IL-1 及 ICAM-1 表达,较全面调控支架置入部位的炎症反应,进而达到稳定斑块、降低急性冠脉事件及再狭窄发生率的作用。这也可能是丹参多酚酸盐有效治疗不稳定心绞痛的机制之一。

综上所述,IL-18、IL-1 及 ICAM-1 等多功能炎症因子可能协同参与 UAP 及再狭窄的发生发展,丹参多酚酸盐的满意临床疗效可能与其抑制上述及其他多种细胞因子的产生,较全面调控 AS 及支架置入部位炎症反应,稳定斑块有关。支架置入术前、术后联合应用丹参多酚酸盐多方位调节冠脉局部或全身的炎症反应,可能有助于管壁损伤的修复、减少血栓及再狭窄的发生。

参考文献

- 1 Packard RR, Libby P. Inflammation in atherosclerosis: from vascular biology to biomarker discovery and risk prediction. *Clin Chem*, 2008, 54(1):24-38
- 2 Kleemann R, Zadelaar S, Kooistra T. Cytokines and atherosclerosis: a comprehensive review of studies in mice. *Cardiovasc Res*, 2008, 79(3):360-376
- 3 Blankenberg S, Luc G, Ducimetiere P, et al. Interleukin-18 and the risk of coronary heart disease in European men; the prospective epidemiological study of myocardial infarction (PRIME). *Circulation*, 2003, 108(20):2453-2459
- 4 Apostolakis S, Vogiatzi K, Krambovitis E, et al. cytokines in cardiovascular disease: diagnostic, prognostic and therapeutic implications. *Cardiovasc Hematol Agents Med Chem*, 2008, 6(2):150-158
- 5 Sattar N, Murray HM, Welsh P, et al. Are elevated circulating intercellular adhesion molecule 1 levels more strongly predictive of diabetes than vascular risk? Outcome of a prospective study in the elderly. Pro-

spective Study of Pravastatin in Elderly at Risk Trial Study Group. *Diabetologia*, 2009, 52(2):235-239

- 6 苗阳,高铸焯,徐凤芹,等.丹参多酚酸盐治疗冠心病心绞痛(心血瘀阻证)的临床观察. *中药研究与信息*, 2005, 7(10):23-26
- 7 Souza JR, Oliveira RT, Blotta MH, et al. Serum levels of interleukin-6 (IL-6), interleukin-18 (IL-18) and C-reactive protein (CRP) in patients with type-2 diabetes and acute coronary syndrome without ST-segment elevation. *Arq Bras Cardiol*, 2008, 90(2):86-90
- 8 Heinisch RH, Zanetti CR, Comin F, et al. Serial changes in plasma levels of cytokines in patients with coronary artery disease. *Vasc Health Risk Manag*. 2005, 1(3):245-250
- 9 Ozeren A, Aydin M, Tokac M, et al. Levels of serum IL-1beta, IL-2, IL-8 and tumor necrosis factor-alpha in patients with unstable angina pectoris. *Mediators Inflamm*, 2003, 12(6):361-365
- 10 Chamberlain J, Francis S, Brookes Z, et al. Interleukin-1 regulates multiple atherogenic mechanisms in response to fat feeding. *PLoS One*, 2009, 231(4):5073-5099
- 11 Frank PG, Lisanti MP. ICAM-1: role in inflammation and in the regulation of vascular permeability. *Am J Physiol Heart Circ Physiol*, 2008, 295(3):H926-H927
- 12 郑建文.注射用丹参多酚酸盐治疗冠心病45例. *中西医结合心脑血管病杂志*, 2006, 4(12):1039-1040
- 13 王明伟,张殿福,唐建金,等.丹参多酚酸盐对猪急性心肌梗死后心肌细胞凋亡和心功能的影响. *中西医结合学报*, 2009, 7(2):140-144
- 14 谈世进,郭慧峰,陆燕.丹参多酚酸盐对老年不稳定型心绞痛患者内皮功能的影响. *实用老年医学*, 2009, 23(2):87-89

(收稿:2009-11-05)

(修回:2009-11-17)

气相色谱法检测原料乳中有机磷农药残留量的测量不确定度评价

孙国新 任刚 娄峰阁 邵福祥 左嵩 陈本东 薛海峰 杜琳琳

摘要 通过对气相色谱法检测原料乳中农药残留量的测量过程不确定度来源的系统分析,提高对原料乳中农药残留量的检测水平和能力,并找出影响测量结果不确定度的主要因素;**方法** 确立检测过程数学模型,用气相色谱法检测原料乳中有机磷农药残留量、对测量过程不确定度进行评价。**结果** 原料乳中有机磷农药残留量的测量标准不确定度由称量、样品提取过程、稀释过程、标准物质、进样体积和仪器校准值引入的不确定度各组分合成。测量结果的扩展不确定度按式 $U = k \times C_x \times$

基金项目:国家质检总局科技计划项目(HLJCIQ2009IK147)

作者单位:150001 哈尔滨,黑龙江出入境检验检疫局(孙国新、邵福祥、左嵩);广东省东莞出入境检验检疫局(任刚);齐齐哈尔医学院公共卫生学院(娄峰阁、薛海峰、杜琳琳);齐齐哈尔市铁锋区疾病预防控制中心(陈本东)

通讯作者:娄峰阁,电子邮箱:lfgycy@163.com

$u_{rel(合)}$ 计算。测定结果报告 $C = C_X \pm U$, 以加入农药标准物质至 0.4mg/kg 的原料乳做气相色谱法检测 6 种有机磷残留量分别报告为 (0.4 ± 0.050) mg/kg、 (0.4 ± 0.029) mg/kg、 (0.4 ± 0.027) mg/kg、 (0.4 ± 0.029) mg/kg、 (0.4 ± 0.057) mg/kg、 (0.4 ± 0.034) mg/kg。结论 从气相色谱法检测原料乳中农药各组残留量的测量不确定度分量汇总分析可以看出, 测量不确定度一般来源于随机性和模糊性, 是由许多分量组成, 其分量可用统计分布来进行评价, 并且以实验标准(偏)差表征。

关键词 原料乳 农药残留 气相色谱 测量不确定度

Measurement Uncertainty Assessment of Organophosphorus Pesticide Residues in Raw Milk with Gas Chromatography. Sun Guoxin, Ren Gang, Lou Fengge, Shao Fuxiang, et al. Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau, Heilongjiang 150001, China

Abstract Objective To enhance the level and ability of measuring pesticide residues in raw milk and find out the primary factors of affecting measurement uncertainty. **Methods** The mathematic model of measurement was established in order to evaluate measurement uncertainty of organophosphorus pesticide residues in raw milk with gas chromatography. **Results** The standard measurement uncertainty of organophosphorus pesticide residues in raw milk made up of weighing, sampling and diluting procedures, standard matter, sample volume, instrument calibration. The calculating formula of expanded measurement uncertainty was $U = k \times C_X \times u_{rel(总)}$. The expression of measurement result was $C = C_X \pm U$. Volume of 6 kinds of organophosphorus pesticides residues were $0.4 \pm 0.050, 0.4 \pm 0.029, 0.4 \pm 0.027, 0.4 \pm 0.029, 0.4 \pm 0.057, 0.4 \pm 0.034$ (mg/kg) respectively in raw milk which the standard matter of pesticide was added in. **Conclusion** From the evaluation of measurement uncertainty of pesticide residues in raw milk with gas chromatography, we can see that the measurement uncertainty is composed of many factors, which commonly comes from random variable and fuzzification, and can be assessed by statistic distribution and standard deviation.

Key words Raw milk; Pesticide residues; Gas chromatography; Measurement uncertainty

发展安全乳制品是适应我国国民经济发展、居民消费水平不断提高以及增加农牧民或畜牧业收入的客观要求, 是我国加入世界贸易组织(WTO)、提高我国食品国际竞争力的客观要求。出口乳制品的食品质量安全更是关系到国家信誉、国际地位的大事, 也是一个国家农业现代化的重要标志之一^[1]。由于农药的广泛应用, 引起的乳制品安全性问题业已受到了人们的普遍关注。同时随着科技的发展, 对原料乳实验室测量结果提出了更高的要求。鉴于实验室日常检测或校准工作都存在测量不确定度的问题^[2], 依据《实验室认可准则》(CNAL/AC01:2005)和JJF1059《测量不确定度评价与表示》的要求, 对气相色谱法检测原料乳中农药残留量的过程的不确定度来源进行评定, 以评定测量结果质量和保证测量结果的准确性和可靠性提供科学依据。

材料与amp;方法

1. 仪器与试剂: Varian CP-3800 气相色谱仪; 电子天平; 移液管 1ml; YY0088-92 微量进样器 1 μ l; 容量瓶 100ml; 有机磷农药标准物质由国家标准物质研究中心提供; 去离子水; 检测所用试剂均为色谱纯或分析纯试剂。

2. 测量原理: 含有机磷的试样经提取、净化、浓缩、定容, 用毛细管柱气相色谱分离, 火焰光度检测器检测, 以保留时间定性, 外标法定量^[3]。

3. 试样处理及标准液配制: (1) 试样处理: 称取混匀的原料乳 20g 于 100ml 具塞三角瓶中, 加水 5ml, 加丙酮 40ml, 振荡 30min, 加氯化钠 6g, 充分摇匀, 再加 30ml 二氯甲烷, 振荡

30min。取 35ml 上清液, 经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中, 浓缩至约 1ml, 加 2ml 乙酸乙酯-环己烷溶液再浓缩, 如此重复 3 次, 浓缩至约 1ml。再净化处理约 1ml, 以乙酸乙酯定容至 1ml。同时做试样加标实验。留待 GC 分析。(2) 混合有机磷农药标准应用液: 先将各有机磷农药标准品, 用乙酸乙酯溶解、定容至(浓度各为 400mg/kg)。测定前, 量取不同体积的各单体有机磷农药储备液稀释、定容。

4. 检测条件: (1) 毛细管柱: SE-54 (30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m); 进样口温度: 270 $^{\circ}$ C。(2) 柱温升温程序: 60 $^{\circ}$ C 起先以 40 $^{\circ}$ C/min 升至 110 $^{\circ}$ C 再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 235 $^{\circ}$ C, 最后以 40 $^{\circ}$ C/min 升至 270 $^{\circ}$ C。

5. 数学模型: (1) 有机磷农药残留量计算模型: $X = \frac{A_1 \times V_1 \times V_3 \times 1000}{A_0 \times V_2 \times m \times 1000} \times C_0$ 。其中式中: X: 试样中有机磷农药的含量, 单位为毫克/千克 (mg/kg); V_1 : 提取溶剂的总体积, 单位为毫升 (ml); V_2 : 吸取出用于检测的提取溶液的体积, 单位为毫升 (ml); V_3 : 试样最后定容体积, 单位为毫升 (ml); A_1 : 样品中被测有机磷农药峰面积; A_0 : 农药标准溶液中被测有机磷农药的峰面积; m: 试样的质量, 单位为克 (g); C_0 : 标准溶液中有机磷农药含量, 单位为毫克/千克 (mg/kg)。(2) 回收率计算模型: $P = \frac{X_1 - X_0}{m} \times 100\%$ 。其中式中: P: 加入的标准物质的回收率; m: 加入的标准物质的量; X_1 : 加标试样的测定值; X_0 : 未加标试样的测定值。(3) 建立测量不确定度数学模型: 测量不确定度主要来源: 称量引入的不确定度 $u_{rel(称)}$ 、样品提取过程引入的不确定度 $u_{rel(提)}$ 、稀释过程引入的不确定度 $u_{rel(稀)}$ 、标准物质引入的不确定度 $u_{rel(标)}$ 、进样体积引入的不确定度 $u_{rel(进)}$ 和仪器校准值的相对标准不确定度 $u_{rel(校)}$ 。

合成 X_样 的相对不确定度按下式计算: $u_{rel(合)} =$

$$\sqrt{u_{rel(称)}^2 + u_{rel(提)}^2 + u_{rel(稀)}^2 + u_{rel(标)}^2 + u_{rel(进)}^2 + u_{rel(校)}^2}$$

结 果

(一)原料乳有机磷农药残留量检测分析与评价

1. 测定:吸取 1 μ l 混合标准使用液及试样净化液注入色谱仪中,以保留时间定性。以试样的峰高或峰面积与标准比较定量^[3]。

表 1 原料乳中 6 种有机磷农药的回收率(n=8)

有机磷农药	加标 0.1mg/kg		加标 0.4mg/kg		加标 0.8mg/kg	
	回收率均值(%)	标准偏差均值 $\pm$ %	回收率均值(%)	标准偏差均值 $\pm$ %	回收率均值(%)	标准偏差均值 $\pm$ %
甲胺磷	85.82	11.02	92.72	5.96	90.28	6.46
敌敌畏	93.62	9.83	95.90	3.45	98.11	3.04
乙酰甲胺磷	110.26	6.45	98.87	3.14	89.48	8.56
久效磷	106.01	5.54	97.69	3.40	97.85	2.46
乐果	94.06	9.25	110.02	6.94	102.28	4.12
甲拌磷	96.98	7.84	97.85	4.06	99.33	2.45

(二)测量过程不确定度评价

为提高对原料乳中农药残留量的检测水平和能力,并找出影响测量结果不确定度的主要因素,以加入各组分农药标准物质至 0.4mg/kg 的原料乳做气相色谱法检测,进一步分析气相色谱法检测原料乳中各组分农药残留量的测量过程不确定度。

1. 称量引入的不确定度 $u_{rel(称)}$:使用万分之一天平进行称量,其称量引入的不确定度为 0.08mg^[5],样品称样量为 20.0000g,则称量引入的不确定度为:
 $u_{rel(称)} = \frac{0.08 \times 10^{-3}}{20.0000} = 4 \times 10^{-6}$ 。

2. 样品提取过程引入的不确定度 $u_{rel(提)}$:由于原料乳在取样提取处理过程中,有机溶剂挥发、反复取样过程和蒸发过程等多各因素的变化影响,其不确定度 $u_{rel(提)}$ 要通过各种因素的不确定度来合成是非常困难。因此,我们对原料乳进行多次加标回收实验,其不确定度 $u_{rel(提)}$ 按 A 类评定式^[2] 计算 $u_{rel(提)} = \sqrt{\frac{1}{m-1} \sum_{i=1}^m S_{提}^2}$ 。计算结果有机磷农药甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果和甲拌磷的提取过程引入的不确定度 $u_{rel(提)}$ 分别为 0.0612、0.0352、0.0317、0.0352、0.0699 和 0.0406。

3. 稀释过程引入的不确定度 $u_{rel(稀)}$:用 1ml 移液管吸取 1ml 农药标准储备液,置于 100ml 容量瓶(A 级)中,定容至刻度制成标准使用液。(1)移液管引入的不确定度:体积引入的不确定度 $u_{(1移)}$:1ml 移液

2. 加标回收率:为确保检测结果准确,用加入标准溶液回收率来分析检测过程准确性。分别向试样中加入标准液,使原料乳样品中 6 种有机磷农药浓度分别为 0.1mg/kg、0.4mg/kg、0.8mg/kg 3 个浓度级别,每个级别浓度配制 4 组共 12 个样品进行提取,并上机测定,检测结果见表 1。由表 1 可知 6 种有机磷农药的准确度和精密度均符合分析要求。

管(A 级)20 $^{\circ}$ C 时容量最大允许误差为 $\pm 0.007\text{ml}$ ^[5],服从均匀分布,包含因子为 $k = \sqrt{3}$ ^[6],则体积带来的标准不确定度分项: $u_{(1移)} = \frac{0.007\text{ml}}{\sqrt{3}} = 4.04 \times 10^{-3}$ ml。移液管体胀引入的不确定度 $u_{(2移)}$:1ml 移液管其体胀系数为 $2.5 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$,在 24 $^{\circ}$ C 体胀变化引入的标准不确定度分项: $u_{(2移)} = \frac{1 \times 2.5 \times 10^{-5} \times 4}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-5}$ ml。将上述两式合成求得 $u_{(移)}$: $u_{(移)} = \sqrt{u_{(1移)}^2 + u_{(2移)}^2} = 4.04 \times 10^{-3}$ ml; $u_{rel(移)} = \frac{u_{(移)}}{10.0\text{ml}} = 4.04 \times 10^{-4}$ 。(2)容量瓶引入不确定度:容量瓶体积引入的不确定度 $u_{(1容)}$ 100ml 容量瓶(A 级)20 $^{\circ}$ C 时容量最大允许误差为 $\pm 0.10\text{ml}$ ^[5],服从均匀分布,包含因子为 $k = \sqrt{3}$ ^[6],则容量带来的标准不确定度分项: $u_{(1容)} = \frac{0.10\text{ml}}{\sqrt{3}} = 0.0577\text{ml}$ 。容量瓶体胀引入不确定度 $u_{(2容)}$ 的计算:容量瓶标示容量为 100ml,其体胀系数为 $2.5 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$,在 24 $^{\circ}$ C 体胀变化引入的标准不确定度分项: $u_{(2容)} = \frac{100 \times 2.5 \times 10^{-5} \times 4}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-3}$ ml。将上述两式合成求得 $u_{(容)}$: $u_{(容)} = \sqrt{u_{(1容)}^2 + u_{(2容)}^2} = 0.0580\text{ml}$; $u_{rel(容)} = \frac{u_{(容)}}{100.0\text{ml}} = 5.80 \times 10^{-4}$,即稀释过程引入的不确定度分量为: $u_{rel(定)} =$

$\sqrt{u_{rel(移)}^2 + u_{rel(容)}^2} = 4.08 \times 10^{-3}$ 。4. 标准物质引入的不确定度 $u_{rel(标)}$: 6 种有机磷农药纯标准物质校准证书给出标准偏差, 当 $k=3$ 则各农药纯标准物质的标准

不确定度按式: $u_{rel(标)} = \frac{\text{标准偏差}/3}{\text{浓度}}$ 计算, 见表 2。

表 2 原料乳中 6 种有机磷农药的标准物质引入的不确定度

	甲胺磷	敌敌畏	乙酰甲胺磷	久效磷	乐果	甲拌磷
标准偏差	0.5	0.4	0.3	0.3	2	0.5
纯度	99.0	99.8	99.8	99.9	101	99.3
$u_{rel(标)}$	0.00168	0.00134	0.00100	0.00100	0.00660	0.00168

5. 进样体积引入的不确定度 $u_{rel(进)}$: 本测试使用 $1\mu\text{l}$ 的微量注射进样 $1\mu\text{l}$, 容量最大允许误差为 $\pm 0.005\mu\text{l}$ ^[7], 即进样体积引入的标准不确定度 $u_{rel(注)} = 0.005 \times 1\mu\text{l} = 0.005\mu\text{l}$ 。

6. 仪器校准值的相对标准不确定度 $u_{rel(校)}$: (1) 流量计校准值的相对标准不确定度 $u_{(流)}$ 的评定: 流量计校准值的不确定度为 1%^[5], 当 $k=2$, 则: $u_{(流)} = \frac{0.01}{2} = 0.005$ 。(2) 峰面积测量值的相对标准不确定度 $u_{(峰)}$ 的评定: 峰面积测量不确定度主要为进样的重复性, 规程要求进样 6 次, 定量重复性为 3%, 重复

区间 $(-1, -\frac{1}{2})$ 。则 $u_{(峰)} = \frac{0.03}{\sqrt{6}} \times \frac{1}{2} = 0.0061$ 。

(3) 载气流速测量的相对标准不确定度 $u_{(载)}$ 的评定: 载气流速测量 6 次, 相对标准偏差为 1%^[5]。则 $u_{(载)} = \frac{0.01}{\sqrt{6}} = 0.004$ 。各项合成得出 $u_{rel(校)} = \sqrt{u_{(流)}^2 + u_{(峰)}^2 + u_{(载)}^2} = 0.0088$ 。

7. 合成各组分 X 的相对不确定度 $u_{rel(合)}$: 按下式 $u_{crel(合)} = \sqrt{u_{rel(称)}^2 + u_{rel(提)}^2 + u_{rel(稀)}^2 + u_{rel(标)}^2 + u_{rel(进)}^2 + u_{rel(校)}^2}$ 计算, 见表 3。

表 3 原料乳中 6 种有机磷农药的相对不确定度

	甲胺磷	敌敌畏	乙酰甲胺磷	久效磷	乐果	甲拌磷
$u_{rel(称)}$	4×10^{-6}					
$u_{rel(提)}$	0.0612	0.0352	0.0317	0.0352	0.0699	0.0406
$u_{rel(稀)}$	4.08×10^{-3}					
$u_{rel(标)}$	0.00168	0.00134	0.00100	0.00100	0.00660	0.00168
$u_{rel(进)}$	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
$u_{rel(校)}$	0.0088	0.0088	0.0088	0.0088	0.0088	0.0088
$u_{crel(合)}$	0.062	0.037	0.034	0.037	0.071	0.042

8. 扩展不确定度 U : 生物样品的测量除给出合成标准不确定度外, 还要求给出测量结果的扩展不确定度。原料乳农药残留量测量结果的扩展不确定度取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度, 按式 $U = k \times C_x \times u_{rel(合)}$ 计算。计算结果有机磷农药甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果和甲拌磷的扩展不确定度 U 分别为 0.050mg/kg 、 0.029mg/kg 、 0.027mg/kg 、 0.029mg/kg 、 0.057mg/kg 和 0.034mg/kg 。

9. 有机磷农药残留量测定结果报告: 原料乳中 6 种有机磷农药残留量测定结果及扩展不确定度表示为: $C = C_x \pm U$ 。有机磷农药甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果和甲拌磷的结果报告为: $(0.4 \pm 0.050)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.029)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.027)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.029)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.057)\text{mg/kg}$ 和

$(0.4 \pm 0.034)\text{mg/kg}$ 。

讨 论

从气相色谱法检测原料乳中有机磷农药残留量的测量不确定度分量汇总分析可以看出, 测量不确定度一般来源于随机性和模糊性, 是由样品称量引入的不确定度、样品提取过程引入的不确定度、稀释过程引入的不确定度、标准物质引入的不确定度、进样体积引入的不确定度和仪器校准值的相对标准不确定度等分量组成, 其分量可用统计分布来进行评价, 并且以实验标准(偏)差表征。原料乳中各组分有机磷农药残留量测定结果及扩展不确定度表示为: $C = C_x \pm U$ 。有机磷农药甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果和甲拌磷的结果报告为: $(0.4 \pm 0.050)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.029)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.027)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.029)\text{mg/kg}$ 、 $(0.4 \pm 0.057)\text{mg/kg}$ 和

± 0.029) mg/kg、 (0.4 ± 0.057) mg/kg 和 (0.4 ± 0.034) mg/kg。

原料乳中农药的残留是农药污染不可避免的结果,如何控制好原料乳中农药残留量,最有效的手段就是加强对农药残留量检测的力度,建立一个完善的农药监测系统。原料乳中农药残留量的检测是防止农药慢性中毒的控制手段,是监控人类在农药污染环境暴露程度的有效手段,也是食品安全系统反恐机制建立的一个重要组成部分。由此,本课题以原料乳基质为研究对象,对气相色谱法检测原料乳中有机磷农药残留量的测量结果不确定度进行了系统分析,结果发现有机磷农药残留量的测量结果不确定度是由许多分量组成,所有这些分量应理解为都贡献给了分散性。测量不确定度则是表征合理赋予被测量之值的分散性,与测量结果相联系的参数。就是说不确定度是用统计方法定量地给出结果的分散性范围及均值的可信区间,但对测量中的系统误差既不能校正也不易发现,要保证测量结果的准确性,必须通过核对标准物质和校正系统误差来实现^[8]。

在给定的方法条件下,要保证有限次测量的分散程度更符合总体的分散水平,所用的仪器、器具、试剂

等均应符合要求,人员的技术水平和操作过程也要规范和一致。只有当使用了具有溯源性的标准物质对测量仪器进行了误差校正后才有意义,否则即使测量的不确定度很小,也可能有较大的测量误差存在^[8]。

参考文献

- 1 王风平. 我国食品安全质量问题及对策[J]. 食品科技, 2005, 9(1): 7-9
- 2 国家质量技术监督局计量司. 测定不确定度评定与表示指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2000: 111-116
- 3 中华人民共和国卫生部. 动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定 GB/T 5009. 161-2003 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004: 5
- 4 柯瑞华, 胡晓燕. 化学分析测量结果不确定度评定中若干问题的论述[J]. 中国标准化, 2006, 25(4): 19-23
- 5 国家质量监督检验检疫总局. 常用玻璃量器 JJG196 - 2006 [S]. 北京: 中国计量出版社, 2006: 8-10
- 6 宣安东. 实用测量不确定度评定及案例(上下册)[M]. 北京: 中国计量出版社, 2007: 407-414
- 7 国家质量技术监督局. 气相色谱仪附录 A《微量注射器的校准》JJG700-1999 [S]. 北京: 中国计量出版社, 1999: 9
- 8 王浩, 葛雁. 对化学检测实验室测量结果不确定度评定的探讨[J]. 现代测量与实验室管理, 2003, 6(3): 26-28

(收稿: 2009-10-28)

(修回: 2009-12-18)

糖尿病大鼠肾组织 TGF-β1 和 CTGF 的表达及来氟米特的干预作用

李 敬 于为民 李荣山 程文华 周志花

摘要 目的 研究糖尿病肾损伤大鼠模型 TGF-β1、CTGF 的表达及来氟米特的干预作用,进一步探讨来氟米特对糖尿病大鼠的保护作用及可能机制。**方法** 36 只健康雄性 Wistar 大鼠随机分为 3 组:①对照组;②模型组;③来氟米特干预组。摘除右肾后,模型组与来氟米特组分别以链脲佐菌素(STZ):40mg/kg 腹腔注射,对照组腹腔注射等量柠檬酸缓冲液。来氟米特组在成模后以 5mg/kg 每日灌胃。于 8 周、12 周末测 24h 尿量及 24h 尿蛋白定量、血肌酐(Scr)、尿素氮(BUN);HE、PAS 染色光镜观察肾组织病理改变,免疫组化法检测肾组织 TGF-β1、CTGF 蛋白的表达。**结果** 免疫组化结果显示:模型组大鼠肾组织 TGF-β1、CTGF 的表达明显增加,而经来氟米特治疗后表达显著减少,与同期模型组相比差异有统计学意义($P < 0.05$)。**结论** 来氟米特对糖尿病大鼠具有一定肾脏保护作用及抗肾小球纤维化的作用,其作用机制可能是通过下调 TGF-β1、CTGF 的表达而实现的。

关键词 糖尿病肾病 来氟米特 转录生长因子-β1 结缔组织生长因子

Expression of TGF-β1 and CTGF and Intervention of Leflunomide in Rats with Diabetes. Li Jing, Yu Weimin, Li Rongshan, Cheng Wenhua, Zhou Zhihua. Department of Nephropathy, Second Clinical Hospital, Shanxi Medical University, Shanxi 030001, China

基金项目:山西省卫生厅科技攻关基金资助项目(200709)

作者单位:030001 太原,山西医科大学第二医院肾内科/山西省肾病研究所

通讯作者:于为民,电子信箱:ywm4158963@yahoo.com.cn