

塑料包装中3种抗氧化剂测定的不确定度评定

白荣汉^{1,2,3}, 白泽清^{1,2,3}, 徐晖^{1,2,3}, 方溢彬^{1,2,3}

(1.厦门市产品质量监督检验院, 福建 厦门 361004; 2.国家物流包装产品质量检验检测中心(福建), 福建 厦门 361004; 3.厦门市食品包装材料安全评价及检测重点实验室, 福建 厦门 361004)

摘要: **目的** 评定气相色谱法测定塑料包装中3种抗氧化剂含量的不确定度, 进一步提高塑料包装中抗氧化剂检测数据的准确性。**方法** 根据SN/T 3042—2011采用气相色谱法对塑料包装中3种抗氧化剂含量进行测定, 经过分析不确定度的影响因素, 根据相应的数学模型计算各主要影响因素的不确定度, 给出塑料包装中3种抗氧化剂测定结果的扩展不确定度。**结果** 塑料包装中3种抗氧化剂的测量扩展不确定度: 丁基羟基茴香醚(BHA)为 (14.65 ± 1.09) mg/kg、2,6-二丁基羟基甲苯(BHT)为 (14.68 ± 1.03) mg/kg、特丁基对苯二酚(TBHQ)为 (14.44 ± 0.65) mg/kg ($P=95\%$, $k=2$)。**结论** 气相色谱法测定塑料包装中3种抗氧化剂含量的测量不确定度的主要影响因素为标准曲线拟合、配制标准工作液的量具以及仪器精密度。可通过使用精度更高的量具及仪器、选择合适的标准工作溶液浓度点、提高人员实操水平等措施减少不确定度, 进一步提高检测数据的准确度。

关键词: 气相色谱法; 塑料包装; 抗氧化剂; 不确定度

中图分类号: TB484.3; O657.7 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2022)05-0130-06

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2022.05.018

Evaluation on Determination Uncertainty of Three Antioxidants in Plastic Packaging Materials

BAI Rong-han^{1,2,3}, BAI Ze-qing^{1,2,3}, XU Hui^{1,2,3}, FANG Yi-bin^{1,2,3}

(1.Xiamen Products Quality Supervision & Inspection Institute, Xiamen 361004, China; 2.National Testing Center for Logistics Packing Products (Fujian), Xiamen 361004, China; 3.Xiamen Key Laboratory of Food Packing Material Safety Evaluation and Testing, Xiamen 361004, China)

ABSTRACT: The work aims to evaluate the uncertainty in determining the content of three antioxidants in plastic packaging materials by gas chromatography, and further improve the accuracy of the antioxidant detection data in plastic packaging materials. According to SN/T 3042—2011, the content of 3 antioxidants in plastic packaging materials was determined by gas chromatography. After analysis of factors affecting the uncertainty, the uncertainty of each main factor was calculated according to the corresponding mathematical model and the expanded uncertainty of the measurement results of 3 antioxidants in plastic packaging materials was obtained. The expanded uncertainty of measurement of three antioxidants in plastic packaging materials was BHA: (14.65 ± 1.09) mg/kg, BHT: (14.68 ± 1.03) mg/kg and TBHQ: (14.44 ± 0.65) mg/kg ($P=95\%$, $k=2$). The main factors affecting the determination uncertainty of the content of three antioxidants in plastic packaging materials by gas chromatography are: standard curve fitting, measuring tool for preparing standard working fluid and instrument precision. The uncertainty can be reduced by more accurate measuring tools and

收稿日期: 2021-05-19

基金项目: 厦门市市场监督管理局科技项目(XMSJ202004)

作者简介: 白荣汉(1988—), 男, 工程师, 主要研究方向为包装材料安全评价及检测。

instruments, suitable concentration points of standard working fluid, and improved practical level of personnel, so as to further improve the accuracy of detection data.

KEY WORDS: gas chromatography; plastic packaging materials; antioxidant; uncertainty

丁基羟基茴香醚(Butyl hydroxyanisid, BHA)、2,6-二丁基羟基甲苯(Butylated hydroxytoluene, BHT)、特丁基对苯二酚(Tertiary butylhydroquinone, TBHQ)是常用的酚类抗氧化剂,可用作食品接触材料用添加剂,以减缓塑料制品的老化,延长其使用寿命;也可延长其包装食品的保存期,保证食品的安全^[1-3]。上述 3 种抗氧化剂为环境激素,对人体有一定危害,具有致癌作用^[4-6]。

GB 9685—2016《食品安全国家标准食品接触材料及制品用添加剂使用标准》^[7]及欧盟颁布的管控塑料类食品接触材料的法规(EU)No10/2011^[8]对上述 3 种抗氧化剂在使用范围、最大使用量及特定迁移量等方面作出了规定。熊中强等^[9]在聚乙烯塑料、聚丙烯塑料、复合材料等不同样品中均有检出上述 3 种抗氧化剂。如果抗氧化剂使用不当,会增加塑料包装在与食品接触过程中有害物质的迁移风险,可能危害到人体的健康。

文中根据 JJF 1059.1—2012^[10]及 CNAS-GL006:2019^[11]规定的方法和要求,依据 SN/T 3042—2011^[12]采用气相色谱法测定塑料包装中 3 种抗氧化剂,根据相应的数学模型,进行抗氧化剂测定的不确定度评定,分析其不确定度的主要影响因素,并通过采取控制措施进一步减少检测结果的测量不确定度,提高检测数据的准确度,为正确评估塑料包装中 3 种抗氧化剂的食物安全风险提供依据。

1 实验

1.1 主要试剂和材料

主要试剂和材料: BHA、BHT、TBHQ 混合标准溶液质量浓度为 1000 mg/L,坛墨质检标准物质中心;环己烷,色谱纯,默克股份有限公司;塑料饮水杯样品,来源于厦门某超市。

1.2 仪器和设备

主要仪器和设备: Agilent 8890 气相色谱仪,配有 FID 检测器,安捷伦科技(中国)有限公司;BSA224S 分析天平,精度为 0.1 mg,德国赛多利斯公司;Vortex-3 旋涡混合器,艾卡(广州)仪器设备有限公司;Cryomill 冷冻研磨仪,德国 Retsch(莱驰)公司。

1.3 方法

1.3.1 配制标准工作液

准确吸取 BHA、BHT、TBHQ 混合标准溶液(1000

mg/L)0.05、0.125、0.25、0.375、0.5 mL 于一组 25 mL 容量瓶中,以环己烷定容,配制系列标准工作液。

1.3.2 样品前处理

采用低温冷冻研磨仪将样品研磨、混匀。称取 2 g 样品于平底烧瓶中,加 50 mL 环己烷,超声萃取 90 min。萃取液过滤移入旋转蒸发仪,蒸发至近干,以 10 mL 环己烷洗涤蒸发瓶 3 次,合并洗液并定容为 2 mL,进行色谱分析。

1.3.3 气相色谱条件

色谱柱: HP-5 (30 m×0.25 mm×0.25 μm); 升温程序: 初试温度 50 °C,以 20 °C/min 升温至 200 °C,以 5 °C/min 升温至 230 °C,以 20 °C/min 升温至 250 °C,保持 5 min; 进样口温度为 270 °C; 检测器温度为 300 °C; 载气流速为 1.4 mL/min; 进样量为 1 μL; 不分流进样。

1.4 测量模型

3 种抗氧化剂的测量模型按式(1)计算:

$$X_i = \frac{c \times V}{m} \times 1000 \quad (1)$$

式中: X_i 为被测样品抗氧化剂 i 含量 (mg/kg); c 为被测样品溶液抗氧化剂质量浓度 (mg/mL); V 为被测样品萃取液定容体积 (mL); m 为被测样品质量 (g)。

1.5 不确定度影响因素分析

根据测量模型和实际测量过程分析,该实验方法的不确定度主要影响因素有: 标准物质、配制系列标准工作液、标准工作曲线拟合、前处理、回收率及仪器性能等^[13-16]。

2 结果与分析

2.1 标准溶液引入的相对标准不确定度

2.1.1 标准物质引入的相对标准不确定度

查标准物质证书,3 种抗氧化剂标准物质浓度、标准物质扩展不确定度见表 1,由此引入的相对标准不确定度按式(2)计算。

$$u_{\text{rel}}(c) = \frac{\text{标准物质扩展不确定度}}{k \times 1000} \quad (2)$$

2.1.2 系列标准工作液配制引入的相对标准不确定度

2.1.2.1 量具使用引入的相对标准不确定度

按照 JJG 196—2006^[17]、JJG 646—22006^[18]的规

定,取矩形分布 $k=\sqrt{3}$,系列标准工作液配制时使用量具的规格、次数、允差及各分量的相对标准不确定度见表2。

量具使用引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{5u_{\text{rel}25}^2 + 2u_{\text{rel}200}^2 + 3u_{\text{rel}1000}^2} = 0.016$$

2.1.2.2 温度变化引入的相对标准不确定度

标准工作液用环己烷稀释配制,容量瓶和移液器的材质分别为玻璃、塑料。因塑料、玻璃的膨胀系数远小于环己烷的膨胀系数,所以计算因温度变化引入的不确定度时仅考虑环己烷。20℃时环己烷的膨胀系数为0.00119 mL/℃,实验室环境温度变化为(20±5)℃,取矩形分布 $k=\sqrt{3}$,温度变化引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(t) = \frac{5 \times 0.00119}{\sqrt{3}} = 0.0034$$

系列标准工作液由以上各分量引入的相对标准不确定度按式(3)计算。

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(t)} \quad (3)$$

由此可得,3种抗氧化剂测定由系列标准工作液配制引入的相对标准不确定度分别为: $u_{\text{rel}}(c_{\text{BHA}})=0.0046$ 、 $u_{\text{rel}}(c_{\text{BHT}})=0.0046$ 、 $u_{\text{rel}}(c_{\text{TBHQ}})=0.0063$ 。

2.2 标准工作曲线拟合引入的相对标准不确定度

以3种抗氧化剂标准工作液的浓度与峰面积进行最小二乘法拟合,则标准工作曲线拟合引入的相对标准不确定度按式(4)计算。

$$u_{\text{rel}}(Q) = \frac{s(A)}{a \times C_1} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{(C_1 - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}} \quad (4)$$

式中: $s(A)$ 为标准工作液峰面积的标准偏差,

$$s(A) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (aC_i + b)]^2}{n-2}}; N \text{ 为样品的平行测定次数, } N=6; n \text{ 为标准工作液的测定次数, } n=5; \bar{C} \text{ 为标准工作液的平均质量浓度, 为 } 10.4 \text{ mg/L; } C_1 \text{ 为实测样品的平均含量, BHA 为 } 4.651 \text{ mg/kg、BHT 为 } 14.684 \text{ mg/kg、TBHQ 为 } 14.435 \text{ mg/kg; } C_i \text{ 为标准工作液各浓度点; } A_i \text{ 为标准工作液的测量峰面积; } a \text{ 为标准工作曲线方程斜率; } b \text{ 为标准工作曲线方程截距。}$$

标准工作液测量峰面积、标准工作液峰面积标准偏差、标准工作曲线方程以及由标准工作曲线拟合引入的相对标准不确定度见表3—4。

表1 标准物质引入的相对标准不确定度

Tab.1 Relative standard uncertainty introduced by standard material

化合物	标准物质质量浓度/(mg·L ⁻¹)	标准物质扩展不确定度(含 $k=2$)/(mg·L ⁻¹)	相对标准不确定度
BHA	1000	±5.45	$u_{\text{rel}}(c_{\text{BHA}})=0.0027$
BHT	1000	±5.45	$u_{\text{rel}}(c_{\text{BHT}})=0.0027$
TBHQ	1000	±10.27	$u_{\text{rel}}(c_{\text{TBHQ}})=0.0051$

表2 量具使用引入的相对标准不确定度

Tab.2 Relative standard uncertainty introduced by use of measuring tools

量具	使用次数	允差	相对标准不确定度
25 mL 容量瓶(A级)	5	±0.03 mL	$u_{\text{rel}25} = \frac{0.03}{k \times 25} = 0.00069$
200 μL 移液器	2	±1.5%	$u_{\text{rel}200} = \frac{1.5\%}{k} = 0.0087$
1000 μL 移液器	3	±1.0%	$u_{\text{rel}1000} = \frac{1.0\%}{k} = 0.0058$

表3 3种抗氧化剂标准系列溶液的测量峰面积

Tab.3 Measurement peak area of 3 antioxidants in standard series of solutions

化合物	溶液质量浓度/(mg·L ⁻¹)				
	2	5	10	15	20
BHA	31.578	74.905	158.76	224.766	297.789
BHT	36.525	93.075	191.059	280.631	373.928
TBHQ	18.987	43.125	102.897	151.66	222.825

表 4 3 种抗氧化剂标准工作曲线引入的相对标准不确定度
Tab.4 Relative standard uncertainty introduced by standard working curves of 3 antioxidants

化合物	标准工作曲线方程	相关系数	标准偏差 $s(A)$	$u_{\text{rel}}(Q)$
BHA	$y=14.0927x+0.1466$	0.9994	15.98	0.0483
BHT	$y=17.7412x-1.1302$	0.9997	17.39	0.0417
TBHQ	$y=10.9905x-4.6918$	0.9982	7.98	0.0313

2.3 样品前处理引入的相对标准不确定度

按照 JJG 196—2006 的规定,取矩形分布 $k=\sqrt{3}$, 样品进行前处理过程量取萃取液环己烷使用吸量管的规格、次数和允差见表 5。

前处理因萃取液量取引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{\left(\frac{0.020}{\sqrt{3} \times 2}\right)^2 + 3 \times \left(\frac{0.040}{\sqrt{3} \times 10}\right)^2 + \left(\frac{0.10}{\sqrt{3} \times 50}\right)^2} = 0.0023$$

萃取液量取因温度变化引入的相对标准不确定度由 2.1.2.2 节可知: $u_{\text{rel}}(t) = 0.0034$ 。

由此可得,样品前处理因萃取液量取及温度变化引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \sqrt{u_{\text{rel}}(V)^2 + u_{\text{rel}}(t)^2} = 0.0041$$

2.4 样品重复测量引入的相对标准不确定度

取被测样品重复测量 6 次 ($n=6$), 则由被测样品重复测量引入的相对标准不确定度按式 (5) 计算。

$$u_{\text{rel}}(X) = \frac{s(X)}{\sqrt{n} \times c_1} \quad (5)$$

测量结果、标准偏差、相对标准不确定度见表 6。

2.5 样品回收率引入的相对标准不确定度

对空白试样进行添加水平为 5 mg/kg 的加标试验 ($n=6$), 则样品回收率引入的相对标准不确定度按式 (6) 计算。

$$u_{\text{rel}}(R) = \frac{s(R)}{\sqrt{n} \times R} \quad (6)$$

回收率、标准偏差、相对标准不确定度见表 7。

2.6 仪器引入的相对标准不确定度

查仪器校准证书, Agilent 8890 气相色谱仪的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(G) = 3\%$ 。

2.7 测量不确定度的评定

依据上述各主要影响因素的不确定度分析, 则塑料包装中 3 种抗氧化剂含量的合成相对标准不确定度按式 (7) 计算:

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}(c)^2 + u_{\text{rel}}(Q)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(X)^2 + u_{\text{rel}}(R)^2 + u_{\text{rel}}(G)^2} \quad (7)$$

在 95% 的置信概率下, 取 $k=2$, 则塑料包装中 3 种抗氧化剂的测定扩展不确定度按式 (8) 计算。

$$U = k \times u_{\text{rel}} \times c_1 \quad (8)$$

塑料包装中 3 种抗氧化剂的测定不确定度评定结果见表 8。

表 5 前处理过程使用的单标吸量管
Tab.5 Single standard pipette used in pretreatment process

单标吸量管 (B 级) /mL	使用次数	允差/mL
2	1	± 0.020
10	3	± 0.040
50	1	± 0.10

表 6 样品重复测量引入的相对标准不确定度
Tab.6 Relative standard uncertainty introduced by repeated measurement of sample

化合物	含量/(mg·kg ⁻¹)						平均值 c_1 /(mg·kg ⁻¹)	标准偏差 $s(X)$	$u_{\text{rel}}(X)$
	1	2	3	4	5	6			
BHA	14.613	14.589	14.781	14.685	14.664	14.576	14.651	0.0697	0.00275
BHT	14.653	14.619	14.819	14.710	14.697	14.607	14.684	0.0709	0.00279
TBHQ	14.393	14.34	14.592	14.504	14.421	14.361	14.435	0.0874	0.00350

表7 样品回收率引入的相对标准不确定度
Tab.7 Relative standard uncertainty introduced by recovery of sample

化合物	回收率/%						平均值 $\bar{R}/\%$	标准偏差 $s(R)$	$u_{rel}(R)$
	1	2	3	4	5	6			
BHA	94.1	92.1	92.8	96.5	97.4	93.2	94.4	2.13	0.0092
BHT	95.8	97.6	92.3	96.8	93.3	91.6	94.6	2.50	0.0108
TBHQ	96.1	91.6	95.3	95.9	97.5	97.2	95.6	2.13	0.0091

表8 3种抗氧化剂不确定度评定结果
Tab.8 Uncertainty evaluation results of 3 antioxidants

化合物	合成相对标准不确定度 u_{rel}	样品含量 $c_1/(mg \cdot kg^{-1})$	扩展不确定度 U	检测结果 ($k=2$) $/(mg \cdot kg^{-1})$
BHA	0.074	14.651	1.09	14.65±1.09
BHT	0.070	14.684	1.03	14.68±1.03
TBHQ	0.045	14.435	0.65	14.44±0.65

3 结语

文中对依据SN/T 3042—2011采用气相色谱法测定塑料包装中3种抗氧化剂进行了不确定度评定,通过不确定度评定分析,根据分析结果可知:影响因素最大的是标准工作曲线拟合引入的相对标准不确定度(BHA为4.8%、BHT为4.2%、TBHQ为3.1%),其次是仪器精密度引入的相对标准不确定度(3%)及配制标准工作液的量具引入的相对标准不确定度(1.6%)。为此,在日常检测过程中,可以选择精度更高并经计量合格的量具,选择与待测样品浓度相近的浓度点绘制标准工作曲线,加强仪器维护保养以维持高精密度,同时提高人员的实操水平,减少对检测结果影响较大的各种随机因素,从而进一步提高检测数据的准确度。

参考文献:

- [1] LI Liang, LIU Rong-li, HU Xiao-jia, et al. Establishment of Rapid Detection Method for Fat-Soluble Antioxidants BHA and BHT[J]. AIP Conference Proceedings, 2020, 2208(1): 1-6.
- [2] LONG T E, O'KEEFE S F, MARCY J E, et al. Release of Antioxidants from Poly(Lactide-co-Glycolide) Films into Dry Milk Products and Food Simulating Liquids[J]. International Journal of Food Science and Technology, 2008, 42(11): 1327-1337.
- [3] 平庆杰, 黄雪琳, 刘淑君, 等. 塑料食品接触材料中抗氧化剂研究进展[J]. 塑料工业, 2017, 45(10): 19-24.
PING Qing-jie, HUANG Xue-lin, LIU Shu-jun, et al. Research Progress on the Antioxidants in Plastic Food Contact Materials[J]. China Plastics Industry, 2017, 45(10): 19-24.
- [4] 平庆杰, 黄雪琳, 刘淑君, 等. 塑料食品接触材料中抗氧化剂研究进展[J]. 塑料工业, 2017, 45(10): 19-24.
PING Qing-jie, HUANG Xue-lin, LIU Shu-jun, et al. Research Progress on the Antioxidants in Plastic Food Contact Materials[J]. China Plastics Industry, 2017, 45(10): 19-24.
- [5] 王继才, 李少飞, 熊小婷, 等. 气相色谱-质谱联用法测定食品包装材料中4种苯酚类抗氧化剂迁移量[J]. 分析测试学报, 2018(7): 815-819.
WANG Ji-cai, LI Shao-fei, XIONG Xiao-ting, et al. Determination on Migration Quantity of Four Phenolic Antioxidants in Food Packaging Materials by Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2018(7): 815-819.
- [6] PIRES M A, MUNEKATA P E S, VILLANUEVA N D M, et al. The Antioxidant Capacity of Rosemary and GreenTea Extracts to Replace the Carcinogenic Antioxidant (BHA) in Chicken Burgers[J]. Journal of Food Quality, 2017, 2017: 2409527.
- [7] 邹哲祥, 李耀平, 林艳, 等. 气相色谱法测定食品包装材料中五种抗氧化剂迁移量[J]. 分析实验室, 2017, 36(9): 1067-1070.
ZOU Zhe-xiang, LI Yao-ping, LIN Yan, et al. Determination of the Migration of Five Antioxidants in Food Packaging Materials by Gas Chromatography[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2017, 36(9): 1067-1070.
- [8] GB 9685—2016, 食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准[S].
GB 9685—2016, National Food Safety Standard for Additives used in Food Contact Materials and Products[S].
- [9] No10/2011, Commission Regulation of Onplastic Materials and Articles Intended to come into Contact with

- Food[S].
- [10] 熊中强, 王利兵, 李宁涛, 等. 气相色谱法测定高分子食品包装材料中抗氧化剂的残留量[J]. 色谱, 2011, 29(3): 273-276.
XIONG Zhong-qiang, WANG Li-bing, LI Ning-tao, et al. Determination of Antioxidant Residues in Polymer Food Package Using Gas Chromatography[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2011, 29(3): 273-276.
- [11] JJF 1059.1—2012, 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1—2012, Evaluation and Expression of Measurement Uncertainty[S].
- [12] CNAS-GL006:2019, 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL006:2019, Guide for the Evaluation of Uncertainty in Chemical Analysis[S].
- [13] SN/T 3042—2011, 出口食品接触材料 高分子材料中抗氧化剂的测定 气相色谱法[S].
SN/T 3042—2011, Food Contact Materials for Export. Determination of Antioxidants in Polymers. Gas Chromatography[S].
- [14] 马妍. GC法测定山核桃油中的酚类抗氧化剂的不确定度分析[J]. 中国食物与营养, 2021, 27(2): 16-19.
MA Yan. Uncertainty Valuation on Determination of Phenolic Antioxidants in Pecan Oil by GC[J]. Food and Nutrition in China, 2021, 27(2): 16-19.
- [15] 唐媛媛, 庄姜云, 林铜锐, 等. 气相色谱法测定蜂蜜中马拉硫磷残留量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(22): 8578-8583.
TANG Yuan-yuan, ZHUANG Jiang-yun, LIN Jian-rui, et al. Uncertainty Evaluation for the Determination of Malathion Residue in Honey by Gas Chromatography[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(22): 8578-8583.
- [16] 舒平, 杨卫花, 徐幸. 气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定核桃油中酚类抗氧化剂的不确定度评估[J]. 食品科学, 2016, 37(6): 194-198.
SHU Ping, YANG Wei-hua, XU Xing. Evaluation of Uncertainties in Determination of Phenolic Antioxidants in Walnut Oil by Gas Chromatography-Triple Quadrupole Mass Spectrometry[J]. Food Science, 2016, 37(6): 194-198.
- [17] 王澍, 周玮婧, 江小明. 气相色谱法检测食品中的抗氧化剂BHA、BHT和TBHQ及不确定度评定[J]. 粮食与油脂, 2017, 30(10): 90-92.
WANG Shu, ZHOU Wei-jing, JIANG Xiao-ming. Detection of Antioxidants BHA, BHT and TBHQ in Food by Gas Chromatography and Uncertainty Measurement[J]. Cereals & Oils, 2017, 30(10): 90-92.
- [18] JJG 196—2006, 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196—2006, Verification Regulation of Working Glass Container[S].
- [19] JJG 646—2006, 移液器检定规程[S].
JJG 646—2006, Verification Regulation of Locomotive Pipette[S].