

doi:10.3969/j.issn.1008-6145.2023.05.019

# 高效液相色谱法测定化妆品中 8种维甲酸类药物的不确定度评定

张小媚,刘娟

(广东省药品检验所,国家药品监督管理局化妆品风险评估重点实验室,广州 510663)

**摘要** 建立了数学模型,考察《化妆品安全技术规范》(2015年版)中高效液相色谱法测定化妆品中8种维甲酸类药物含量的不确定度来源,对各组分的含量测定结果进行不确定度评定。结果显示,在95%的置信水平下,包含因子 $k=2$ ,化妆品中他卡西醇、他扎罗汀、阿维A、异维甲酸、维甲酸、维胺酯、依曲替酯、阿达帕林质量分数分别为0.007 7%、0.044 8%、0.041 8%、0.040 9%、0.047 3%、0.037 7%、0.040 6%和0.015 9%时,其相对扩展不确定度分别为0.000 24%、0.001 28%、0.001 28%、0.001 19%、0.001 39%、0.001 21%、0.001 26%和0.000 55%。测量不确定度主要来源于标准溶液的配制、标准曲线拟合、天平称量以及测量重复性,因此分析过程中应注意使用校正级别高的玻璃量器,增加系列标准溶液的校准点数及平行测量次数,以保证测量结果的准确度。

**关键词** 高效液相色谱法;维甲酸类药物;不确定度;化妆品

中图分类号:O657.7 文献标识码:A 文章编号:1008-6145(2023)05-0093-05

## Evaluation of uncertainty in the determination of 8 retinoic acids in cosmetics by high performance liquid chromatography

ZHANG Xiaomei, LIU Xiaojuan

(Guangdong Institute for Drug Control, National Medical Products Administration Key Laboratory  
for Safety Risk Assessment of Cosmetics, Guangzhou 510663, China)

**Abstract** The mathematical model for the determination of 8 kinds of retinoids in cosmetics by high performance liquid chromatography (HPLC) was established, according to Safety and Technical Standards for Cosmetics (2015), the measurement uncertainty of each component was evaluated. The results showed that the extended uncertainties of taccathinol, tazarotene, etretin, isotretinoin, tretinoin, viaminate, etretinate and adapalene were 0.000 24%, 0.001 28%, 0.001 28%, 0.001 19%, 0.001 39%, 0.001 21%, 0.001 26% and 0.000 55% (95% confidence level,  $k=2$ ) when their concentrations in cosmetics were 0.007 7%, 0.044 8%, 0.041 8%, 0.040 9%, 0.047 3%, 0.037 7%, 0.040 6% and 0.015 9%. The main sources of measurement uncertainty were the preparation of the standard solution, standard curve fitting, balance weighing and measurement repeatability. Therefore, during the analysis process, it should be paid attention to the use of glass measuring device with high correction level, increasing the calibration points and parallel measurement times of series standard solutions to ensure the accuracy of the measurement results.

**Keywords** high performance liquid chromatography; retinoids; uncertainty; cosmetics

他卡西醇、他扎罗汀、阿维A、异维甲酸、维甲酸、维胺酯、依曲替酯和阿达帕林均属于维甲酸类抗角质异化药物。该类药物通过调节细胞分化和增值,维持上皮正常角化,可抑制皮肤滞留性角化过度,防止新的阻塞和炎症性损害的形成,减少皮质分

泌,减少粉刺形成,被广泛应用于皮肤的抗角化、抑制粉刺、抗炎、痤疮治疗等方面<sup>[1-2]</sup>。《化妆品安全技术规范》(2015年版)(以下简称《规范》)<sup>[3]</sup>规定,禁止在化妆品中添加维甲酸及其盐类。然而,一些不法生产商为了使产品达到前述效果,在化妆品中非法

通信作者 张小媚,主管药师,主要研究方向为药品和化妆品检验及其质量研究

收稿日期 2023-03-27

引用格式 张小媚,刘娟.高效液相色谱法测定化妆品中8种维甲酸类药物的不确定度评定[J].化学分析计量,2023,32(5): 93.

ZHANG Xiaomei, LIU Xiaojuan. Evaluation of uncertainty in the determination of 8 retinoic acids in cosmetics by high performance liquid chromatography[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2023, 32(5): 93.

添加维甲酸类药物,人们长期使用此类化妆品,会造成皮肤损害、肝损害等严重的后果。为了控制化妆品的产品质量、保障人体健康,必须加强化妆品中非法添加维甲酸类药物的监管力度。目前,检测维甲酸类药物的方法主要是高效液相色谱法<sup>[4~8]</sup>。2021年,《规范》中“第四章 2.28 维甲酸和异维甲酸”的检验方法修订为“化妆品中维甲酸等8种组分”的检验方法。

由于检验方法的含量测定结果受到人员、试剂、仪器、环境等各方面因素的影响,为了评价《规范》中高效液相色谱法测定维甲酸等8种组分的测量结果的不确定度,参考不确定度评价的有关文献[9~14],笔者对维甲酸等各组分含量的不确定度进行了评定,为方法测量结果的可靠性提供科学依据。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

高效液相色谱仪:SHIMADZU LC-20AT型,配DAD检测器,日本岛津公司。

电子分析天平:(1)XS205DU型,感量为0.01 mg;(2)MS204S型,感量为0.1 mg,瑞士梅特勒-托利多公司。

移液管:1.0、2.0、5.0 mL, A级。

容量瓶:10、25、50、100 mL。

他卡西醇标准品:质量分数为95.00%,欧洲药品质量管理局。

他扎罗汀标准品:质量分数为100.00%,中国药品生物制品检定所。

阿维A、异维甲酸、维胺酯标准品:质量分数分别为99.15%、99.24%、99.79%,香港标准物质研究院。

维甲酸标准品:质量分数为99.7%,北京曼哈格生物科技有限公司。

依曲替酯、阿达帕林标准品:质量分数分别为99.95%、98.00%,上海麦克林生化科技股份有限

公司。

甲醇、四氢呋喃:色谱纯,霍尼韦尔(中国)有限公司。

乙酸:优级纯,广州化学试剂厂。

化妆品样品:祛痘修护爽肤水,市售。

实验用水为Milli-Q自制超纯水。

### 1.2 色谱条件

色谱柱:Phenomenon Titank C<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 广州菲罗门科学仪器有限公司);流动相:A为体积分数为0.5%的乙酸溶液,B为甲醇,流量为1.0 mL/min;检测波长:355、269 nm;柱温:35 °C;进样体积:10 μL。

### 1.3 标准溶液的配制

标准储备溶液:(1)称取他扎罗汀、阿维A、异维甲酸、维甲酸、依曲替酯、维胺酯各10 mg,置于10 mL棕色容量瓶中,阿维A、依曲替酯先以少许四氢呋喃溶解,再加入甲醇稀释至标线,摇匀,以上组分的质量浓度均为1 mg/mL;(2)称取阿达帕林10 mg,置于25 mL棕色容量瓶中,以少许四氢呋喃溶解后,加入甲醇稀释至标线,其中阿达帕林质量浓度为0.4 mg/mL;(3)称取他卡西醇10 mg,置于50 mL棕色容量瓶中,加入甲醇溶解并稀释至标线,其中他卡西醇质量浓度为0.2 mg/mL。

混合标准溶液:分别移取标准储备溶液各5 mL,置于50 mL棕色容量瓶中,加入甲醇稀释至标线,摇匀,临用现配。其中他扎罗汀、阿维A、异维甲酸、维甲酸、依曲替酯、维胺酯的质量浓度均为0.1 mg/mL,阿达帕林质量浓度为0.04 mg/mL,他卡西醇质量浓度为0.02 mg/mL。

系列混合标准溶液:分别移取混合标准溶液1.0、5.0、1.0、2.0、5.0 mL,置于100、100、10、10、10 mL棕色容量瓶中,用甲醇稀释至标线。6种不同浓度的混合标准溶液(编号为S1~S6)中,各组分的质量浓度见表1。

表1 系列混合标准溶液各组分的质量浓度

混合标准溶液	他扎罗汀	阿维A	异维甲酸	维甲酸	依曲替酯	维胺酯	阿达帕林	他卡西醇	μg/mL
S1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.4	0.2	
S2	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	2.0	1.0	
S3	10	10	10	10	10	10	4.0	2.0	
S4	20	20	20	20	20	20	8.0	4.0	
S5	50	50	50	50	50	50	20	10	
S6	100	100	100	100	100	100	40	20	

#### 1.4 样品溶液的配制

称取样品0.5 g于10 mL容量瓶中,加适量甲醇涡旋处理1 min,再加入甲醇定容至标线,摇匀,超声提取15 min,以4 000 r/min转速离心5 min,取上清液,经0.45 μm滤膜过滤,滤液作为样品溶液。

#### 1.5 测定方法

取系列混合标准工作溶液10 μL分别进样,进行液相色谱分析,以系列标准溶液浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,进行线性回归,建立标准工作曲线,计算回归方程、相关系数。

取样品溶液进样,进行色谱分析,根据保留时间定性,测得色谱峰面积,根据标准曲线法计算样品溶液中各组分的浓度。

### 2 数学模型及不确定度来源分析

#### 2.1 数学模型

样品中各组分的质量分数按式(1)计算:

$$\omega = \frac{\rho V}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中: $\omega$ —样品中目标组分的质量分数,%;

$\rho$ —代入标准曲线计算得到的各目标组分的质量浓度,mg/L;

$V$ —样品溶液定容体积,mL;

$m$ —样品质量,g。

#### 2.2 测量不确定度的来源

各组分的不确定度来源主要有以下几个方面:

(1) 样品称取质量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\omega)$ 。

(2) 样品溶解体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$ 。

(3) 样品中各组分的质量浓度测定引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\rho)$ :包括标准物质称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel,s}}(m_s)$ 、标准溶液体积引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel,s}}(V_s)$ 以及标准曲线拟合引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel,s}}(f)$ 。

(4) 样品测量重复性引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$ 。

#### 2.3 合成相对标准不确定度表达式

2.2所述各不确定度分量相互独立,测量结果总合成相对标准不确定度按式(2)计算:

$$u_{\text{c,rel}}(\omega) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\omega) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\rho) + u_{\text{rel}}^2(R)} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel,s}}^2(m_s) + u_{\text{rel,s}}^2(V_s) + u_{\text{rel,s}}^2(f) + u_{\text{rel}}^2(R)} \quad (2)$$

### 3 各分量相对标准不确定度的评定

#### 3.1 样品称取质量引入的相对标准不确定度

样品称取质量为0.5 g,其不确定度由天平引入,天平称量不确定度的分量包括天平最大示值误差和偏载,其关系为线性叠加。查天平的校准证书,忽略天平偏载(每次称量将被称量物置秤盘中心时可忽略)的影响,量程为0~50 g的示值允差绝对值为0.5 mg,均认为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ 。则样品取样量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{0.5}{k \times m} = 0.00058$$

#### 3.2 样品溶解体积引入的相对标准不确定度

样品溶解体积的不确定度由10 mL容量瓶引入,不确定度主要来源包括量瓶的标称容量允差 $u(V_1)$ 和温度对体积的影响 $u(V_2)$ ,其关系为线性叠加。由JJG 196—2006<sup>[15]</sup>可知,10 mL量瓶的标称容量允差为±0.020 mL,认为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ 。溶解样品时温度为16 °C,该容量瓶检定温度为20 °C,由于液体的体积膨胀明显大于量瓶本身的体积膨胀,可只考虑液体的体积膨胀,已知甲醇在20 °C时的体积膨胀系数为0.00119 °C<sup>-1</sup>,认为体积变化为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ ,则样品溶解体积引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \frac{\sqrt{u^2(V_1) + u^2(V_2)}}{V} = \sqrt{\left(\frac{0.020}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left[\frac{10 \times 0.00119 \times (20 - 16)}{\sqrt{3}}\right]^2} = 0.0030$$

#### 3.3 样品中各组分质量浓度引入的相对标准不确定度

##### 3.3.1 标准物质称量引入的相对标准不确定度

标准物质称取0.01 g,查天平校准证书,量程为0~5 g的示值允差绝对值为0.05 mg,均认为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ ,各组分标准物质取样量引入的不确定度参照3.1计算。

##### 3.3.2 标准溶液体积引入的相对标准不确定度

标准溶液体积引入的不确定度主要来源于容量瓶和单标线吸量管。依据JJG 196—2006可知,10、25、50、100 mL容量瓶的容量允差分别为±0.02、±0.03、±0.05、±0.10 mL,均为矩形分布, $k=\sqrt{3}$ ;1、2、5 mL单标线吸量管的容量允差分别为±0.007、±0.010、±0.015 mL,均按矩形分布, $k=\sqrt{3}$ 。标准溶

液配制时的温度为16 °C,已知甲醇体积膨胀系数为0.001 19 °C<sup>-1</sup>,均按矩形分布,k=√3。标准溶液体积产生的不确定度由各分量的标准不确定度合成计算。

各组分标准物质称量及标准溶液体积产生的相对标准不确定度计算结果见表2。

表2 各组分标准物质称量及标准溶液体积产生的相对标准不确定度

不确定度	他卡西醇	他扎罗汀	阿维A	异维甲酸	维甲酸	维胺酯	依曲替酯	阿达帕林
$u_{\text{rel},s}(\text{m}_s)$	0.002 9	0.002 9	0.002 9	0.002 9	0.002 9	0.002 9	0.002 9	0.002 9
$u_{\text{rel},s}(V_s)$	0.012 4	0.012 4	0.012 4	0.012 4	0.012 4	0.012 4	0.012 4	0.012 4

表3 各组分的标准曲线拟合数据

组分	标准工作溶液质量浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )	3次测量色谱峰面积平均值	线性方程
他卡西醇	0.20,0.98,1.96,3.93,9.82,19.65	5 429,24 088,47 332,93 345,228 115,465 302	$y=23 578.5x+335.7$
他扎罗汀	1.16,5.80,11.59,23.18,57.95,115.90	79 710,371 413,705 060,1 376 143,3 354 139,6 759 147	$y=58 010.2x+23 352.0$
阿维A	1.09,5.46,10.93,21.85,54.63,109.26	108 711,507 469,967 787,1 894 126,4 653 174,9 447 655	$y=86 061.5x+14 778.2$
异维甲酸	1.05,5.27,10.54,21.08,52.70,105.39	101 784,472 856,900 740,1 759 115,4 301 534,8 729 202	$y=82 392.8x+18 950.7$
维甲酸	1.22,6.10,12.20,24.41,61.02,122.03	137 316,635 366,1 208 359,2 359 630,5 769 625,11 715 369	$y=95 491.3x+25 159.0$
维胺酯	1.00,4.98,9.97,19.94,49.85,99.69	85 244,397 362,755 656,1 480 738,3 618 151,7 344 651	$y=73 296.0x+15 164.7$
依曲替酯	1.07,5.36,10.72,21.45,53.62,107.25	103 399,480 166,911 618,1 784 927,4 384 590,8 920 798	$y=82 773.0x+12 347.0$
阿达帕林	0.42,2.11,4.23,8.46,21.15,42.30	17 619,81 725,154 205,298 772,723 928,1 459 814	$y=34 292.5x+6 367.2$

称取样品0.5 g于10 mL容量瓶中,加入2.0 mL混合标准工作溶液S6,按1.4方法处理,得到加标样品溶液,重复测定6次试验结果见表4。

表4 加标样品溶液各组分质量分数测定结果

组分	6次测量色谱峰面积	质量分数平均值/%
他卡西醇	92 482,92 442,92 746, 92 692,92 576,92 841	0.007 7
他扎罗汀	1 343 391,1 342 936,1 342 671, 1 341 594,1 342 498,1 341 606	0.044 8
阿维A	1 837 028,1 836 266,1 837 400, 1 838 319,1 838 640,1 835 702	0.041 8
异维甲酸	1 728 352,1 728 072,1 727 359, 1 727 044,1 727 698,1 726 222	0.040 9
维甲酸	2 318 683,2 318 234,2 317 816, 2 317 734,2 318 194,2 315 071	0.047 3
维胺酯	1 416 247,1 414 604,1 417 465, 1 417 984,1 417 402,1 411 551	0.037 7
依曲替酯	1 715 757,1 716 887,1 714 561, 1 715 045,1 714 578,1 714 264	0.040 6
阿达帕林	283 532,283 056,283 509, 283 099,283 197,282 755	0.015 9

将表3数据代入式(3)计算各组分所得色谱峰面积的标准偏差,参照JJF 1135—2005<sup>[16]</sup>5.4,按式(4)计算标准曲线拟合引入的标准不确定度:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_2} [A_j - (B_0 + B_1 \rho_j)]^2}{n_2 - 2}} \quad (3)$$

### 3.3.3 标准曲线拟合引入的相对标准不确定度

按1.2方法测定6种浓度的系列混合标准工作溶液,每种浓度分别测定3次,得到对应的色谱峰面积,用最小二乘法拟合得到各组分的质量浓度与色谱峰面积的斜率为 $b_1$ ,截距为 $b_0$ 的标准工作曲线 $A=b_1\rho+b_0$ ,各组分标准曲线相关的拟合数据见表3。

$$u_s(f) = \frac{S_R}{B_1} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} + \frac{(\bar{\rho} - \rho)^2}{\sum_{j=1}^{n_2} (\rho_j - \bar{\rho})^2}} \quad (4)$$

式中: $A_j$ ——第j次测量标准溶液所得的色谱峰面积;

$\rho_j$ ——第j次测量标准溶液的浓度,mg/L;

$j$ ——获得标准曲线的测量次数,j=18;

$S_R$ ——标准溶液峰面积的残差的标准差;

$n_1$ ——样品溶液测量次数, $n_1=6$ ;

$n_2$ ——6种标准溶液测量总次数, $n_2=18$ ;

$\rho$ ——单个样品各组分的质量浓度,mg/L;

$\bar{\rho}$ ——系列标准溶液质量浓度平均值,mg/L。

计算所得各组分标准曲线拟合引入的相对标准不确定度结果见表5。

表5 各组分标准曲线拟合引入的不确定度

组分	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	$\bar{\rho}/(mg \cdot L^{-1})$	$S_R$	$u_s(f)$	$u_{\text{rel},s}(f)$
他卡西醇	3.91	6.09	1 086.08	0.023	0.005 8
他扎罗汀	22.74	35.93	9 754.68	0.082	0.003 6
阿维A	21.18	33.87	18 617.46	0.106	0.005 0
异维甲酸	20.74	32.67	17 346.15	0.103	0.005 0
维甲酸	24.01	37.83	24 015.77	0.123	0.005 1
维胺酯	19.11	30.90	14 712.55	0.099	0.005 2
依曲替酯	20.57	33.25	19 526.66	0.116	0.005 6
阿达帕林	8.07	13.11	2 493.65	0.036	0.004 4

### 3.4 测量重复性引入的相对标准不确定度

分别在6份阴性样品(质量分别为0.5072、0.5058、0.4984、0.5127、0.5037、0.5077g)中精密加入2.0mL混合标准工作溶液S6,按1.4样品溶液的配制同法处理。按照A类评定,计算样品的质量浓度 $X$ ,以公式(5)计算测量重复性引入的相对标准不确定度,结果见表6。

$$u_{\text{rel}}(R) = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}}{\sqrt{n} \times \bar{X}} \quad (5)$$

表6 各组分测量重复性测定结果

组分	质量浓度平均值 $\bar{X}/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	$u_{\text{rel}}(R)$
他卡西醇	3.90	0.0054
他扎罗汀	22.77	0.0041
阿维A	21.22	0.0059
异维甲酸	20.69	0.0038
维甲酸	23.95	0.0038
维胺酯	19.20	0.0075
依曲替酯	20.73	0.0058
阿达帕林	8.14	0.0101

### 4 合成相对标准不确定度

样品中各组分的合成相对标准不确定度按2.3公式(2)计算,结果见表7。

表7 各组分合成相对标准不确定度

组分	$u_c(\omega)$	$u_{c,\text{rel}}(\omega)/\%$
他卡西醇	0.015	0.00012
他扎罗汀	0.014	0.00064
阿维A	0.015	0.00064
异维甲酸	0.015	0.00060
维甲酸	0.015	0.00069
维胺酯	0.016	0.00060
依曲替酯	0.015	0.00063
阿达帕林	0.017	0.00027

### 5 扩展不确定度

在95%的置信水平下,取包含因子 $k=2$ ,则化妆品中各组分扩展不确定度 $U=u_{c,\text{rel}}(\omega)\times k$ ,以样品溶液6次测量结果的平均值作为各组分质量分数,测定值和扩展不确定度结果见表8。

表8 各组分相对扩展不确定度

组分	质量分数/%	$U$
他卡西醇	0.0077	0.00024
他扎罗汀	0.0448	0.00128
阿维A	0.0418	0.00128
异维甲酸	0.0409	0.00119
维甲酸	0.0473	0.00139
维胺酯	0.0377	0.00121
依曲替酯	0.0406	0.00126
阿达帕林	0.0159	0.00055

### 6 结语

高效液相色谱法测定化妆品中维甲酸等8种组分的不确定度的主要影响因素包括标准物质及样品的称量和定容、标准曲线拟合、测量重复性等。在实际工作中,可通过:使用校正级别高的玻璃量器、使实验温度接近玻璃量器校准时的温度以减小玻璃量器引入的不确定度;增加系列标准溶液的校准点数和标准溶液的测量次数以降低标准曲线拟合引入的不确定度;在一定范围内增大标准品的取样量可减小由标准品称量引入的不确定度。

### 参 考 文 献

- [1] 刘莹,李启艳,王小兵,等.高效液相色谱法检测化妆品中非法添加的6种抗角化药物[J].卫生研究,2017,46(5):847.
- [2] 姜成君,赵桂玲,孟庆玉,等.化妆品中阿达帕林等7种成分检验方法的建立[J].香精香料化妆品,2021(4):41.
- [3] 国家食品药品监督管理总局.化妆品安全技术规范(2015年版)[S].北京:中国标准出版社,2016.
- [4] 张丽媛,吴鸳鸯,刘晨晨,等.高效液相色谱法测定祛痘类化妆品中4种禁用物质[J].日用化学工业,2021,51(7):686.
- [5] 刘玉玲,林亮亮,潘小红,等.高线液相色谱法测定化妆品中视黄醇等9种组分[J].日用化学工业,2021,51(10):1032.
- [6] 杜威,王红青,屠海云,等.用高效液相色谱法测定化妆品中4种维甲酸类物质[J].中国食品,2012(14):72.
- [7] 陈张好,方继辉,刘娟娟.高效液相色谱法测定化妆品中维甲酸和异维甲酸[J].理化检验(化学分册),2013,49(2):208.
- [8] 严晓明,谭妙娟,何炳洪.建立检测祛痘类化妆品中违禁添加维A酸的液相分析法[J].中国药事,2014,28(6):580.
- [9] 辛希奕.感耦合等离子体质谱法测定儿童洗手液中17种有害元素的不确定度评定[J].化学分析计量,2022,31(5):89.
- [10] 范菲,黄炯力,安庆,等.化妆品中新补骨脂异黄酮、补骨脂二氢黄酮、补骨脂素和异补骨脂素含量的测量不确定度评定[J].计量学报,2021,42(8):1094.
- [11] 蒋凤兵.HPLC-MS/MS法测定化妆品中克霉唑含量的不确定度评定[J].广州化工,2022,50(7):108.
- [12] 程红新,陆军.高效液相色谱法测定化妆品中甲基氯异噻唑啉酮的不确定度分析[J].品牌与标准化,2021(4):46.
- [13] 陈鸿玉,易必新,石笑弋,等.液质联用法测定二甲双胍片中N-亚硝基二甲胺的不确定度评定[J].中国药品标准,2021,22(3):247.
- [14] 孙亚真,涂勇刚.微波消解-原子荧光法测定化妆品中砷含量的不确定度评定[J].化学研究与应用,2016,28(2):204.
- [15] 国家质量监督检验检疫总局.常用玻璃量器检定规程:JJG 196—2006[S].北京:中国计量出版社,2007.
- [16] 国家质量监督检验检疫总局.化学分析测量不确定度评定:JJF 1135—2005[S].北京:中国质检出版社,2005.