

包装复合膜中丙酮校准回归方程模型与评价

马志辉

(石河子大学, 石河子 832000)

摘要: **目的** 为了提高包装复合膜中丙酮检测结果的准确性, 拟建立包装复合膜中丙酮校准回归方程模型。**方法** 针对溶剂残留丙酮, 以《包装材料溶剂残留量测定方法》YBB00312004—2015 中溶剂残留测定方法为基础, 采用加权最小二乘法, 建立了包装复合膜中丙酮校准回归方程模型, 并通过异常值检验、相关分析、参数估计、同方差性的判定等指标对校准回归方程模型进行综合评价, 并与普通最小二乘法校准回归方程进行了对比分析。**结果** 加权最小二乘法能有效消除异方差对校准回归方程的影响, 且加权最小二乘法校准回归方程线性显著, 拟合程度高, 检测结果准确度高。**结论** 加权最小二乘法校准回归方程模型适用于包装复合膜中丙酮质量检测。

关键词: 包装复合膜; 丙酮; 校准回归方程; 加权最小二乘法

中图分类号: TB487 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2017)03-0023-05

Model and Evaluation of the Calibration Regression Equation of Acetone in Packaging Composite Film

MA Zhi-hui

(Shihezi University, Shihezi 832000, China)

ABSTRACT: The work aims to establish the calibration regression equation model for acetone in the packaging composite film, so as to improve the accuracy of the detection results of acetone. With respect to the residual solvent of acetone, based on the Method for the Determination of Residual Solvent in Packaging Materials YBB00312004—2015, the calibration regression equation model for acetone in the packaging composite film was established in the weighted least square method. Moreover, through the outlier test, correlation analysis, parameter estimation, and judging indexes, such as homoscedasticity, the calibration regression equation model was comprehensively evaluated and analyzed by comparing with the ordinary least square calibration regression equation. The weighted least square method could effectively eliminate the influence of the heteroscedasticity on the calibration regression equation, and the weighted least square calibration regression equation was of significant linearity and at high regression level, and its detection results were of high accuracy. In conclusion, the weighted least square calibration regression equation model is suitable for the detection of acetone in the packaging composite film.

KEY WORDS: packaging composite film; acetone; calibration regression equation; weighted least square method

包装复合膜中丙酮是常见的溶剂残留主要成分, 主要来源于印刷油墨和胶黏剂, 容易迁移到膜内表面从而影响或污染食品, 对食品安全造成影响, 威胁人类生命安全^[1-3]。《食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则》中明确规定溶剂残留量是关

键检验项目,《包装用塑料复合膜、袋 干法复合、挤出复合》GB/T 10004—2008 规定溶剂残留总量 $\leq 5.0 \text{ mg/m}^2$ 。丙酮对中枢神经系统具有抑制、麻醉作用, 高浓度接触可能出现肝、肾和胰腺的损害, 因此准确测定丙酮含量对于评价包装复合膜质量具有重要意义, 而校

收稿日期: 2016-10-21

基金项目: 石河子大学高层次人才科研启动资金专项 (RCZX201418); 石河子大学应用基础研究青年项目 (2015ZRKX YQ-LH09)

作者简介: 马志辉 (1981—), 男, 硕士, 石河子大学理学院讲师, 主要研究方向为图论及其应用。

准回归方程是制约测定结果准确性关键因素^[4-7]。

目前关于校准回归方程的建立主要采用最小二乘法拟合,通常会忽视模型中可能存在的异方差,但当自变量变化较大时,随机干扰项方差和异方差也会变大,从而使测定结果不理想^[8-15]。文中针对溶剂残留丙酮,以《包装材料溶剂残留量测定方法》YBB00312004—2015 中溶剂残留测定方法为基础,采用加权最小二乘法建立包装复合膜中丙酮校准回归方程模型,并通过异常值检验、相关分析、参数估计、同方差性的判定等指标对校准回归方程模型进行综合评价,为提高包装复合膜中丙酮测定准确性提供理论依据。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:气相色谱仪(GC-MS),Agilent 7890A 型,美国安捷伦公司;顶空自动进样器,CombiPAL 型,广州北锐色谱公司;分析天平(精度 0.1 mg),ML204/02 型,梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司;毛细管色谱柱,INNOWAX 型(60 m×0.32 mm×0.5 μm);20 mL 顶空瓶(带聚四氟乙烯薄膜胶塞密封垫)。试剂:丙酮,纯度≥99.8%,质量浓度为 100 μg/mL,购于上海安谱实验科技股份有限公司;N,N-二甲基甲酰胺,色谱纯,纯度≥99.5%,购于德国 Merck 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 丙酮标准溶液配制

准确称取丙酮标准溶剂 1 mL ($m_{\text{丙酮}}=0.788 \text{ g}$),加入至 25 mL 容量瓶中,用 N,N-二甲基甲酰胺为稀释剂定容至 25 mL,溶液中丙酮的质量浓度为

$3.152 \times 10^{-2} \text{ mg/}\mu\text{L}$,并用 N,N-二甲基甲酰胺逐级稀释,质量浓度分别为 $C_2=3.152 \times 10^{-3} \text{ mg/}\mu\text{L}$, $C_3=3.152 \times 10^{-4} \text{ mg/}\mu\text{L}$, $C_4=3.152 \times 10^{-5} \text{ mg/}\mu\text{L}$, $C_5=3.152 \times 10^{-6} \text{ mg/}\mu\text{L}$ 。

1.2.2 顶空-气相色谱条件

气相色谱分析条件:载气为 N_2 , N_2 柱前压为 0.08 MPa; H_2 柱前压为 0.1 MPa; 空气柱前压为 0.1 MPa; 进样口温度为 260℃, 检测器温度为 300℃。程序升温:起始温度为 200℃,以 20℃/min 速率升温至 260℃,保持 5 min。分流进样,分流比 1:30,进样量为 1 μL。

顶空分析条件:样品炉温为 80℃,进样针温度为 110℃,顶空自动进样器传输管温度为 120℃,定量方式为定量环,进样量为 1 μL,平衡时间为 30 min。

1.2.3 校准曲线绘制

取丙酮标准系列($n=5$)溶液 4 μL,分别置于 20 mL 顶空瓶中,在顶空器中 80℃恒温平衡 30 min 后依次自动进样测定,每个浓度标准溶液重复测量 6 次($k=6$),记录的每次色谱峰面积(y_{nk})。以色谱峰面积为纵坐标,丙酮质量浓度(C_{nk})为横坐标,绘制标准曲线,求线性回归方程和相关系数。

2 结果与讨论

2.1 异常值检验

异常值是指样本中的个别值,其数值明显偏离所属样本的其它测定值,也称为离群值。异常值的存在,会影响检测结果的准确性,因此在数据处理时,应剔除高度异常的异常值。文中以《包装材料溶剂残留量测定方法》YBB00312004—2015 中溶剂残留测定方法为基础,检验丙酮测定异常值(见表 1),其中涉及统计检验的置信水平均为 95%。

表 1 校准回归方程测量值
Tab.1 The test results about the calibration regression equation

丙酮质量浓度 $C_n/(\text{mg}\cdot\mu\text{L}^{-1})$	丙酮物质量 m_n/mg	丙酮峰面积 $y_{nk}/(\text{pA}\cdot\text{s}^{-1})$					
		1	2	3	4	5	6
3.152×10^{-2}	1.2608×10^{-1}	56 145.1	55 413.8	56 412.3	52 341.5	54 238.1	53 148.7
3.152×10^{-3}	1.2608×10^{-2}	5641.28	5541.31	5671.95	5361.28	5513.84	5278.16
3.152×10^{-4}	1.2608×10^{-3}	523.425	542.189	512.148	491.871	529.654	540.185
3.152×10^{-5}	1.2608×10^{-4}	51.0234	53.4187	50.3418	51.2367	52.3691	53.1581
3.152×10^{-6}	1.2608×10^{-5}	5.124 51	5.415 47	4.748 91	4.978 12	5.127 56	5.156 44

通过格拉布斯(Grubbs)检验法判断异常值。具体如下:设样本平均值 $\mu=(X_1+X_2+\dots+X_n)/n$, 样本标准差 $s=(\sum(X_i-\mu)/(n-1))(i=1,2,\dots,n)$, 格拉布斯检验统计量 $G_n=(X_{(n)}-\mu)/s$; 依据 GB/T 4883—2008《数据的统计处理和解释 正态样本离群值的判断和处理》得出

对应 n , α 的格拉布斯检验临界值 $G_{1-\alpha(n)}$; 当 $G_n > G_{1-\alpha(n)}$, 则判断 X_n 为异常值, 否则无异常值。从表 2 中可知: 校准实验异常值分析结果中无 $G_n > G_{1-\alpha(n)}$, 即无异常值, 试验数据值符合统计处理要求。

表 2 异常值分析结果
Tab.2 The analysis result of outlier

丙酮物 质量 x_n/mg	$G_1-\alpha_{(n)}$	G_n					
		1	2	3	4	5	6
1.2608×10^{-1}	2.314	1.245	1.945	1.824	1.923	1.647	1.584
1.2608×10^{-2}	1.927	1.845	1.754	1.789	1.694	1.478	1.342
1.2608×10^{-3}	1.822	1.678	1.546	1.478	1.348	1.694	1.561
1.2608×10^{-4}	1.646	1.456	1.354	1.321	1.158	1.185	1.483
1.2608×10^{-5}	1.524	1.321	1.264	1.028	1.489	1.215	1.364

2.2 相关分析

根据表 1 作丙酮色谱峰面积关于丙酮物质量的散点图，见图 1。从图 1 中可知，丙酮色谱峰面积和丙酮物质量之间存在着线性相关关系，且丙酮色谱峰面积随着丙酮物质量增加而增大，即丙酮色谱峰面积和丙酮物质量之间存在着线性正相关。

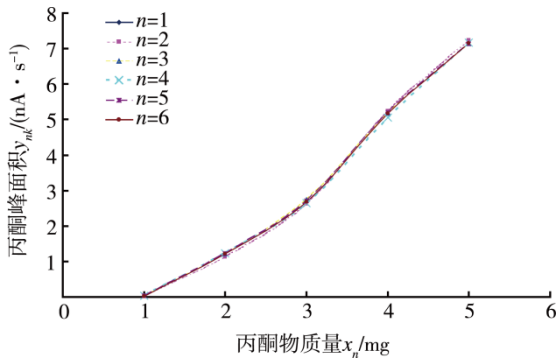


图 1 S_{nk} 关于 m_n 的散点
Fig.1 The scatter diagram about S_{nk} and m_n

2.3 丙酮校准回归方程模型的建立

根据 2.1 和 2.2 的实验数据，以《包装材料溶剂残留量测定方法》YBB00312004—2015 中溶剂残留测定方法为基础，采用加权最小二乘法，利用一元线性回归方程反映丙酮色谱峰面积与丙酮物质量之间的线性关系，建立了包装复合膜中丙酮校准回归方程模型，具体模型如下： $y_{nk}=a+bx_n+\varepsilon_{nk}$ ，其中模型中 n 为系列浓度； k 为重复测定次数； a 为校准回归方程截距； b 为校准回归方程斜率； ε_{nk} 为随机因素引起的误差。

丙酮校准回归方程模型中反应丙酮色谱峰面积

表 3 对数似然值分析结果
Tab.3 The analysis result of log likelihood value

名称	对数似然值								
幂值	-2.000	-1.500	-1.000	-0.500	0.000	0.500	1.000	1.500	2.000
对数似然值	-21.412	-22.364	-19.315	-18.314	-17.369	-16.347	-14.369	-11.378	-7.321

根据表 3 分析结果可知：当 $\theta=2$ 时对数似然函数达到极大，此时回归方程拟合效果也最好，因而幂指数 θ 的最优取值为 $\theta=2$ 。故权重 $\omega_n=1/x_n^2$ 。由此求得加权最小二乘法估计的校准函数为：

与丙酮物质量存在 2 种关系：随着丙酮物质量的变化会引起丙酮色谱峰面积正相关线性变化，即 $y_{nk}=a+bx_n$ ；由于随机因素引起的误差，即 $y_{nk}=a+bx_n+\varepsilon_{nk}$ 。当 ε_{nk} 为有限的常数，则认为该模型为同方差模型；当 ε_{nk} 不为有限常数，则认为该模型为异方差模型。

2.4 加权最小二乘法

在异方差存在情况下，为得到有效估计量，通常要对异方差进行相关的处理，常见的处理方法有：加权最小二乘法、Box-Cox 变换法、方差稳定性变换法。处理后的模型如果满足同方差性假设，即可进行模型参数的估计，进而得到理想的回归模型。加权最小二乘法是一种最常用的消除异方差性影响的方法，加权的目的是使方差定常化。

2.4.1 参数估计

设加权最小二乘法得到的估计校准回归方程为：

$$\hat{y}_n = \gamma_0 + \gamma_1 x_n \tag{1}$$

式中： γ_0 、 γ_1 分别为公式 $S_{nk}=a+bx_n$ 中 a 、 b 的估计值； $\hat{y}_n$ 为自变量 x_n 时的峰面积回归值。由加权最小二乘法得到公式 1 中 γ_0 、 γ_1 的参数估计：

$$\gamma_1 = \frac{\sum_{n=1}^N \omega_n (x_n - \bar{x}_{no})(y_n - \bar{y}_{no})}{\sum_{n=1}^N \omega_n (x_n - \bar{x}_{no})^2} \tag{2}$$

$$\gamma_0 = \bar{y}_{no} - \gamma_1 \bar{x}_{no} \tag{3}$$

式中： ω_n 为第 n 个观测点所赋予权重（如果 ω_n 等于某个常数就变成了普通的最小二乘法）

$$\bar{x}_{no} = \frac{1}{\sum_{n=1}^N \omega_n} \sum_{n=1}^N \omega_n x_n, \bar{y}_{no} = \frac{1}{\sum_{n=1}^N \omega_n} \sum_{n=1}^N \omega_n y_n.$$

加权最小二乘法的权重理论上为： $\omega_n=1/\varepsilon_{nk}^2$ ，现实中由于随机干扰项方差 ε_{nk}^2 通常是未知的，且与自变量呈现一定规律，因此通常构造自变量关于 ε_{nk}^2 的某个近似函数 $f(x)$ ，使 $f(x)=\varepsilon_{nk}^2$ ，从而构造出可求的权重 $\omega_n=1/f(x)$ ，通常令 $f(x)=x^\theta$ ，此时权函数为 $\omega_n=1/x^\theta$ ，可以采用 SPSS 软件确定幂指数 θ 的最优取值，结果见表 3。

$$\hat{y}_n = 5784.3x_n + 0.2138 \tag{4}$$

2.4.2 同方差性的判定

根据 2.4.1 中 $\theta=2$ ，说明 ε_{nk}^2 与 x_n^2 成正比，因此可对公式 4 中模型左右两边分别除以 x_n 即可变换为

下述模型: $\hat{y}_n/x_n=0.2138/x_n+5784.3$, 等价于:

$$\hat{z}_n=0.2138x+5784.3 \quad (5)$$

公式 5 实际上是 $1/y_{nk}$ 对 $1/x_n$ 做的回归, 公式 5 中的斜率变成式 (4) 中的截距, 式 (5) 中的截距变成式 (4) 中的斜率。使用 x_n 替代式 (5) 中的 x , 求得拟合值 $\hat{z}_n$, 残差值:

$$u_{nk} = z_{nk} - \hat{z}_n \quad (6)$$

公式 6 中 $z_{nk}=y_{nk}/x_n$, 拟合值 $\hat{z}_n$ 及残差值 u_{nk} 结果见表 4。

表 4 加权最小二乘法残差结果

Tab.4 The result of residual error about weighted least squares method

x_n/mg	$z_{nk}/(\text{pA}\cdot\text{s})$			$\hat{z}_n/(\text{pA}\cdot\text{s})$	$u_{nk}/(\text{pA}\cdot\text{s})$		
	1 [#]	2 [#]	3 [#]		1 [#]	2 [#]	3 [#]
1.2608×10^{-1}	5784.3	5741.8	5812.8	5712.4	62.3	47.3	-32.6
1.2608×10^{-2}	5841.7	5836.9	5792.5	5724.7	68.3	59.5	12.6
1.2608×10^{-3}	5741.6	5824.7	5697.8	5737.1	46.7	72.3	-87.9
1.2608×10^{-4}	5869.8	5874.3	5914.5	5742.2	97.4	103.6	146.7
1.2608×10^{-5}	5871.6	5894.3	5789.4	5743.8	37.5	58.9	11.3

通过式 (7) 计算加权最小二乘法模型重复测量标准差, 根据计算结果 (见表 5) 得到“斜率为 0”检验的概率 $P=0.091\ 248>0.05$, 表明斜率与 0 无显著性差异, 则为同方差模型。

表 6 加权最小二乘法和普通最小二乘法的比较

Tab.6 Comparison of weighted least square method and ordinary least square method

丙酮物质量 x_n/mg	普通最小二乘法回归结果		加权最小二乘法回归结果	
	回归值 x'_n/mg	相对误差 $S_e/\%$	回归值 x'_n/mg	相对误差 $S_e/\%$
1.2608×10^{-1}	1.2608×10^{-1}	0.004 015	1.2608×10^{-1}	0.064 271 8
1.2608×10^{-2}	1.2517×10^{-2}	-0.627 816	1.2617×10^{-2}	0.078 012 3
1.2608×10^{-3}	1.2723×10^{-3}	0.726 418	1.2603×10^{-3}	-0.174837
1.2608×10^{-4}	1.8615×10^{-4}	21.3697	1.2619×10^{-4}	0.081 237
1.2608×10^{-5}	3.2458×10^{-5}	157.895	1.2684×10^{-5}	0.196 418

2.5.2 判定系数 R^2

比较加权最小二乘法和普通最小二乘法建立的包装复合膜中丙酮校准回归方程判定系数 R^2 , 其中普通最小二乘法拟合回归方程的 R_1^2 为式 (9), 而加权最小二乘法拟合回归直线的 R_2^2 为式 (10)。

$$R_1^2 = \frac{\sum_{n=1}^N (\hat{y}_n - \bar{y}_n)^2}{\sum_{n=1}^N (y_n - \bar{y}_n)^2} \quad (9)$$

$$R_2^2 = \frac{\sum_{n=1}^N \omega_n (\gamma_0 + \gamma_1 x_n - \sum_{n=1}^N \omega_n \bar{y}_n / \sum_{n=1}^N \omega_n)^2}{\sum_{n=1}^N \omega_n (\bar{y}_n - \sum_{n=1}^N \omega_n y_n / \sum_{n=1}^N \omega_n)^2} \quad (10)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^K (z_{nk} - \bar{z}_{nk})^2}{K-1}} \quad (7)$$

表 5 加权最小二乘法重复测量标准差

Tab.5 The standard deviation for repeated measure about weighted least squares method

项目	加权最小二乘法重复测量标准差				
$1/x_n$	7.931 47	79.3147	793.147	7931.47	79 314.7
标准偏差	876.5	436.7	219.8	112.6	58.1

2.5 与普通最小二乘法的比较

2.4 节阐述了包装复合膜中丙酮校准回归方程模型存在异方差问题, 所以普通的最小二乘法存在误差的可能性, 为此文中针对实际样品, 比较了包装复合膜中丙酮校准回归方程模型中加权最小二乘法和普通最小二乘法分析结果的差异。

2.5.1 实际回归效果

分别利用加权最小二乘法和普通最小二乘法得出的 2 个包装复合膜中丙酮校准回归方程, 利用表 1 中丙酮色谱峰面积平均值 y_{nk} , 通过校准回归方程算出 $\hat{x}_n$, 并通过式 (8) 计算相对误差 S_e , 具体结果见表 6。

$$S_e = (x_n - \hat{x}_n) / x_n \times 100\% \quad (8)$$

式 (8) 中: $\hat{x}_n = (y_n - \text{截距}) / \text{斜率}$, 截距和斜率分别指式 (4) 中的截距和斜率。

经计算得出普通最小二乘法拟合回归方程 $R_1^2=0.999\ 976$, 加权最小二乘法拟合回归直线 $R_2^2=0.999\ 997$, $R_1^2 < R_2^2$, 说明加权最小二乘法比普通最小二乘法拟合回归方程拟合程度好。

3 结语

针对溶剂残留丙酮, 以《包装材料溶剂残留量测定方法》YBB00312004—2015 中溶剂残留测定方法为基础, 考虑异方差等随机干扰项的存在可能, 采用加权最小二乘法, 建立了包装复合膜中丙酮校准回归方程模型, 并通过异常值检验、相关分析、参数估计、同方差性的判定等指标对校准回归方程模型进行综

合评价。该法可为提高包装复合膜中丙酮测定准确性提供理论依据,尤其是当自变量变化较大时,随机干扰项方差和异方差存在时,需验证是否是异方差模型,采用加权最小二乘法进行拟合建立校准回归方程模型,将有效提高检测校准结果的正确性。

参考文献:

- [1] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL06, 化学分析中不确定度的评估指南[Z]. China National Accreditation Service for Conformity Assessment. CNAS-GL06, Guidance on Evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis[Z].
- [2] 刘冰心, 臧慕文, 李娜, 等. 有机溶剂稀释-电感耦合等离子体发射光谱法测定汽油中的氯[J]. 分析试验室, 2016, 35(3): 332—335.
LIU Bing-xin, ZANG Mu-wen, LI Na, et al. Uncertainty Evaluation of Au and in Contents in Dental Alloys by Inductively Coupled Plasma-atomic Emission Spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2016, 35(3): 332—335.
- [3] 陈彩霞, 刘英, 王长华, 等. 火焰原子吸收光谱法测定齿科烤瓷修复用金基和钯基合金中银的不确定度评定[J]. 分析试验室, 2014, 33(5): 578—581.
CHENG Cai-xia, LIU Ying, WANG Chang-hua, et al. Evaluation of Uncertainty for the Determination of Silver Content in Gold Alloys and Palladium Alloys for Dental Ceramic Restorative by Flame Atomic Absorption Spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2014, 33(5): 578—581.
- [4] 陈丹, 李苓, 彭丽娟, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定烟草中6种元素的不确定度[J]. 烟草科技, 2015, 48(11): 40—46.
CHEN Dan, LI Ling, PENG Li-juan, et al. Uncertainties in Measurement of Six Elements in Tobacco by Inductively Coupled Plasma mass Spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2015, 48(11): 40—46.
- [5] JF 1059.1—2012, 测量不确定度评定与表示[S].
JF 1059.1—2012, Evaluation And Expression of Uncertainty of Determination[S].
- [6] 张威, 王颖, 唐纲岭, 等. 连续流动法测定烤烟总植物碱的不确定度[J]. 烟草科技, 2012(8): 29—33.
ZHANG Wei, WANG Ying, TANG Gang-ling, et al. Uncertainty in Determination of Total Alkaloids in Flue-cured Tobacco with Continuous Flow Method [J]. Tobacco Science & Technology, 2012(8): 29—33.
- [7] 张启锐. 实用回归分析[M]. 北京: 地质出版社, 1988: 14—145.
ZHANG Qi-rui. The Practical Regression Analysis[M]. Beijing: Geologied Publishing House, 1988: 14—145.
- [8] 许禄, 邵学广. 化学计量学方法[M]. 第2版. 北京: 科学出版社, 2004: 16—17.
XU Lu, SHAO Xue-guang. The Method of Stoichiometry[M]. 2nd ed. Beijing: Science Press, 2004: 16—17.
- [9] 何晓群, 刘文卿. 应用回归分析[M]. 第4版. 北京: 中国人民大学出版社, 2015: 1—102.
HE Xiao-qun, LIU Wen-qing. Application of Regression Analysis[M]. 4th ed. Beijing: Renmin University of China press, 2015: 1—102.
- [10] 陈希孺. 概率论与数理统计[M]. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 2000: 150—333.
CHEN Xi-ru. Probability Theory and Mathematical Statistics[M]. Hefei: University of Science & Technology China press, 2000: 150—333.
- [11] 范艳芳. 浸渍法测量高密度聚乙烯瓶密度的不确定度评定[J]. 包装工程, 2016, 37(1): 15—19.
FAN Yan-fang. Uncertainty Evaluation in the Density Determination of HDPE Bottles for Oral Solid Preparation by Impregnation Method[J]. Packaging Engineering, 2016, 37(1): 15—19.
- [12] 李志平, 吴雄杰, 汪佳, 等. 塑料复合膜、袋溶剂残留量不确定度评估[J]. 包装工程, 2016, 37(17): 48—53.
LI Zhi-ping, WU Xiong-jie, WANG Jia, et al. Evaluation on Uncertainty of Determination of Solvent Residues in Plastic Laminated Films and Pouches[J]. Packaging Engineering, 2016, 37(17): 48—53.
- [13] 张现化, 杨毅恒, 杨丽, 等. 液质联用法测定人血浆中利培酮浓度的不确定度评定[J]. 药物分析杂志, 2010(3): 366—371.
ZHANG Xian-hua, YANG Yi-heng, YANG Li, et al. Uncertainty Evaluation on Determination of Risperidone in Human Plasma by HPLC-MS/MST[J]. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis, 2010(3): 366—371.
- [14] BACELOS M S. Analysis of Conical Spouted Bed Fluid Dynamics Using Carton Mixtures[J]. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2013, 70(8): 37—47.
- [15] 余丽, 匡华, 徐丽广, 等. 食品包装用纸中残留污染物分析[J]. 包装工程, 2015, 36(1): 6—11.
YU Li, KUANG Hua, XU Li-guang, et al. Residual Contaminant Analysis in Paper Packaging of Food[J]. Packaging Engineering, 2015, 36(1): 6—11.