

电感耦合等离子体质谱法测定水产品中 16 种元素的不确定度评定

赵一霖, 李 珊*, 何 霜, 李吉龙, 王志雄

(广州质量监督检测研究院, 广州 510110)

摘 要: **目的** 采用电感耦合等离子质谱法对水产品中 16 种元素的不确定度进行分析。**方法** 根据实验过程中变量因素并结合 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的有关规定, 分析影响各元素结果的不确定度因素, 结合分析样品称样质量、定容体积、曲线拟合、仪器测量重复性等因素对不确定度分量的影响建立模型, 并对不确定度进行了评估。**结果** 各元素的相对扩展不确定度在 1.89%~7.81%之间, 满足正常的工作需求。不确定度主要来源于标准曲线的拟合和样品前处理的重复性两方面, 可通过改变内标元素的质量数和浓度等因素以降低标准溶液曲线拟合引入的不确定度。**结论** 本方法如实反映测量的置信度和准确性, 为日常实际检验工作提供参考。

关键词: 微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 水产品; 多金属元素; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of 16 kinds of elements in aquatic product by inductively coupled plasma mass spectrometry

ZHAO Yi-Lin, LI Shan*, HE Shuang, LI Ji-Long, WANG Zhi-Xiong

(Guangzhou Quality Supervision and Testing Research Institute, Guangzhou 510110, China)

ABSTRACT: Objective To analyze the uncertainty of 16 kinds of elements in aquatic products by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** According to the actual situation and JJF 1059.1-2012 *Measurement uncertainty evaluation and representation*, the uncertainty factors affecting the results were analyzed. Combined with the analysis of the sample quality, volume, curve fitting, measurement repeatability and other factors on the uncertainty model of influence degree of components, the uncertainty was evaluated. **Results** The relative expanded uncertainty of each element was in the range of 1.89%~7.81%, which could meet the requirement of normal work. The uncertainty mainly came from 2 aspects: the fitting of the standard curve and the repeatability of the sample pretreatment. In order to reduce the uncertainty of standard solution curve fitting, the quality and concentration of internal standard elements could be changed. **Conclusion** This method accurately reflects the confidence and accuracy of the measurement, and provides reference for the daily actual inspection work.

KEY WORDS: microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; aquatic product; multiple elements; uncertainty

*通讯作者: 李珊, 工程师, 主要研究方向为食品及相关产品的检测与研究。E-mail: 1178246795@qq.com

*Corresponding author: LI Shan, Engineer, Guangzhou Quality Supervision and Testing Research Institute, Guangzhou 510110, China. E-mail: 1178246795@qq.com

1 引言

水产食品因其良好的口感和丰富的营养, 尤其是含丰富矿物质如钙、铁、锌等, 深受人们喜爱。然而近年受重金属影响和污染的加剧, 水产食品重金属污染程度日益加深, 逐步引起食品安全监管部门的高度重视^[1]。随着对水产食品的需求与日俱增, 如何快速准确地监测大量水产品中的各种元素含量、降低食用风险逐步提上日程。

相对于国家标准中的石墨炉原子吸收光谱法或原子荧光分光光度法, 本研究采用微波消解-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)进行分析。两种方法均具有良好的准确度和灵敏度, 但 ICP-MS 法能更快速、准确地对样品进行分析, 节约时间, 提高工作效率, 有利于快速进行大批量样品的风险筛查^[2]。测量结果的可靠性很大程度上取决于其不确定度的大小, 所以, 测量结果表述必须同时包含赋予被测量的值及与该值相关的测量不确定度, 才是完整并有意义的^[3]。本研究建立了微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定水产品中的 Na、Mg、Al、Ca、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Sr、Mo、Cd、Pb、Hg、Se 等 16 种元素, 参照 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[4], 结合质量、体积、浓度等因素建立模型评定其不确定度^[5-11], 对水产品中的多种元素测定提供实际参考意义。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪(Agilent 7500CX, 美国 Agilent 公司); 自动分析天平(万分之一)(MS204S, METTLER TOLEDO); 微波消解仪(ETHOS1, MILESTONE)。

标准储备液(1000 mg/L)均购于国家有色金属及电子材料分析测试中心; 硝酸为优级纯, 双氧水为电子纯级(北

京化学试剂研究所); 实验用水为去离子水(电阻率 18.2 MΩ·cm, MILLIPORE 超纯水机, 德国); 内标储备液(Li、Sc、Ge、Y、Tb、Bi)均购于国家有色金属及电子材料分析测试中心。

2.2 仪器工作参数

射频功率 1550 W; 采样深度 8.5 mm; 等离子体冷却气流速 15.0 L/min; 载气流速 1.0 L/min; 补偿气流速 0.7 L/min; 镍合金采样锥和截取锥; 测量元素停留时间 0.3 s; 重复次数 3 次。

2.3 实验方法

参考 SN/T 2208-2008《水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、锑、钼、镉、铅、汞、硒的测定微波消解-电感耦合等离子体-质谱法》^[12]和部分文献^[13]。

准确称取 1.0 g 样品(精确至 0.0001 g)于消解罐中, 加入 5.0 mL 浓硝酸、2.0 mL 过氧化氢、1.0 mL 蒸馏水, 旋紧, 放置于微波消解系统中按照设定的程序进行消解。消解完全后, 赶酸至近干, 用 5% HNO₃ 溶液定容, 用 ICP-MS 测定由此得到的溶液中元素的含量, 计算样品中各元素的含量。测试流程如图 1 所示。

2.4 建立数学模型依据

$$X = \frac{C \times V \times f}{m \times 1000}$$

式中:

- X—样品中待测元素的含量, mg/kg;
- C—样品溶液中扣除空白后元素的浓度, mg/L;
- V—样品溶液的定容体积, mL;
- f—稀释因子;
- m—样品取样量, g。

2.5 分析不确定度来源

分析实验方法的数学模型, 影响测定过程的不确定度主要来源有: 标准物质、样品制备过程、标准曲线拟合、

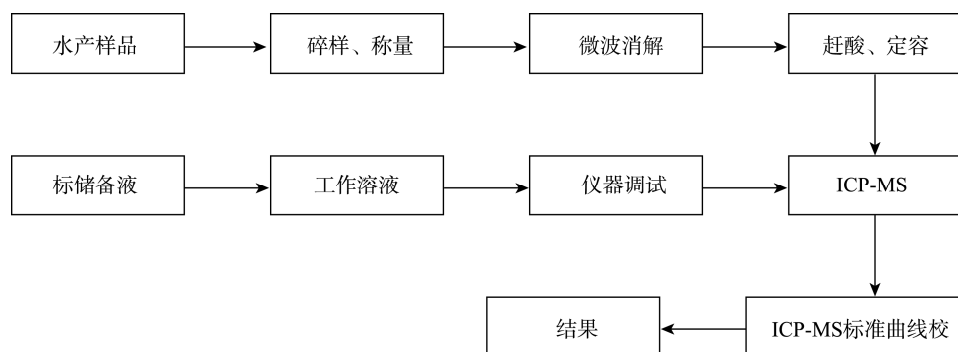


图 1 测试流程图
Fig. 1 Test flow chart

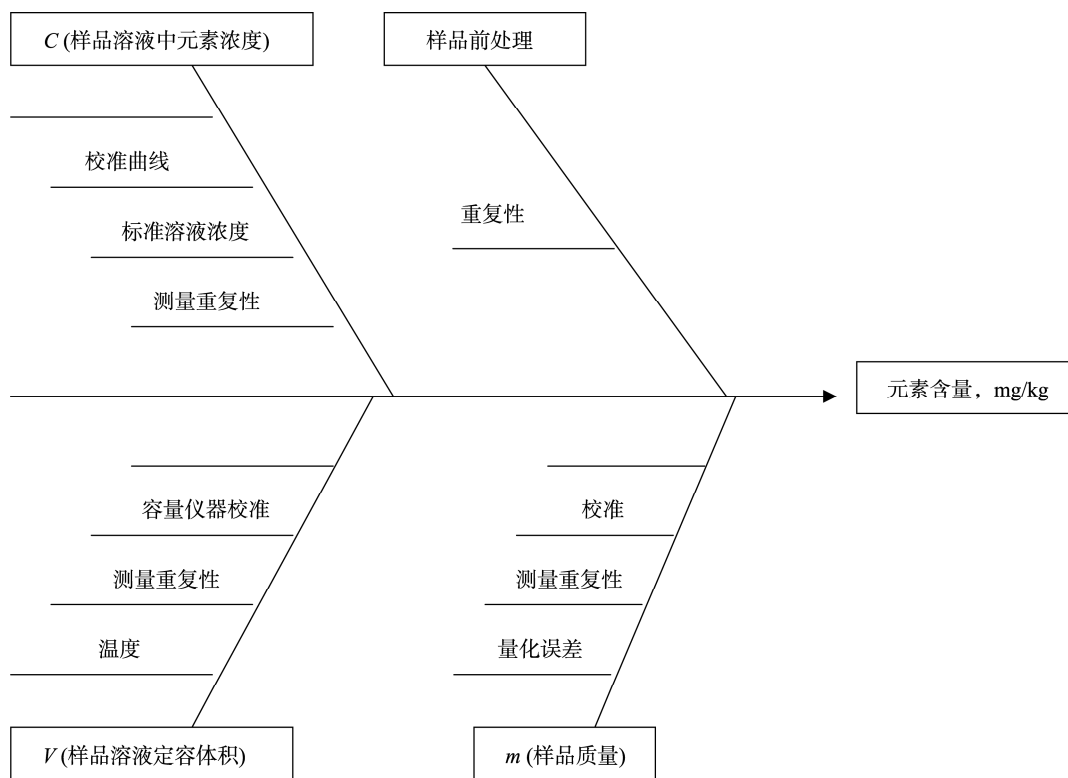


图2 各不确定度分量的因果关系

Fig. 2 Cause and effect relationship of each component of uncertainty

定容、样品重复性分析以及仪器自身稳定状态等,根据相对标准测量不确定度传播公式,其合成不确定公式为:

$$u_{rel}(X) = \sqrt{u_{rel}^2 \left(\frac{C \times V \times f}{m \times 1000} \right)}$$

各不确定度分量的因果关系如图2所示。

2.5.1 标准物质

包括标准储备液的不确定度、稀释过程引入的不确定度和定容温度变化造成的不确定度的影响。

2.5.2 样品制备过程

包括样品均匀性、代表性、电子分析天平称量引入的不确定度、样品前处理、定容体积、定容时温度变化影响。

2.5.3 样品重复性(随机)实验变化

包括电子分析天平重复性、体积的重复性、样品前处理的重复性等。

2.5.4 内标法曲线校准得出浓度C时所产生的不确定度

包括仪器稳定性所引入的不确定度、标准曲线非线性所引入的不确定度等。

3 结果与分析

3.1 称量过程中产生的相对不确定度 $u_{rel}(m)$

称量过程的不确定度主要来自于天平的准确性、天平的分辨率和称量过程的重复性,其中称量过程的重复性引

入的不确定度分量已包含在各种因素造成的重复性影响修正值不确定度分量中。

按照检测标准要求,要求使用的天平最小精度为0.1 mg,本实验室所用MS204S型号电子天平经计量校准合格,其校准证书扩展不确定度为0.5 mg。

$$\text{所以 } u_{1rel}(m) = \frac{0.0005}{1.0012 \times 2} = 0.00025。$$

电子天平的分辨率为0.1 mg,按照均匀分布,所以

$$u_{2rel}(m) = \frac{0.0001}{1.0012 \times 2} = 0.00005。$$

因此,由称量产生的相对不确定度为:

$$u_{rel}(m) = \sqrt{u_{1rel}(m)^2 + u_{2rel}(m)^2} = 0.000255。$$

3.2 样品消解定容产生的相对不确定度 $u_{rel}(V)$

试样处理中定容体积的不确定度主要来源于容量瓶校准、温度、重复性等方面^[14]。消溶液定容至50.0 mL容量瓶中,该容量瓶在20℃体积为(50.0±0.05) mL,按均匀分布计算校准不确定度为: $u_{1rel}(V) = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 50.0}$

mL;重复称量容量瓶10次,得出标准偏差0.08 mL,即

$$u_{2rel}(V) = \frac{0.08}{50.0} = 0.0016; \text{本次实验中容量瓶的使用温度范围在} \pm 5 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ 之间,水的膨胀系数为 } 2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C} \text{,按均匀分布}$$

得到的温差引起的标准不确定度为: $u_{3rel}(V) = \frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}}$
 $= 0.000606$, 3 项合成的样品定容体积的标准不确定度:

$$u_{rel}(V) = \sqrt{u_{1rel}(V)^2 + u_{2rel}(V)^2 + u_{3rel}(V)^2} = 0.0036。$$

3.3 Cb $u_{rel}(C)$

工作曲线非线性引起的不确定度 $u_{rel}(C)$ 由 3 个部分构成, 首先是由标准储备液配制标准溶液时所产生的对 C 的测量带来的不确定度 $u_{1rel}(C)$; 其次是待测溶液测量重复性 $u_{2rel}(C)$; 最后是 16 种标准溶液的浓度—相应信号拟合的直线求得 C 时测量所产生的不确定度 $u_{3rel}(C)$ 。

3.3.1 标准工作溶液配制时所产生的对 C 的测量带来的不确定 $u_{1rel}(C)$

多元素工作溶液配制, 多元素工作溶液中 Na、Mg、Ca 为 500 mg/L, Fe、Al、Sr、Zn 为 50 mg/L, Cu、As、Mo、Cd、Pb、Cr、Ni、Se 为 1 mg/L, Hg 为 0.25 mg/L。有的元素在配制过程中需要逐级稀释, 按标准工作溶液点的最大误差计算。表 1 给出了各元素配制过程的相对合成不确定度。

表 1 各元素配制过程的相对合成不确定度
 Table 1 Relative synthesis uncertainty of each element preparation process

相对不确定度	元素			
				Cu
				As
	Na	Fe	Mo	
	Mg	Al	Cd	
	Ca	Sr	Pb	Hg
		Zn	Ni	
			Se	
			Cr	
$u_{rel}(\text{标})$		0.0035		
$u_{rel}(\text{移})$	—	0.00507	0.00507	0.00507
$u_{rel}(\text{5 单})$	0.00257	—	—	—
$u_{rel}(\text{100 mL})$	—	—	0.00181	0.00181
$u_{rel}(\text{10 mL})$		0.00164		
$u_{rel}(\text{移})$		0.00507		
$u_{rel}(\text{50 mL})$		0.00181		
$u_{1rel}(C)$	0.00711	0.00834	0.00854	0.00854

标准物质所带来的不确定度, 采用 B 类评定方法, 本次试验使用的标准物质证书给出的相对扩展不确定度为 0.7%, 包含因子 $k=2$ 质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$, 其相对标准

不确定度为:

$$u_{rel}(\text{标}) = \frac{0.007 \times 1000}{2 \times 1000} = 0.0035。$$

1 mL 移液枪证书给出其最大允许误差为 (1 ± 0.008) mL, 重复吸取 10 次称量得出标准偏差 0.002 mL, 本实验控制温度在 (20 ± 5) $^{\circ}\text{C}$, 水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 。则 1 mL 移液管的合成标准不确定度:

$$u_{rel}(\text{移}) = \sqrt{\left(\frac{0.008}{1.0 \times \sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.002}{1.0}\right)^2 + \left(\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 1.0}{1.0}\right)^2} = 0.00507。$$

5 mL A 级单标吸量管证书容量最大允差为 (5 ± 0.015) mL, 重复吸取 10 次称量得出标准偏差 0.01 mL, 则 5 mL 移液管的合成相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\text{5 单}) = \sqrt{\left(\frac{0.0015}{5.0 \times \sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.01}{5.0}\right)^2 + \left(\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5.0}{5.0}\right)^2} = 0.00257。$$

10 mL 容量瓶证书容量最大允差为 (10 ± 0.02) mL, 重复吸取 10 次称量得出标准偏差 0.01 mL, 则 10 mL 容量瓶的合成相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\text{10 mL}) = \sqrt{\left(\frac{0.02}{10.0 \times \sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.01}{10.0}\right)^2 + \left(\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 10.0}{10.0}\right)^2} = 0.00164。$$

50 mL 容量瓶证书容量最大允差为 (50 ± 0.05) mL, 重复吸取 10 次称量得出标准偏差 0.08 mL, 则 50 mL 容量瓶的合成相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\text{50 mL}) = \sqrt{\left(\frac{0.05}{50.0 \times \sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.08}{50.0}\right)^2 + \left(\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 50.0}{50.0}\right)^2} = 0.00181。$$

100 mL 容量瓶证书容量最大允差为 (100 ± 0.10) mL, 重复吸取 10 次称量得出标准偏差 0.16 mL, 则 100 mL 容量瓶的合成相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\text{100 mL}) = \sqrt{\left(\frac{0.10}{100.0 \times \sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.16}{100.0}\right)^2 + \left(\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 100.0}{100.0}\right)^2} = 0.00181。$$

3.3.2 待测溶液测量重复性 $u_{2rel}(C)$

采用赛尔公式计算实验标准差, 在不同时间进行重复 6 次测量, 根据各次测量的标准偏差计算合并样本标准偏差 $S_{(\bar{C})}$, 相对合并样本标准偏差即为待测溶液测量重复性引入的相对标准不确定度, 结果如表 2 所示。

$$S_{(\bar{C})} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}$$

$$u_{2rel}(C) = \frac{S}{C \times \sqrt{n}}$$

式中: C_i —样品溶液中测定元素的浓度;

\bar{C} —样品溶液中测定元素的浓度平均值;

n —样品溶液的测定总次数, $n=6$ 。

表 2 ICP-MS 测量元素标准溶液的相对合并样本标准偏差 $u_{2rel}(C)$

Table 2 Standard deviation of the sample standard solution for ICP-MS measurement elements

元素	\bar{C}	$S_{(\bar{C})}$	$u_{2rel}(C)$
Na/(mg/L)	8.35	0.0945	0.0046
Mg/(mg/L)	6.49	0.0641	0.0040
Ca/(mg/L)	7.48	0.2833	0.0155
Fe/(mg/L)	0.188	0.0035	0.0077
Al/(mg/L)	0.113	0.0016	0.0060
Sr/(mg/L)	0.152	0.0041	0.0110
Zn/(mg/L)	0.203	0.0023	0.0047
Cu/(μ g/L)	9.98	0.1525	0.0062
As/(μ g/L)	14.86	0.4725	0.0130
Mo/(μ g/L)	3.17	0.0799	0.0103
Cd/(μ g/L)	1.08	0.0438	0.01657
Pb/(μ g/L)	1.98	0.0882	0.0182
Ni/(μ g/L)	0.86	0.0167	0.0079
Se/(μ g/L)	5.80	0.0913	0.0064
Cr/(μ g/L)	13.85	0.2597	0.0077
Hg/(μ g/L)	1.07	0.0631	0.0241

3.3.3 标准曲线拟合时引入的不确定度 $u_{3rel}(C)$

本实验采用 6 个浓度水平点的元素标准溶液, 用 ICP-MS 法测定其相应信号, 每一浓度点测定 3 次, 以钠的测定数据为例, 如表 3 所示, 用最小二乘法进行拟合。

表 3 钠标准溶液浓度与相应信号强度

Table 3 The concentration of sodium standard solution and the corresponding signal strength

C(mg/L)	A_1	A_2	A_3	\bar{A}
0	1.974	1.965	1.978	1.972
0.5	8.589	8.602	8.635	8.609
1	15.16	15.21	15.05	15.14
2	29.05	29.26	29.15	29.15
5	68.30	68.12	68.15	68.19
10	134.5	133.0	135.0	134.2

$A=13.2143X+2.1315, r=0.9999$

本实验对样品中的钠测定液进行了 6 次测定, 由直线方程求得各次测量的值后计算其平均浓度为 8.35 mg/L, 则 C 的标准不确定为:

$$u_3(C) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{N} + \frac{(C_{\#} - \bar{C})^2}{\sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2}}$$

$$u_{3rel}(C) = \frac{u_3(C)}{C_{\#}}$$

式中: p —曲线对样品溶液的测定总次数, $p=6$;

b —工作曲线的斜率, $b=13.2143$;

n —标准溶液的测定总次数, 6 个标准点, 每个测定 3 次, 共计 18 次, $n=18$;

S_R —工作曲线的标准偏差;

$C_{\#}$ —本实验样品测得值, $C_{\#}=8.35$ mg/L

C_j —标准溶液中钠的浓度,

\bar{C} —标准溶液的质量浓度平均值, $\bar{C}=0.31$ mg/L;

则有:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m [A_j - (a + bC_j)]^2}{m - 2}}$$

m —标准溶液的测定总次数, 6 个标准点, 每个测定 3 次, 共计 18 次, $m=18$;

b —工作曲线的斜率, $b=13.2143$;

a —工作曲线截距, $a=2.1315$;

表 4 给出了所有元素工作曲线拟合引入的不确定度 $u_{3rel}(C)$ 。

表 4 ICP-MS 测量元素工作曲线拟合引入的不确定度 $u_{3rel}(C)$
Table 4 Uncertainty of ICP-MS measurement element working curve fitting

元素	$C_{\#}$	S_R	$u_3(C)$	$u_{3rel}(C)$
Na/(mg/L)	8.35	0.4658	0.0208	0.0025
Mg/(mg/L)	6.49	0.2171	0.0158	0.0024
Ca/(mg/L)	7.48	0.0011	0.0219	0.0029
Fe/(mg/L)	0.188	0.1528	0.0014	0.0077
Al/(mg/L)	0.113	0.0363	0.0042	0.0370
Sr/(mg/L)	0.152	0.0972	0.0036	0.0226
Zn/(mg/L)	0.203	0.1839	0.0033	0.0162
Cu/(μ g/L)	9.98	0.0117	0.0421	0.0042
As/(μ g/L)	14.86	0.0011	0.0354	0.0024
Mo/(μ g/L)	3.17	0.0031	0.0367	0.0116
Cd/(μ g/L)	1.08	0.0022	0.0183	0.0013
Pb/(μ g/L)	1.98	0.0015	0.0317	0.0160
Ni/(μ g/L)	0.86	0.0014	0.0288	0.0335
Se/(μ g/L)	5.80	0.0001	0.0483	0.0152
Cr/(μ g/L)	13.85	0.0022	0.0183	0.0013
Hg/(μ g/L)	1.07	0.0000	0.0246	0.0243

3.3.4 样品溶液元素浓度的 ICP-MS 相对测量不确定度的合成 $u_{rel}(C)$

按下列公式合并上述 3 项, 可得样品溶液元素浓度的 ICP-MS 相对测量不确定度 $u_{rel}(C)$, 结果综合在表 5, 见表 5 所示。

$$u_{rel}(C) = \sqrt{u_{1rel}(C)^2 + u_{2rel}(C)^2 + u_{3rel}(C)^2}$$

3.4 样品前处理影响因子相对标准不确定度 $u_{rel}(F)$

本文采用空白样品加标为测试对象, 在相同条件下先后对样品进行 10 次样品处理, 用同一仪器测定各种元素的含量, 计算结果的相对标准偏差, 该偏差可认为是样品前处理方法的相对标准不确定度, 各元素样品前处理影响因子相对标准不确定度 $u_{rel}(F)$ 值见表 5 所列。

$$u_{rel}(F) = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}}{C \times \sqrt{n}}$$

式中: C_i —样品溶液中测定元素的浓度;

\bar{C} —样品溶液中测定元素的浓度平均值;

n —样品溶液的测定总次数, $n=10$ 。

3.5 合成相对标准不确定度^[15]

按公式对以上分量进行合成, 得相对合成不确定度:

$$u_{rel}(\text{合}) = \sqrt{u_{rel}(C)^2 + u_{rel}(V)^2 + u_{rel}(m)^2 + u_{rel}(F)^2}$$

按照国际惯例, 取包含因子 $k=2$, 则测量结果的相对扩展不确定度为 $U=u_{rel}(\text{合}) \times 2$, 结果见表 5 所示。

4 结 论

比较各分量大小, 可以看出水产中各元素的分析不确定度主要来源于标准曲线的拟合和样品前处理的重复性两方面, 用 ICP-MS 测定水产品中 16 种元素时, 各元素的相对扩展不确定度在 1.89%~7.81% 之间, 可满足正常的工作需求。在标准曲线拟合时, 以元素信号与内标元素信号的比值 Ratio 为纵坐标, 因此可通过改变内标元素的质量数和浓度等因素以降低标准溶液曲线拟合引入的不确定度。

表 5 ICPMS 测定水产品中的各元素不确定度 U
Table 5 Determination of the uncertainty of each element in aquatic products by ICP-MS

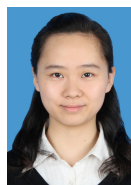
元素	$u_{rel}(m)$	$u_{rel}(V)$	$u_{rel}(C)$	$u_{rel}(F)$	$u_{rel}(\text{合})$	$U/\%$
Na	0.00026	0.00360	0.00884	0.00076	0.00958	1.92
Mg	0.00026	0.00360	0.00853	0.00177	0.00943	1.89
Ca	0.00026	0.00360	0.01727	0.00761	0.01921	3.84
Fe	0.00026	0.00360	0.01371	0.00681	0.01573	3.15
Al	0.00026	0.00360	0.03837	0.00632	0.03905	7.81
Sr	0.00026	0.00360	0.02647	0.00579	0.02733	5.47
Zn	0.00026	0.00360	0.01888	0.00545	0.01998	4.00
Cu	0.00026	0.00360	0.01139	0.00440	0.01273	2.55
As	0.00026	0.00360	0.01572	0.00489	0.01685	3.37
Mo	0.00026	0.00360	0.01769	0.00633	0.01913	3.83
Cd	0.00026	0.00360	0.01869	0.00426	0.01950	3.90
Pb	0.00026	0.00360	0.02569	0.00522	0.02646	5.29
Ni	0.00026	0.00360	0.03544	0.00588	0.03610	7.22
Se	0.00026	0.00360	0.01860	0.00501	0.01960	3.92
Cr	0.00026	0.00360	0.01155	0.00417	0.01280	2.56
Hg	0.00026	0.00360	0.03530	0.00884	0.03657	7.31

参考文献

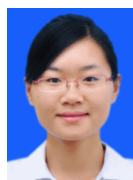
- [1] 刘欢, 吴立冬, 李晋成, 等. 中国贝类产品重金属污染现状分析与评价[J]. 中国农学通报, 2013, 29(29): 75-81.
Lu H, Wu LD, Li JC, *et al.* Analysis and evaluation of heavy metal pollution in Chinese shellfish products [J]. Chin Agric Sci Bull, 2013, 29(29): 75-81.
- [2] 王海涛, 曲志勇, 陆地, 等. 石墨炉原子吸收法与电感耦合等离子体质谱法测定药用明胶胶囊壳中铬的对比研究[J]. 分析测试学报, 2012, 12(31): 229-232.
Wang HT, Qu ZY, Lu D, *et al.* Determination of chromium in medicinal gelatin capsule shell by graphite furnace atomic absorption spectrometry and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2012, 12(31): 229-232.
- [3] 刘淑晨, 刘丽, 夏海青. 石墨炉原子吸收分光光度法测定海蟹中镉的不确定度[J]. 中国食品卫生杂志, 2015, 27(S): 4-6.
Lu SC, Lu L, Xia HQ. The uncertainty of determination of cadmium in crab spectrophotometry by graphite furnace atomic absorption [J]. Chin J Food Hyg, 2015, 27(S): 4-6.
- [4] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [5] 王如海, 蒋倩, 朱小芳, 等. 原子吸收测定土壤镍的测量不确定度评定研究[J]. 土壤, 2014, 46(1): 139-144.
Wang HR, Jiang Q, Zhu XF, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of nickel in soil by atomic absorption spectrometry [J]. Soils, 2014, 46(1): 139-144.
- [6] 陈飞, 尹亮亮, 孔祥银, 等. 生物样品中锶-90 分析的不确定度评定[J]. 辐射研究与辐射工艺学报, 2016, 34(1): 010701(1-6).
Chen F, Yi LL, Kong XY, *et al.* Evaluation of uncertainty in the determination of strontium in biological samples by ^{90}Sr [J]. J Rad Res Rad Proc, 2016, 2, 34(1): 010701(1-6).
- [7] 张艳, 熊英, 张飞鸽, 等. 电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定矿石中钨、钼的不确定度评定[J]. 光谱实验室, 2013, 30(2): 730-736.
Zhang Y, Xiong Y, Zhang FG, *et al.* Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry for the determination of tungsten and molybdenum ores of uncertainty [J]. Chin J Spectr Lab, 2013, 30(2): 730-736.
- [8] 顾浩峰, 朱文东. 氢化物原子荧光光谱法测定稻米中硒含量的不确定度研究[J]. 保鲜与加工, 2015, 15(3): 62-67.
Gu HF, Zhu WD. Study on uncertainty of determination of selenium in rice by hydride atomic fluorescence spectrometry [J]. Storage Proc, 2015, 15(3): 62-67.
- [9] 兴丽, 王梅, 赵凤敏, 等. ICP-MS 两种模式下测定亚麻籽中微量元素及其不确定度评定[J]. 光谱学与光谱分析, 2014, 1, 34(1): 226-229.
Xing L, Wang M, Zhao FM, *et al.* Determination of trace elements and their uncertainty in the determination of trace elements in flax seeds with two modes of ICP-MS [J]. Spectr Spect Anal, 2014, 1, 34(1): 226-229.
- [10] 陈佳, 乔菲, 金红宇, 等. ICP-MS 法测定马钱子中重金属及有害元素含量的不确定度评定[J]. 药物分析杂志, 2013, 33(12): 2176-2182.
Chen J, Qiao F, Jin HY, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of heavy metals and harmful elements content in *Semen strychni* by ICP-MS [J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(12): 2176-2182.
- [11] 卢其明, 李鑫, 陈敏, 等. 引入不确定度的基础化学实验数据处理方法探讨[J]. 化学通报, 2016, 79(1): 92-95.
Lu QM, Li X, Chen M, *et al.* Discussion on the basic chemical experiment data processing method with uncertainty [J]. Chemistry, 2016, 79(1): 92-95.
- [12] SN/T 2208-2008 水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、锶、钼、镉、铅、汞、硒的测定 微波消解-电感耦合等离子体-质谱法[S].
SN/T 2208-2008 Microwave digestion inductively coupled plasma mass spectrometry determination of sodium, magnesium, aluminum, calcium, chromium, iron, nickel, copper, zinc, arsenic, strontium, molybdenum, cadmium, lead, mercury and selenium [S].
- [13] 樊祥, 周瑶, 陈迪, 等. 电感耦合等离子体质谱法分析水产品中 12 种元素[J]. 分析试验室, 2013, 32(05): 91-95.
Fan X, Zhou Y, Chen D, *et al.* Analysis of 12 Elements in aquatic products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2013, 32(05): 91-95.
- [14] JJF 196-2006 常用玻璃量器计量检定规程[S].
JJF 196-2006 Verification regulation of common glass container measurement [S].
- [15] 何伟彪, 罗美. 利用 top-down 技术评定 ICP-MS 法测定水中镉的测量不确定度[J]. 中国环境监测, 2015, 31(1): 118-121.
He WB, Luo M. Evaluation of uncertainty in determination of cadmium in water by ICP-MS method using top-down technique [J]. Environ Monit China, 2015, 31(1): 118-121.

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



赵一霖, 助理工程师, 主要研究方向为食品及相关产品的检测与研究。
E-mail: 395444889@qq.com



李 珊, 工程师, 主要研究方向为食品及相关产品的检测与研究。
E-mail: 1178246795@qq.com