

电感耦合等离子体质谱法检测红薯粉条中铝和钛含量的不确定度评定

夏用恢, 罗 诚*

(株洲市食品药品检验所, 株洲 412000)

摘 要: **目的** 评定电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)检测红薯粉条中铝和钛含量的不确定度。**方法** 采用 ICP-MS 法测定红薯粉中铝和钛的含量, 系统分析其不确定的来源, 量化不确定度分量, 计算扩展不确定度。**结果** 经评定, 红薯粉中铝的含量为 (3.079 ± 0.50) mg/kg, 钛的含量为 (0.566 ± 0.022) mg/kg。影响铝和钛测定不确定度的主要因素是样品中铝和钛浓度测定时的标准溶液稀释过程, 其次是重复性试验和回收试验, 样品称量和溶液定容可忽略不计。**结论** 本方法客观可靠, 有望为 ICP-MS 法检测其他食品中铝和钛含量的不确定度评定提供借鉴和参考。

关键词: 不确定度; 电感耦合等离子体质谱法; 红薯粉条; 铝; 钛

Uncertainty evaluation for determination of aluminium and titanium content in sweet potato vermicelli by inductively coupled plasma mass spectrometry

XIA Yong-Hui, LUO Cheng*

(Zhuzhou Institute for Food and Drug Control, Zhuzhou 412000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for determination of aluminium (Al) and titanium (Ti) in sweet potato vermicelli by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** The content of Al and Ti in sweet potato vermicelli was determined by ICP-MS firstly. Then the extended uncertainty was calculated by systematically analysing the sources of uncertainty and quantifying the uncertainty components. **Results** The content of aluminum in sweet potato powder was (3.079 ± 0.50) mg/kg, and the content of titanium was (0.566 ± 0.022) mg/kg. The main sources of uncertainty for the determination of Al and Ti by ICP-MS were dilution of standard solutions, followed by the repeatability and the recovery tests. The influences of weigh and constant volume of samples were negligible. **Conclusion** This method is objective and reliable, which will provide valuable technical supporting for the uncertainty evaluation of determination of Al and Ti in various foodstuffs by ICP-MS.

KEY WORDS: uncertainty; inductively coupled plasma mass spectrometry; sweet potato vermicelli; aluminium; titanium

基金项目: 湖南省食品药品监督管理局食品药品安全科技项目(湘食药科 R201523)

Fund: Supported by the Hunan Food and Drug Administration Food and Drug Safety Science and Technology Project (Hunan Food and Drug Department R201523)

*通讯作者: 罗诚, 主管药师, 主要研究方向为药品、食品及食品相关产品分析技术。E-mail: 50652173@qq.com

*Corresponding author: LUO Cheng, Pharmacist, Zhuzhou Institute for Food and Drug Control, Zhuzhou 412000, China. E-mail: 50652173@qq.com

1 引言

随着经济社会的高速发展,人们日益关注食品安全问题。食品添加剂能显著改善食品的外观、风味和品质,广泛应用于食品加工工业。在红薯粉条生产加工过程中,为了降低红薯淀粉粘度,提高粉条成型率,不成熟的生产工艺会使用到明矾^[1]。一些不法商家,为了更好的卖相,牟取更高利润,甚至会添加着色剂二氧化钛^[2]。然而铝和钛都不是人体所需的必需元素,大量富集在人体内,会对身体健康产生严重的危害^[3,4]。GB 2760-2014《食品添加剂使用标准》^[5]中规定,粉丝、粉条中铝的残留量不得大于 200 mg/kg,二氧化钛在粉丝粉条中为禁用成分,不得检出。

电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)作为能同时测定多元素的一种先进技术,具有分析速度快、样品引入简单、检出限低、分析精密度高和线性响应范围宽等优点。然而作为一种痕量分析技术,实验中每一个步骤都可能对测定结果产生影响^[6]。测量不确定度可以有效发现影响检测结果的关键因素,其大小能直接反映检测结果的可靠性。对定量分析方法进行不确定度评定是国家计量技术规范中的规定,也是对测量结果科学有效的保证^[7]。

目前有关 ICP-MS 法测定食品中铝和钛含量的不确定度评定尚未见报道,本研究以罗诚^[8]ICP-MS 法测定市售红薯粉条中铝和钛的实验为基础,依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[7]和 CNAS-GL06《化学分析中不确定度的评估指南》^[9]中的要求,参考相关文献^[10-18],系统分析其不确定的来源,量化不确定度分量,计算扩展不确定度,从而确定影响其结果的主要因素,建立一套科学合理的不确定度评价方法,为 ICP-MS 法检测食品中的铝和钛含量提供有益指导。

2 仪器与方法

2.1 仪器与试剂

iCAP Q 电感耦合等离子质谱仪(美国赛默飞公司); XSE205DV 电子天平(精度 0.0001 g, 美国梅特勒公司); MARS-6 微波消解仪及聚四氟乙烯复合纤维组合消解罐(美国 CEM 公司); 09C20 恒温电加热器(中国博通公司); 165500 酸纯化仪(美国 CEM 公司); GM 200 刀式研磨仪(德国 Retsch 公司); 量程为 10~100、20~200、100~1000、500~5000 μL 的移液器(美国赛默飞公司); 25、50、100、200 mL 容量瓶(A 级, 天津市天科玻璃仪器制造有限公司)。

铝单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心, 批号: GSR 04-1713-2004 158021-2); 钛单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心, 批号: GSR 04-1757-2004 16A038); 铟元

素标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心, 批号: GSR 04-1750-2004 158104); 硝酸(优级纯, 美国赛默飞公司); 过氧化氢(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 实验用水(蒸馏水, 屈臣氏)。

红薯粉条样品为株洲市食品药品检验所实验室所留含铝和钛的阳性样品。

2.2 测量方法

红薯粉条中铝和钛含量检测采用 ICP-MS 法, 具体测量方法参见参考文献^[8]。实验流程如下:

粉碎过筛→称样→微波消解→赶酸→定容

标准曲线溶液配制→标准曲线测定→样品测定→结果。

其中标准曲线溶液配制: 精密吸取铝单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)和钛单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)各 0.1 mL 至 100 mL 容量中, 用 2% HNO_3 溶液溶解并定容至刻度, 制成铝标准储备液(1000 ng/mL)和钛标准储备液(1000 ng/mL)。然后分别精密吸取标准储备液适量, 用 2% HNO_3 溶液稀释定容, 制成铝浓度分别为 1.00、5.00、20.0、40.0、80.0 ng/mL, 钛浓度分别为 0.50、1.00、5.00、20.0、50.0 ng/mL 的混合系列梯度标准溶液。同时配制 20 ng/mL 铟标准溶液作为内标溶液。

3 不确定度评定

3.1 数学模型建立

$$X = \frac{C \times D \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}}$$

其中: X 为待测样品中铝和钛的含量(mg/kg); C 为从标准曲线中测得的铝和钛的浓度(ng/mL); D 为试液定容体积(mL); m 为样品的取样量(g)。

3.2 不确定度来源分析

根据 CNAS-GL06:2006《化学分析中不确定度的评定指南》^[9], 结合实验数学模型, 铝和钛含量的不确定度主要来源于待测试液中元素浓度的不确定度、定容体积不确定度、样品称量的不确定度、方法回收率不确定度和测定重复性不确定度。其中, 元素的浓度的不确定度又可从标准物质、标准曲线稀释过程、标曲拟合 3 个方面加以考虑。

3.3 不确定度分量量化

3.3.1 被测物质中铝和钛浓度的相对标准不确定度的评定 $u_{\text{rel}}(C)$

(1) 标准物质的相对标准不确定 $u_{\text{rel}}(P)$

根据标准物质的证书可知铝和钛标准溶液的扩展不确定度均为 0.7%, 扩展因子 $k=2$, 可得 $u_{\text{rel}}(P_{\text{Al}}) = \frac{0.007}{2} = 0.00350$, $u_{\text{rel}}(P_{\text{Ti}}) = \frac{0.007}{2} = 0.00350$ 。

(2) 标准溶液稀释过程引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$

主要从容量瓶和移液器 2 方面予以分析。稀释过程中

用到了 200、100、50、25 mL A 级容量瓶, 参考 JJG196-2006 《常用玻璃量器检定规程》^[19] 的要求, 校准按照三角分布, $k=\sqrt{6}$, $u(V_{校})=\frac{\text{允差}}{\sqrt{6}}$, 实验室允许的温度波动为 $\pm 5^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数 $\alpha=2.1\times 10^{-4}$, 按均匀分布计算, 则 $u(V_T)=\frac{V\times\Delta T\times\alpha}{\sqrt{3}}$, 其相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{容})=\frac{\sqrt{u(V_{校})^2+u(V_T)^2}}{V}$, 标准溶液稀释过程中容量瓶引入的不确定度见表 1。

移液器依照 JJG646-2006 《移液器检定规程》的规定^[20], 其引入的不确定度见表 2。

其中校准不确定度中 $k=\sqrt{6}$, $u(V_{校})=\frac{\text{允差}}{\sqrt{6}}$, 温度波动按均匀分布, $u(V_T)=\frac{V\times\Delta T\times\alpha}{\sqrt{3}}$ 。移液器的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{移})=\frac{\sqrt{u(V_{校})^2+u(V_T)^2}}{V}$ 。

Al 元素标准溶液稀释过程中共使用了 200 mL 容量瓶 2 次, 100 mL 容量瓶 2 次, 50 mL 容量瓶 2 次, 移液器量取体积 0.1 mL 1 次, 0.2 mL 1 次, 1.0 mL 1 次, 2.0 mL 2 次, 4.0 mL 1 次。Al 标样稀释引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{Al}})=\sqrt{\frac{2u_{\text{rel}}(V_{200})^2+2u_{\text{rel}}(V_{100})^2+2u_{\text{rel}}(V_{50})^2+u_{\text{rel}}(V_{0.1})^2+u_{\text{rel}}(V_{0.2})^2+u_{\text{rel}}(V_{1.0})^2+2u_{\text{rel}}(V_{2.0})^2+u_{\text{rel}}(V_{4.0})^2}{V}}=0.0118$ 。

Ti 元素标准溶液稀释过程中共使用了 200 mL 容量瓶 2 次, 100 mL 容量瓶 2 次, 50 mL 容量瓶 2 次, 移液器量取体积 0.1 mL 2 次, 0.2 mL 1 次, 0.5 mL 1 次, 1.0 mL 2 次, 2.5 mL 1 次。Ti 标样稀释引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V_{\text{Ti}})=\sqrt{\frac{2u_{\text{rel}}(V_{200})^2+2u_{\text{rel}}(V_{100})^2+2u_{\text{rel}}(V_{50})^2+2u_{\text{rel}}(V_{0.1})^2+u_{\text{rel}}(V_{0.2})^2+u_{\text{rel}}(V_{0.5})^2+u_{\text{rel}}(V_{1.0})^2+u_{\text{rel}}(V_{2.5})^2}{V}}=0.0145$ 。

(3) 标准曲线拟合产生的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{std})$
用配制的系列标准溶液, 从低浓度到高浓度分别进样 3 次测定, 记录质谱图。以定量离子强度对浓度进行线性回归, 得到铝的标准曲线为 $Y=187.9672X+1266.8738$, $r^2=0.9993$, 钛的标准曲线为 $Y=190.1744X+61.7216$, $r^2=1.0000$ 。由标准曲线拟合导入的不确定度计算公式^[7]为:

$$u(\text{std})=\frac{S_r}{b} \times \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(C_0-C)^2}{S_\infty}}$$

式中, S_r : 标准曲线残差的标准差, $S_r=\sqrt{\frac{\sum(A_{aj}-A_j)^2}{n-2}}$, A_{aj} : 各标准曲线的真实响应者; A_j : 根据标准曲线计算的理论值; b : 标准曲线的斜率, $b_{\text{Al}}=187.9672$; $b_{\text{Ti}}=190.1744$; n : 标准曲线总测定次数, $n=5\times 3=15$; p : 用该曲线样品测定的次数, $p=6$; C_0 : 标准曲线各点浓度的平均值, $C_0(\text{Al})=29.2 \text{ ng/mL}$, $C_0(\text{Ti})=15.3 \text{ ng/mL}$; C : 样品的平均值, $C(\text{Al})=30.79 \text{ ng/mL}$, $C(\text{Ti})=5.66 \text{ ng/mL}$; S_∞ : 标准系列溶液浓度的残差的平方和, $S_\infty=\sum_{j=1}^m(C_j-C_0)^2$; C_j : 标准系列各点浓度值; m : 标准曲线点数, $m=5$ 。相对不确定度按下式计算: $u_{\text{rel}}(\text{std})=\frac{u(\text{std})}{C}$ 。标准曲线拟合引入的不确定度计算结果见表 3。

$$\text{则 } u_{\text{rel}}(C)=\sqrt{u_{\text{rel}}(P)^2+u_{\text{rel}}(V)^2+u_{\text{rel}}(\text{std})^2}$$

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{Al}})=\sqrt{0.00350^2+0.0118^2+0.00803^2}=0.0812$$

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{Ti}})=\sqrt{0.00350^2+0.0145^2+0.00725^2}=0.0166$$

3.3.2 样品定容时的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(D)$

样品消解赶酸后定容至 50 mL 容量瓶中, 50 mL A 级容量瓶容量允差为 $\pm 0.05 \text{ mL}$, 三角分布; 实验室温度波动 $\pm 5^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数 $\alpha=2.1\times 10^{-4}$ 均匀分布, 则

$$u_{\text{rel}}(D_{\text{Al}})=u_{\text{rel}}(D_{\text{Ti}})=\frac{\sqrt{(0.05/\sqrt{6})^2+(50\times 5\times 2.1\times 10^{-4}/\sqrt{3})^2}}{50}=0.000731$$

表 1 容量瓶引入的不确定度

Table 1 Uncertainty introduced by volumetric flask

玻璃容器(A 级)	200 mL 容量瓶	100 mL 容量瓶	50 mL 容量瓶	25 mL 容量瓶
允差范围/mL	0.15	0.10	0.05	0.03
标准不确定度 $u(V_{校})$	0.0612	0.0408	0.0204	0.0122
温度波动/ $^\circ\text{C}$	5	5	5	5
标准不确定度 $u(V_T)$	0.1212	0.0606	0.0303	0.0152
相对标准不确定 $u_{\text{rel}}(V_{容})$	0.000679	0.000731	0.000731	0.000779

表 2 移液器引入的不确定度

Table 2 Uncertainty introduced by pipettes

移液器标称容量	100 μL	200 μL	1000 μL	1000 μL	5000 μL	5000 μL	5000 μL
量取体积/mL	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0	2.5	4.0
容量允许误差 $\pm\%$	2.0	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.6
校标准不确定度 $u(V_{校})$	0.000816	0.001225	0.002041	0.004082	0.004082	0.005103	0.009798
温度波动/ $^\circ\text{C}$	5	5	5	5	5	5	5
标准不确定度 $u(V_T)$	0.000061	0.000121	0.000303	0.000606	0.001212	0.001516	0.002425
相对标准不确定 $u_{\text{rel}}(V_{移})$	0.008187	0.006154	0.004127	0.004127	0.002129	0.002129	0.002523

3.3.3 样品称取引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

精密称取 0.5000 g 红薯粉条样品, 由检定证书可知万分之一天平其最大允许误差为 0.1 mg, 按均匀分布($k=\sqrt{3}$), 采用减量法称量, 不确定的分量应计算 2 次, 则标准不确定度 $u_1(m_{\text{Al}})=u(m_{\text{Ti}})=\frac{0.0001 \times \sqrt{2}}{\sqrt{3}}=0.081649$, 相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m_{\text{Al}})=u_{\text{rel}}(m_{\text{Ti}})=\frac{0.081649}{0.5000}=0.000163$ 。

3.3.4 方法回收率产生的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$

由于消解不完全, 元素损失或污染, 赶酸元素挥发, 红薯粉条中铝和钛元素不能 100% 进入样液进行测定, 可通过回收率评定样品消解等过程中产生的不确定度。加样回收实验平行做 6 份, 计算其平均回收率 \bar{R} 和标准偏差 SD 值, $u(R)=\frac{SD}{\sqrt{n}}$, $u_{\text{rel}}(R)=\frac{u(R)}{\bar{R}}$, 其结果见表 4。

3.3.5 重复性测定引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{X})$

重复性试验研究的对象是整个实验过程, 其不确定度由各个重复性分量合成, 所以不再对各个步骤中相关的

重复性因素另外单独进行计算。取粉碎好的阳性样品 6 份, 重复性条件下, 进行平行测定。计算其含量平均值 C 和标准偏差 SD , $u(\bar{X})=\frac{SD}{\sqrt{n}}$, $u_{\text{rel}}(\bar{X})=\frac{u(\bar{X})}{\bar{X}}$, 其结果见表 5。

3.4 计算合成标准不确定度

铝的不确定度的分量汇总表 6。

则铝相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel,Al}} = \sqrt{u_{\text{rel}}(C)^2 + u_{\text{rel}}(D)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(R)^2 + u_{\text{rel}}(X)^2}$$

$$= \sqrt{0.0812^2 + 0.000731^2 + 0.000163^2 + 0.00669^2 + 0.00833^2} = 0.0819;$$

合成标准不确定度: $u = u_{\text{rel}} \times X$, 则 $u_{\text{Al}} = 0.0819 \times 3.079 = 0.2522 \text{ mg/kg}$ 。

同理, 钛的不确定度的分量汇总表 7。

$$u_{\text{rel,Ti}} = \sqrt{0.0166^2 + 0.000731^2 + 0.000163^2 + 0.00450^2 + 0.00804^2} = 0.0190;$$

表 3 标准曲线拟合引入的不确定度

Table 3 Uncertainty introduced by standard curve fitting

元素	浓度/(ng/mL)	A_{aj}	A_j	$(A_{aj}-A_j)^2$	$(C_j-C_0)^2$	$u(\text{std})$	$u_{\text{rel}}(\text{std})$
铝	1	1498.72	1454.84	1925.37	795.24	0.247202	0.00803
	5	1987.05	2206.71	48250.43	585.64		
	20	5062.52	5026.22	1317.85	84.64		
	40	9021.33	8785.56	55539.50	116.64		
	80	16190.47	16304.25	12945.84	2580.64		
钛	0.5	172.28	156.81	239.31	219.04	0.041051	0.00725
	1	237.04	251.90	220.79	204.49		
	5	1041.89	1012.61	857.40	106.09		
	20	3829.03	3865.27	1313.31	22.09		
	50	9582.3	9570.59	137.09	1204.09		

表 4 回收率引入的不确定度($n=6$)Table 4 Uncertainty introduced by recovery ($n=6$)

元素	回收率/%					平均值/%					SD	$u(R)$	$u_{\text{rel}}(R)$
铝	90.2	92.3	93.0	91.2	94.5	91.5	92.12	0.01509	0.00616	0.00669	0.00989	0.00404	0.00450
钛	88.5	89.9	90.3	90.6	90.6	88.5	89.73						

表 5 重复性引入的不确定度($n=6$)Table 5 Uncertainty introduced by repeatability ($n=6$)

元素	含量/(mg/kg)					平均值/(mg/kg)					SD	$u(\bar{X})$	$u_{\text{rel}}(\bar{X})$
铝	3.177	3.025	3.098	3.000	3.102	3.070	3.079	0.0628	0.0256	0.00833	0.0111	0.0045	0.00804
钛	0.565	0.566	0.575	0.579	0.547	0.563	0.566						

表 6 铝的不确定度分量汇总表

Table 6 Summary of uncertainty components of aluminum

相对不确定度	不确定度来源	相对不确定度分量	因素重要性排序	
$u_{rel}(C)$	0.0812	标准物质	0.00350	5
		标准溶液稀释	0.0118	1
		标准曲线拟合	0.00803	4
$u_{rel}(D)$	0.00731	体积定容	0.000731	6
$u_{rel}(m)$	0.000163	样品称取	0.000163	7
$u_{rel}(R)$	0.00669	方法回收率	0.00669	3
$u_{rel}(\bar{X})$	0.00883	方法重复性	0.00883	2

表 7 钛的不确定度分量汇总表

Table 7 Summary of uncertainty components of titanium

相对不确定度	不确定度来源	相对不确定度分量	因素重要性排序	
$u_{rel}(C)$	0.0166	标准物质	0.00350	5
		标准溶液稀释	0.0145	1
		标准曲线拟合	0.00725	4
$u_{rel}(D)$	0.00731	体积定容	0.000731	6
$u_{rel}(m)$	0.000163	样品称取	0.000163	7
$u_{rel}(R)$	0.00450	方法回收率	0.00450	3
$u_{rel}(\bar{X})$	0.00804	方法重复性	0.00804	2

合成标准不确定度: $u_{Ti}=0.0190 \times 0.566=0.0108$ mg/kg。

3.5 结果报告

ICP-MS 法测定红薯粉条中铝和钛的含量, 称样量为 0.5000 g 时, 测量结果红薯粉中铝的含量为 (3.079 ± 0.50) mg/kg, $k=2$; 钛的含量为 (0.566 ± 0.022) mg/kg, $k=2$ 。

4 结论

本研究评定了 ICP-MS 法检测红薯粉条中铝和钛的含量的不确定度, 其不确定度主要来源于标准溶液稀释过程。稀释步骤越多, 不确定度分量越大。因此标准溶液配制时, 应尽量减小稀释次数, 同时应高度重视容量瓶和移液器的规范使用, 选用经校正后的 A 级容量瓶和高精度的移液器。其次来自样品重复性操作和方法回收率, 实验过程中可增加平行试验的份数, 提高检验人员规范操作的意识, 以期减小重复性的影响。同时采用微波消解方式消解样品, 优化消解程序, 设置适合的赶酸温度, 增加样品的回收率。称量过程、样品定容引入的不确定度影响最小, 几乎可忽略不计。

参考文献

- [1] 李刚凤, 谭沙, 马贵成. 印江纯天然红薯粉条加工及品质评价[J]. 粮食与油脂, 2014, 27(8): 25-28.
Li GF, Tan S, Ma GC. Processing and quality evaluation of Yinjiang natural sweet potato starch noodles [J]. Cere Oils, 2014, 27(8): 25-28.
- [2] 罗海英, 郭新东, 叶嘉荣. 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定食品中的钛[J]. 食品科学, 2008, 29(3): 409-412.
Luo HY, Guo XD, Ye JR, et al. Determination of titanium in foods by microwave digestion ICP-AES [J]. Food Sci, 2008, 29(3): 409-412.
- [3] 杨春芳, 伍慧方. 铝的毒性和来源研究进展[J]. 轻工科技, 2019, 35(1): 104-106.
Yang CF, Wu HF. Progress in research on toxicity and source of aluminum [J]. Light Ind Sci Technol, 2019, 35(1): 104-106.
- [4] 欧盟再次评估二氧化钛作为食品添加剂的安全性[EB/OL]. [2016-10-31]. <http://www.cnfood.cn/n/2016/1031/95948.html>.
The European Union has reassessed the safety of titanium dioxide as a food additive [EB/OL]. [2016-10-31]. <http://www.cnfood.cn/n/2016/1031/95948.html>.
- [5] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [6] 余王梅, 郑彩霞. 电感耦合等离子体质谱法测定甘草中铅、镉、砷、汞、铜含量的不确定度评定[J]. 中国药师, 2017, 20(5): 920-923.
Yu WM, Zheng CX. Uncertainty evaluation of the determination of Pb, Cd, As, Hg and Cu in glycyrrhiza by ICP-MS [J]. China Pharm, 2017, 20(5): 920-923.
- [7] JJF 1059.1-2012 国家计量技术规范 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 National technical specification for metrology-Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [8] 罗诚, 申磊, 吴泽君. ICP-MS 法测定市售红薯粉条中铝和钛[J]. 食品工业科技, 2018, 39(10): 240-245.
Luo C, Shen L, Wu ZJ. Determination of aluminum and titanium in sweet potato vermicelli by ICP-MS [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, 39(10): 240-245.
- [9] CNAS-GL 06 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL 06 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [10] 管彬彬, 杨俊, 程晓宏, 等. 气相色谱质谱联用技术测定大米中溴虫腈的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(4): 854-858.
Guan BB, Yang J, Cheng XH, et al. Uncertainty evaluation for determination of chlorfenapyr in rice by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(4): 854-858.
- [11] 邓丰, 廖文榕. 电感耦合等离子体质谱法测定化妆品中硒含量的不确定度评价[J]. 中国药师, 2018, 21(7): 1312-1315.
Deng F, Liao WR. Uncertainty evaluation for the determination of total selenium in cosmetics by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. China Pharm, 2018, 21(7): 1312-1315.
- [12] 高家敏, 曹进, 丁宏. 超高效液相色谱-串联质谱法测定化妆品中地塞米松含量的不确定度分析[J]. 中国药师, 2018, 21(3): 539-541.
Gao JM, Cao J, Ding H. Uncertainty evaluation for the determination of dexamethasone in cosmetics by ultra high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Pharm, 2018, 21(3): 539-541.

- [13] 陈佳, 乔菲, 金红宇. 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): 2176-2180.
Chen J, Qiao F, Jin HY. Evaluation of the uncertainty for the determination of heavy metals in strychni semen by ICP-MS [J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(12): 2176-2180.
- [14] Boyack BE, Catton I, Duffey RB, *et al.* Quantifying reactor safety margins part 1: An overview of the code scaling, applicability, and uncertainty evaluation methodology [J]. Nucl Eng Des, 1990, 119(1): 1-15.
- [15] Karan M, Riddhish P, Chintan V, *et al.* A newfangled study using risk silhouette and uncertainty approximation for quantification of acyclovir in diverse formulation [J]. Pharm Anal, 2015, 5(1): 58-69.
- [16] Duan YS, Xin TD, Cui B, *et al.* A hybrid uncertainty propagation method for system risk assessment [C]. 2018 2nd International Conference on Systems, Computing, and Applications (SYSTCA 2018).
- [17] 高娜, 王文兰, 郭军, 等. 高效液相色谱法测定鳕鱼中孔雀石绿含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(3): 653-657.
Gao N, Wang WL, Guo J, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of malachite green in Gadus by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(3): 653-657.
- [18] 张慧, 张颖婷, 罗轶, 等. 川芎中 10 种重金属元素的 ICP-MS 法测定结果的不确定度评定[J]. 中药材, 2017, 40(1): 131-137.
Zhang H, Zhang YT, Luo Y, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of ten kinds of heavy metals in *Ligusticum wallichii* by

ICP-MS [J]. J Chin Med Mater, 2017, 40(1): 131-137.

- [19] JJG 196-2006 国家计量检定规程 常用玻璃量器检定规程[S].

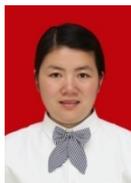
JJG 196-2006 National metrological verification regulations-Verification regulation of working glass container [S].

- [20] JJG 646-2006 国家计量检定规程 移液器检定规程[S].

JJG 646-2006 National metrological verification regulation-Verification regulation of locomotive pipette [S].

(责任编辑: 苏笑芳)

作者简介



夏用恢, 主管药师, 主要研究方向为食品药品检测。

E-mail: yx07234xiayonghui@126.com



罗 诚, 主管药师, 主要研究方向为药品、食品及食品相关产品分析技术。

E-mail: 50652173@qq.com