

doi:10.11751/ISSN.1002-1280.2024.03.09

液相色谱法测定氟尼辛葡甲胺注射液 含量的不确定度评定

金晓峰¹, 孙真峥^{1*}, 赵贵^{1*}, 王庆红¹, 章厉劼¹, 栾庆祥¹, 黄鑫¹,
周泽晓¹, 谢丽丽¹, 王璇², 陈灵¹, 古海¹, 文正常²

(1. 贵州省兽药饲料检测所, 贵阳 550003; 2. 贵州省畜牧兽医研究所, 贵阳 550005)

[收稿日期] 2023-07-06 [文献标识码] A [文章编号] 1002-1280 (2024) 03-0064-08 [中图分类号] S859.79

[摘要] 为提高检验结果的准确性, 确定检验过程中的关键影响因素, 对液相色谱法测定氟尼辛葡甲胺注射液含量进行不确定度评估。依据《中国兽药典》2020 版氟尼辛葡甲胺注射液质量标准对其含量进行测定, 分析影响不确定度的因素, 参照 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》中的规定及要求, 对检验过程中的不确定因素进行评估, 根据 CNAS-GL006:2019 构建了氟尼辛含量的不确定度评估数学模型, 对检测过程中各种不确定度的来源进行分析, 并计算合成相对标准不确定度和扩展不确定度。氟尼辛葡甲胺注射液含量的不确定度结果表示为 $(102.2 \pm 2.72)\%$, ($k=2$, 置信区间为 95%), 主要来源于仪器重复性。

[关键词] 液相色谱法; 氟尼辛葡甲胺注射液; 氟尼辛; 不确定度

Uncertainty Evaluation on Determination of Content of Flunixin Meglumine Injection by Liquid Chromatography

JIN Xiao-feng¹, SUN Zhen-zheng^{1*}, ZHAO Gui^{1*}, WANG Qing-hong¹, ZHANG Li-jie¹,
LUAN Qing-xiang¹, HUANG Xin¹, ZHOU Ze-xiao¹, XIE Li-li¹, WANG Xuan², CHEN Ling¹,
GU Hai¹, WEN Zheng-chang²

(1. Guizhou Veterinary Medicine and Feed Testing Institute, Guiyang 550003, China,

2. Guizhou Institute of Animal Husbandry and Veterinary Medicine, Guiyang 550005, China)

Corresponding author: SUN Zhen-zheng, E-mail: 491030486@qq.com; ZHAO Gui, E-mail: 1165273506@qq.com

Abstract: Evaluating the uncertainty on determination of flunixin content in flunixin meglumine injection by liquid chromatography can be used to improve the accuracy of the test results and determine the key influencing factors in the test process. The flunixin content in flunixin meglumine injection was tested according to Chinese Veterinary

基金项目: 贵州省科技计划项目(黔科合成果[2021]一般 039)

作者简介: 金晓峰, 正高级实验师, 从事兽药质量及兽药残留检验检测工作。

通讯作者: 孙真峥, E-mail: 491030486@qq.com; 赵贵, E-mail: 1165273506@qq.com

Pharmacopoeia 2020 edition, and the factors affecting the uncertainty were analyzed. Referring to Evaluation of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis JJF 1135 – 2005, Evaluation and Representation of Measurement Uncertainty JJF 1059. 1 – 2012 and Guidance on Evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis (CNAS – GL006:2019), a mathematical model for the uncertainty evaluation of flunixin content was built to evaluate the uncertain factors in the test. The sources of uncertainty were analyzed, and the combined relative standard uncertainty and expanded uncertainty were calculated. Uncertainty results of flunixin content in flunixin meglumine injection were expressed as $(102.2 \pm 2.72)\%$, ($k = 2$, The confidence interval is 95%). The uncertainty of flunixin content in flunixin meglumine injection mainly comes from the preparation of the Instrument repeatability.

Key words: liquid chromatography; flunixin; flunixin meglumine injection; uncertainty

氟尼辛葡甲胺是一种新型的、非甾体类动物专用的解热镇痛药物,属于烟酸类衍生物,是环氧化酶的抑制剂^[1-3]。兽医临床上常用于牛各种疾病感染引起的急性炎症的控制,如蹄叶炎、关节炎等^[4-7],以及母猪乳房炎、子宫炎及无乳综合征的辅助治疗^[8-9]。

根据《中国兽药典》2020 年版规定,氟尼辛葡甲胺注射液含量以氟尼辛含量计,采用液相色谱法检测内标法定量。内标法是将一定重量的纯物质作为内标物加到一定量的被分析样品混合物中,分别测定内标物和待测组分的峰面积(或峰高)及相对校正因子,计算被测组分的含量的方法^[10],可消除供试品前处理及仪器进样体积误差对测定结果的影响^[11]。

测量不确定度是被用来表征被测量值分散性的参数,是对测量结果可能误差的度量,定量表示测量结果的可信程度^[12,13]。一个完整的测量结果,除了应给出被测量的最佳估计值之外,还应同时给出测量结果的不确定度^[14]。本文按照《中国兽药典》2020 年版对氟尼辛葡甲胺注射液含量进行了测定,为保证结果准确性,参考《JJF 1059. 1 – 2012 测量不确定度评定与表示》^[15]和《CNAS – GL006 – 2019 化学分析中不确定度的评估指南》^[14]规定的方法和要求,建立数学模型,对测定过程中引入的各不确定度分量进行分析和评估,探明影响检测不确定度的主要因素,为实验室进一步提高氟尼辛葡甲胺注射液含量测定结果提供科学参考。

1 材料与方法

1.1 试药与材料

1.1.1 试药 氟尼辛葡甲胺注射液(贵州省兽药饲料检测所监督抽检样品,批号为 20220501);氟尼辛葡甲胺对照品(含量为 98.0%,批号为 H0611911,购自中国兽医药品监察所)。

1.1.2 材料 容量瓶(25 mL、50 mL, A 级);单标线吸量管(1 mL、5 mL, A 级)。

1.2 仪器设备 Ultimat 3000 液相色谱仪(配紫外检测器,美国赛默飞世尔科技公司);TB – 215D 电子天平(分度值 0.01 mg,德国赛多利斯公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 溶液的制备

1.3.1.1 内标溶液 取苯甲酸适量,加水溶解并稀释为每 1 mL 中含 33 mg 的溶液。

1.3.1.2 供试品溶液 取供试品约 1 mL,精密量取,置 50 mL 量瓶中,加适量甲醇 – 水(7:3),精密加入内标溶液 5 mL,用甲醇 – 水(7:3)稀释至刻度,摇匀;精密量取 5 mL 置 25 mL 量瓶中,用甲醇 – 水(7:3)稀释至刻度,摇匀,即得。

1.3.1.3 对照品溶液 取氟尼辛葡甲胺对照品约 83 mg(约相当于氟尼辛 50 mg),精密称定,置 50 mL 量瓶中,加适量甲醇 – 水(7:3),精密加入内标溶液 5 mL,用甲醇 – 水(7:3)稀释至刻度,摇匀;精密量取 5 mL 置 25 mL 量瓶中,用甲醇 – 水(7:3)稀释至刻度,摇匀,即得。

1.3.2 色谱条件 色谱柱: Agilent SB – C18 (5 μm, 4.6 mm × 250 mm);流动相:甲醇 – 水 – 冰乙酸(70:30:1);检测波长:254 nm;进样量:20 μL;流速:1.0 mL/min。

2 结果与分析

2.1 氟尼辛葡甲胺含量的测定
2.1.1 校正因子的计算 取对照品溶液,照 1.3.2 项的色谱条件进样测定,记录色谱图,计算校正因子,结果见表 1。

表 1 校正因子结果表

Tab 1 Result table of Correction factor				
测量结果	1		2	
对照品的称样量/mg	85.12		85.76	
对照品相当于氟尼辛的量/mg	50.28		50.66	
对照品中氟尼辛峰面积	151.110	147.414	151.153	167.004
对照品中内标峰面积	83.899	80.012	84.990	88.644
<i>f</i>	0.5583	0.5458	0.5697	0.5378
<i>f</i> 平均值	0.5529			

2.1.2 氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量 取供试品溶液,照 1.3.2 项的色谱条件进样测定,记录色谱图,按内标法计算氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼

辛的含量,结果见表 2。
本实验氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量为标示量的 102.2% 。

表 2 氟尼辛含量测定结果表

Tab 2 Results of flunixin content				
测量结果	1		2	
供试品的取样量/ mL	1.00		1.00	
供试品中氟尼辛峰面积	169.667	170.637	164.109	165.444
供试品中内标峰面积	91.719	91.573	88.420	90.598
<i>f</i>	0.5529			
供试品中氟尼辛含量为标示量/ %	102.28%	103.03%	102.62%	100.97%
氟尼辛含量为标示量/ %	102.2			

2.1.3 数学模型的建立 氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量的计算公式为: $X(\%) = f \times \frac{A_{供} \times W_{内} \times V_{供}}{A_{内(供)} \times V_{内} \times W_{供} \times \text{样品规格}} \times 100\%$
(1), 式中:*f* 为校正因子, 计算公式为: $f = \frac{A_{内(对)}/C_{内(对)}}{A_{对}/C_{对}}$ (2), 将(2)公式代入公式(1)中, 得出氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量最终计算公式为: $X(\%) = \frac{A_{内(对)} \times W_{对} \times A_{供} \times V_{供}}{A_{对} \times W_{供} \times A_{内(供)} \times V_{对} \times \text{样品规格}} \times 100\%$ (3), (3) 式中 $A_{内(对)}$ 为对照品溶液中内

标物的峰面积; $W_{对}$ 为对照品的称样量(g); $A_{供}$ 为供试品溶液中氟尼辛的峰面积; $V_{供}$ 为供试品溶液的稀释体积(mL); $A_{对}$ 为对照品溶液中氟尼辛的峰面积; $W_{供}$ 为供试品的取样量(mL); $A_{内(供)}$ 为供试品溶液中内标物的峰面积; $V_{对}$ 为对照品溶液的稀释体积(mL); 样品规格为 10 mL: 0.5 g。
从数学模型中可知 X、W 和 V 是相互独立的非线性关系, 可根据 JJF 1059. 1 – 2012《测量不确定度评定与表示》中的要求计算相对合成不确定度, 无需计算各标准不确定度分量的灵敏系数^[15]。

2.1.4 不确定分量的分析与计算 本实验测量不确定度来源的分析受检测过程数学模型中各参数的影响,氟尼辛含量的不确定度来源主要来自对照

品的称量、对照品溶液的制备、供试品溶液的制备和仪器测量,因果分析图见图 1。

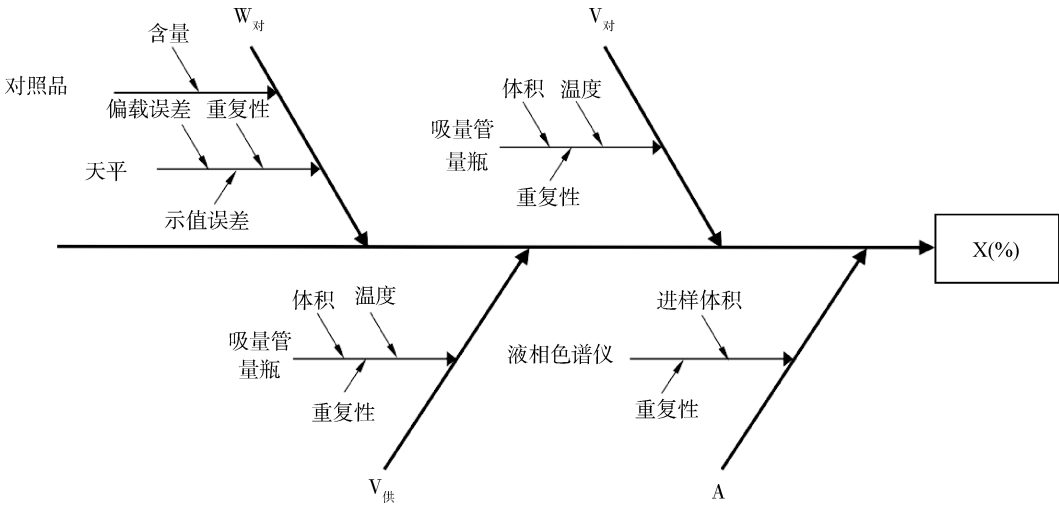


图 1 氟尼辛含量测定不确定因素因果图

Fig 1 Cause – and – effect diagram of uncertain factors in the determination of flunixin content

2.2 测量不确定度评定

2.2.1 对照品引入的不确定度 对照品引入的不确定度来源于对照品含量、对照品称量。氟尼辛葡甲胺对照品纯度为 98.0%,未标识不确定度,引入的不确定度则不予考虑。对照品称量的不确定度主要来源于天平的校准误差,可由天平计量检定方给出的检定证书信息评定。本次实验中使用的分析天平(型号 TB-215D)经贵州省计量测试院检定,检定结果为合格。检定证书显示,分度值为 0.01 mg 的偏载误差为 0.01 mg,示值误差为 0.005 mg,重复性为 0.015 mg,按矩形分布(k=3),评定称量带来的不确定度,偏载误差 不确定度为: $u_1(W) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 0.00577\text{mg}$, 示值误差 不确定度为: $u_2(W) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.00289\text{mg}$, 重复性 不确定度为: $u_3(W) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.00866\text{mg}$ 。对照品称量过程引入的标准不确定度为 $u(W) = \sqrt{u_1(W)^2 + u_2(W)^2 + u_3(W)^2} = \sqrt{0.00577^2 + 0.00289^2 + 0.00866^2} = 0.01080$,对照品称量引起的相对标准不确定度: $ur(W_{\text{对}}) = \frac{u(W_{\text{对}})}{W_{\text{对}}} =$

$\frac{0.01080}{85} = 0.00013$ 。

2.2.2 对照品溶液制备引入的不确定度 对照品溶液制备过程中的移取和定容产生的不确定度主要来源于 5 mL 单标线吸量管、50 mL 量瓶、25 mL 量瓶。根据《JJG 196-2006 常用玻璃量器》^[16],对校准体积 $u(V_{\text{对}1})$ 、重复性 $u(V_{\text{对}2})$ 、温度 $u(V_{\text{对}3})$ 3 个方面不确定度进行分析。

2.2.2.1 校准体积引入的不确定度 对照品溶液移取和定容均使用 A 级玻璃量器,5 mL 单标线吸量管、50 mL 量瓶、25 mL 量瓶的校准体积容量允差分别为 0.015 mL、0.05 mL、0.03 mL。按矩形分布(k=3),标准 不确定度为 $u(V_{\text{对}1}) = \frac{\text{容量允差}}{\sqrt{3}}$ 。

2.2.2.2 重复性引入的不确定度 采用重复性试验评估,将玻璃量器量取 10 次水并称量,按水的密度折算体积,得到体积重复性的测量结果,实验数据见表 3。用贝塞尔公式计算标准偏差,标准不确

定度为 $u(V_{\text{对}2}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=10} (V_i - \bar{V})^2}{n-1}}$ 。

表 3 玻璃量器的重复测量结果

Tab 3 Repeated measurement results of glass container

	实测体积 (mL)										u(V _{对2})
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
5 mL 吸量管	5.009	5.002	5.013	5.009	5.010	5.007	5.009	5.010	5.010	5.003	0.00336
50 mL 量瓶	50.017	49.981	49.959	50.028	50.024	50.035	49.992	49.966	50.027	50.040	0.02979
25 mL 量瓶	24.989	24.992	25.026	24.977	25.006	25.013	24.980	25.011	25.004	24.975	0.01727

2.2.2.3 温度引入的不确定度 在(20±5)℃进行操作,水膨胀系数 e 为 2.08×10⁻⁴(℃⁻¹),按矩形均匀分布(k=3),标准不确定度为 u(V_{对3}) = $\frac{V \times e \times \Delta t}{\sqrt{3}}$ 。

2.2.2.4 对照品溶液制备引入的合成相对标准不确定度 见表 4。

2.2.3 供试品溶液制备引入的不确定度 供试品溶液制备引入的不确定度主要来源于 1 mL 单标线吸量管、5 mL 单标线吸量管、50 mL 量瓶、25 mL 量瓶的校准体积 u(V_{供1})、重复性 u(V_{供2})、温度 u(V_{供3})3 个方面,5 mL 单标线吸量管、50 mL 量瓶、25 mL 量瓶的不确定度同对照品溶液不确定度,将分析得到 1 mL 单标吸量管的不确定度与上述量器不确定度合成后,得到供试品溶液制备引入的不确定度。

2.2.3.1 1 mL 单标线吸量管校准体积引入的不确定度 使用的 1 mL 单标线吸量管为 A 级玻璃量器,校准体积容量允差为 0.010 mL。按矩形分布(k=3),标准不确定度为 u(V_{供1}) = $\frac{\text{容量允差}}{\sqrt{3}}$ 。

2.2.3.2 1 mL 单标线吸量管量重复性引入的不确定度 通过重复性试验评估,将 1 mL 单标线吸量管量取 10 次水并称量,按水的密度折算体积,得到体积重复性的测量结果,实验数据见表 5。用贝塞尔公式计算标准偏差,标准不确定度为 u(V_{供2}) =

$$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=10} (V_i - \bar{V})^2}{n - 1}}。$$

表 4 对照品溶液制备引入的合成相对标准不确定度

Tab 4 Synthesis relative standard uncertainty introduced in the preparation of reference solution

项目	校准体积 u(V _{对1})	重复性 u(V _{对2})	温度 u(V _{对3})	标准不确定度
5 mL 吸量管	$\frac{0.015}{\sqrt{3}}=0.00866$	0.00336	0.00300	0.00976
50 mL 量瓶	$\frac{0.005}{\sqrt{3}}=0.0289$	0.02979	0.03002	0.05122
25 mL 量瓶	$\frac{0.003}{\sqrt{3}}=0.0173$	0.01727	0.01501	0.02869
合成相对标准不确定度 u _r (V _对)	0.00249			

表 5 1 mL 单标线吸量管的重复测量结果

Tab 5 Repeated measurement results of 1 mL single line pipette

	实测体积 (mL)										u(V _{供2})
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
1 mL 吸量管	0.990	0.996	0.992	0.993	0.993	0.999	0.999	0.990	0.990	0.997	0.00360

2.2.3.3 1 mL 单标线吸量管量温度引入的不确定度 在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 进行操作,水膨胀系数 e 为 $2.08 \times 10^{-4} (^\circ\text{C}^{-1})$,按矩形分布 ($k = 3$),标准不确定度为 $u(V_{\text{供}3}) = \frac{V \times e \times \Delta t}{\sqrt{3}}$ 。

2.2.3.4 供试品溶液制备的合成相对标准不确定度 见表 6。

2.2.4 液相色谱仪峰面积测量的不确定度分析 本实验采用液相色谱内标法测量,使用的液相色谱仪经贵州省计量测试院检定合格,不确定度来自样

品进样体积和测量重复性两个方面。内标法以供试品和对照品峰面积的比值进行运算,仪器进样体积的误差被消除^[10],带来的不确定度可忽略不计。峰面积测量的不确定度来源主要为仪器的重复测量^[17-18],分别取氟尼辛葡甲胺注射液供试品测量 8 次,重复性测量结果见表 7。重复性测量的标准不

确定度为 $u(A) = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (f_k - \bar{f})^2}{n - 1}}$ 。

表 6 供试品溶液制备的合成相对标准不确定度

Tab 6 Synthesis relative standard uncertainty introduced in the preparation of the test solution				
项目	校准体积 $u(V_{\text{供}1})$	重复性 $u(V_{\text{供}2})$	温度 $u(V_{\text{供}3})$	标准不确定度
1 mL 吸量管	$\frac{0.010}{\sqrt{3}} = 0.00577$	0.00360	0.00060	0.00683
5 mL 吸量管	$\frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.00866$	0.00336	0.00300	0.00976
50 mL 量瓶	$\frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.0289$	0.02979	0.03002	0.05122
25 mL 量瓶	$\frac{0.003}{\sqrt{3}} = 0.0173$	0.01727	0.01501	0.02869
合成相对标准不确定度 $u_r(V_{\text{供}})$	0.00727			

表 7 重复性测量结果

Tab 7 Results of Repeatability measurement								
	1	2	3	4	5	6	7	8
氟尼辛峰面积	162.937	170.631	173.351	167.661	169.667	170.637	164.109	165.444
内标峰面积	88.572	92.391	94.96	92.539	91.719	91.573	88.42	90.598
校正因子(f)	0.5436	0.5415	0.5478	0.5519	0.5406	0.5367	0.5388	0.5476
f 平均值	0.5436							
标准不确定度 $u(A)$	0.00607							
相对标准不确定度 $u_r(A)$	0.01116							

2.2.5 内标引入的不确定度分析 加入内标的标准不确定度主要来自于内标物的称量、稀释定容和实验温度与校正温度的差异 3 方面的因素。本实验中的供试品溶液和对照品溶液用的是同一内标溶液溶解稀释,各因素能相互抵消^[11],引入的不确定度忽略不计。

2.3 合成不确定度的计算 合成相对标准不确定度 $u(X)$ 为各分量相对标准不确定度的平方和的算术平方根^{[10][19]},根据本实验各分量相对标准不确定度(图 2),合成相对标准不确定度为: $ur(X) =$

$\sqrt{ur(W_{\text{对}})^2 + ur(V_{\text{对}})^2 + ur(V_{\text{供}})^2 + ur(A)^2} = 0.01355$, 本实验的合成标准不确定度为: $u = 100.0\% \times 0.01355 = 1.36\%$ 。

2.4 扩展不确定度的计算 扩展不确定度为合成标准不确定度和扩展因子(k)的乘积, $U = u(X) \times k = 1.36\% \times 2 = 2.72\%$ ($k = 2$, 置信区间为 95%), 含量可由测定值 $\pm$ 扩展不确定度表示^[7], 氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量的结果为 $(102.2 \pm 2.72)\%$, $k = 2$ 。

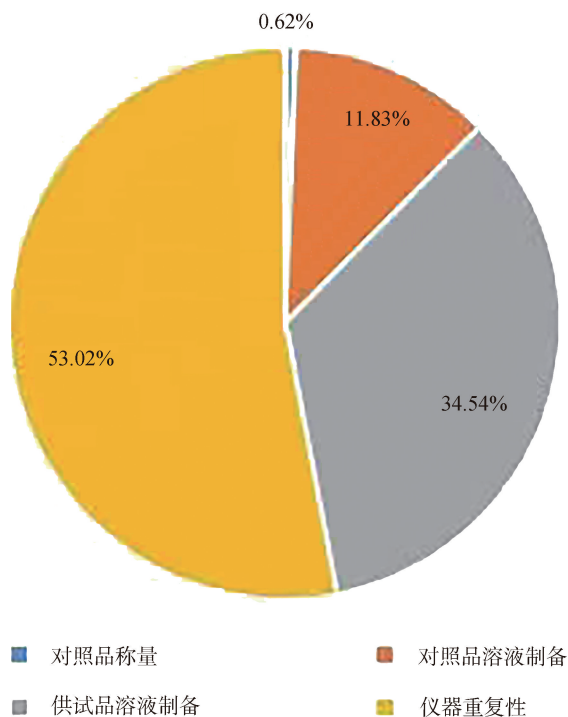


图 2 各分量的相对标准不确定度

Fig 2 Relative Standard Uncertainties of Components

3 讨论与结论

测量不确定度的计算是建立在实验数据的正态分布估计值,由各环节引入的不确定度为分量,经分析、计算、合成得到反映了赋予被测量值的分散性,检测结果可用“测定值 $\pm$ 扩展不确定度 (U)”表示。各分量的相对标准不确定度可反映对应环节的不确定性,便于实验人员更好判断和关注不确定性较高的环节,提高结果的准确性。

本文基于自身实验室情况对液相色谱法测量氟尼辛葡甲胺注射液中氟尼辛含量进行了不确定度评定,通过对各影响不确定度的分项分别进行评定,发现对测量结果影响从大到小的因素依次为仪器测量、供试品溶液制备、对照品溶液制备、对照品称量。因此本实验室在进行该项实验的过程中,要重点关注液相色谱仪的状态,严格按照检定周期进行计量检定,对照操作规程和维护规程做好日常维护,提高液相色谱的色谱峰重复性,减小分量不确定度;同时做好液相色谱系统适应性试验,选择适合的色谱柱型号,优化积分参数,尽量得到符合高

斯分布的两边对称的理想峰形。

通过评定测量不确定度,探明测定过程中影响结果准确性的关键因素,有利于及时采取改进措施减小关键因素对测定结果不确定度的影响,确保相同实验条件下各个环节的重现性及实验结果的真实性,为做好氟尼辛葡甲胺注射液含量测定过程的质量控制、提高检验结果的可信度提供了重要参考。

参考文献:

- [1] 颜国庆,徐杨峰,彭健波,等. 氟尼辛葡甲胺掩味口腔崩解片的质量标准研究[J]. 中国兽药杂志, 2020, 56 (03): 117 - 121.
Yan G, Hao H, Huang L, *et al.* Quality Standard of Flunixin Meglumine Taste - Masked Orally Disintegrating Tablet [J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2020, 56(03): 117 - 121.
- [2] 郭金梅,朱术会,李中华,等. 氟尼辛葡甲胺注射液的制备及性状初步研究[J]. 饲料博览, 2021, 11: 29 - 32.
Guo J, Zhu S, Li S, *et al.* Preliminary Study on Preparation and Properties of Flunixin Meglumine Injection [J]. Feed Expo, 2021, 11: 29 - 32.
- [3] 赵欢欢,潘源虎,王湘如,等. 兽用非甾体抗炎药的应用现状[J]. 动物医学进展, 2020, 41 (02): 114 - 119.
Zhao H, Pan Y, Wang X, *et al.* Application Status of Nonsteroidal Anti - inflammatory Drugs in Veterinary Medicine [J]. Progress in Veterinary Medicine, 2020, 41 (02): 114 - 119.
- [4] Marini D, Pippia J, Colditz I G, *et al.* Palatability and pharmacokinetics of flunixin when administered to sheep through feed[J]. Peerj, 2016, 4(3): e1800.
- [5] Wagner SA, Young J, Tena J K, *et al.* Short communication: Behavioral evaluation of the analgesic effect of flunixin meglumine in lame dairy cows[J]. J Dairy Sci, 2017, 100(8): 6562 - 6566.
- [6] Newby N C, Leslie K E, Dingwell H D P, *et al.* The effects of periparturient administration of flunixin meglumine on the health and production of dairy cattle[J]. J Dairy Sci, 2017, 100(1): 582 - 587.
- [7] 王宏磊,刘义明,吴连勇,等. 氟尼辛葡甲胺对患呼吸道疾病奶牛的解热效果[J]. 中国兽药杂志, 2019, 50(01): 44 - 49.
Wang H, Liu Y, Wu L, *et al.* The Antipyretic Effect of Flunixin Meglumine on Respiratory Diseases Cows[J]. Chinese Journal of

Veterinary Drug, 2019, 50(01):44-49.

[8] 韦定全,吴永德. 猪场常见猪病对症治疗的标准化指导方案[J]. 中国畜禽种业, 2019, 15(05):165-166.

Wei D, Wu Y. Standardized guidelines for Symptomatic treatment of common pig diseases in pig farms[J]. China's livestock and poultry breeding industry, 2019, 15(05):165-166.

[9] 李想,崔耀文,马杰,等. 氟尼辛葡甲胺对母猪产后恢复的影响[J]. 猪业科学, 2017, 34(4):104-106.

Li X, Cui Y, Ma J, et al. The effect of flunixin meglumine on postpartum recovery of sows[J]. Pig Science, 2017, 34(4):104-106.

[10] 丁越,张彤,曾小凉. 高效液相色谱法的实验教学探讨[J]. 实验室研究与探索, 2010, 29(09):122-124.

Ding Y, Zhang T, Zheng X. Exploration on Experiment Teaching of High Performance Liquid Chromatography[J]. Laboratory research and exploration, 2010, 29(09):122-124.

[11] 中国兽药典委员会. 《中华人民共和国兽药典》一部二〇二〇年版[S].

Chinese Veterinary Pharmacopoeia Committee. The First Volume of Chinese Veterinary Pharmacopoeia 2020 Edition[S].

[12] 吴勇. 实用测量不确定度评定[J]. 中国计量, 2004, (09):71-72.

Wu Y. Evaluation of Practical Measurement Uncertainty[J]. China Metrology Press, 2004, (09):71-72.

[13] 国家质量监督检验检疫总局. 中华人民共和国国家计量技术规范 JJF 1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].

AQSIQ. JJF1135-2005 Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement[S].

[14] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL006:2019. 化学分析中不确定度的评估指南[S].

China National Accreditation Commission for Conformity Assessment. CNAS-GL006:2019. Guidelines for the Evaluation of Uncertainty in Chemical Analysis[S].

[15] 国家质量监督检验检疫总局. 中华人民共和国国家计量技术规范 JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].

AQSIQ. JJF 1059.1-2012. 1 Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement[S].

[16] 国家质量监督检验检疫总局. 中华人民共和国国家计量技术规范 JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].

AQSIQ. JJG 196-2006, Working glass container[S].

[17] 季璇,王轩,戴青,等. 气相色谱法检测多西环素中乙醇含量的不确定度评定[J]. 中国兽药杂志, 2022, 56(11):32-38.

Ji X, Wang X, Dai Q, et al. Uncertainty Evaluation on Determination of Ethanol Content in Doxycycline by Gas Chromatography[J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2022, 56(11):32-38.

[18] 董玲玲,于晓辉,杨星,等. 气相色谱内标法测定双甲脒溶液含量的不确定度评定[J]. 中国兽药杂志, 2017, 51(5):33-36.

Dong L, Yu X, Yang X, et al. Uncertainty evaluation for the determination of amitraz in solution by gas chromatography internal standard method[J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2017, 51(5):33-36.

[19] 龚勇. 结果不确定度的评估导则[J]. 农药科学与管理, 2008, 29(12):40-45.

Gong Y. Guidelines for evaluating the uncertainty of results[J]. Pesticide Science and Administration, 2008, 29(12):40-45.

(编辑:陈希)