农药,2009,31(2):31-33.
- [8] 魏启文,陶岭梅,宋修伟. 我国农药安全管理现状、机遇及发展对策[J]. 农产品质量与安全,2011(1):11-14.
- [9] 王律先. 2010 全国农药生产运行分析与 2011 年展望[J]. 中国石油和化工经济分析,2011(3):9-11.
- [10] 冯国民. 浅谈禁用农药种类、原因与替代农药品种[J]. 烟台果树,2007(4):6-7.

(上接第 115 页)

通过分析农药残留检测方法,结合试验操作步骤,建立数学模型,从计量学角度对检测过程系统效应产生的不确定度分量进行了评估,并以甲胺磷、甲氰菊酯和甲萘威作为方法三部分的代表,计算出了 761 方法测量结果的相对扩展不确定度分别为 5.70%、5.66% 和 6.30%,将该结果应用于检测数据临界值的判断中具有极其重要的实用意义,只有当检测数据减去相对扩展不确定度后,仍大于农药的最大残留限量时,才能判定检测结果超标<sup>[15]</sup>。同时,通过分析不确定度评定过程可知,农药残留检测的测量不确定度主要来源于仪器检测重复性、标准溶液配制过程和待测溶液定容体积引入的不确定度分量,而采用提升仪器设备稳定性、简化标准溶液配制过程和优化待测溶液定容方式等措施可有效降低测量不确定度。

### 参考文献

- [1] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1059.1-2012. 测量不确定度评定与表示[S]. 北京:中国标准出版社,2013.
- [2] 胡晓燕. 论测量不确定度[J]. 理化检验-化学分册,2002,38(8):406-409.
- [3] 梁开伦,焦天恕,李树斌,等. 分析实验数据处理中的测量不确定度[J]. 分析测试技术与仪器,2005,11(2):149-152.
- [4] 罗小玲,刘长勇,任雪燕. 气相色谱法测定蔬菜中氧化乐果农药残留量的测量不确定度评定[J]. 中国测试技术,2006,32(3):126-131.
- [5] 罗小玲,刘长勇,谢勇,等. 气相色谱法测定蔬菜中有机磷农药残留量的测量不确定度评定[J]. 石河子大学学报:自然科学版,2006,24(6):736-739.
- [6] 黄荣浪,章虎,王祥云,等. 气相色谱法测定蔬菜中有机磷农药残留的测量不确定度[J]. 安徽农业科学,2010,38(13):7124-7127.
- [7] 王立君,杨挺,皇甫伟国. 气相色谱(GC)测定蔬菜中拟除虫菊酯类农药残留量的不确定度计算与分析[J]. 中国农学通报,2009,25(7):219-222.
- [8] 上官苗苗,曹骁. 液相色谱法测定豇豆中灭多威农药残留量的测量不确定度评定[J]. 浙江农业学报,2013,25(1):108-112.
- [9] 中华人民共和国农业部. NY/T 761-2008. 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S]. 北京:中国农业出版社,2008.
- [10] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 1036-2008. 电子天平[S]. 北京:中国质检出版社,2008.
- [11] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 196-2006. 常用玻璃量器[S]. 北京:中国计量出版社,2006.
- [12] 国家质量监督检验检疫总局. JJG 12-1987. 刻度离心管、刻度试管、血糖管、消化管检定规程[S]. 北京:中国计量出版社,1987.
- [13] CNAS. GL06:2006. 化学分析中不确定度的评估指南[S]. 北京:中国合格评定国家认可委员会,2006.
- [14] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 27404-2008. 实验室质量控制规范 食品理化检测[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [15] EUROPEAN COMMISSION. SANCO 12571-2013. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed[S]. 2014.