

原子荧光光度法测定卤味香膏中砷含量的 不确定度评定

吴建伟^{1*}, 毕晨曦¹, 李林川¹, 胡建西¹, 陶自伟¹, 郑杰¹, 李文韬¹, 和玉凤²

(1. 云南同创检测技术股份有限公司, 昆明 650106; 2. 云南联大科技产业有限责任公司, 昆明 650500)

摘要: **目的** 评价氢化物原子荧光光度法测定卤味香膏中砷含量的不确定度。**方法** 分析实验过程中不确定度来源, 评定不确定度分量, 最后计算合成不确定度和扩展不确定度。**结果** 当卤味香膏样品中砷的含量为 0.46 mg/kg 时, 扩展不确定度 $U=0.04$ mg/kg, ($k=2$)。氢化物原子荧光光度法测定卤味香膏样品中砷的含量时, 对不确定度影响较大的是标准曲线拟合和标准溶液配制, 这两项分量占总不确定度的 68.77%; 测定重复性和仪器校准次之, 样品称量和试样定容影响较小。**结论** 实验中要准确配制标准溶液, 绘制合理标准曲线, 关注线性范围, 保证检测结果的准确性。

关键词: 原子荧光光度法; 卤味香膏; 砷; 不确定度

Evaluation of the uncertainty in the determination of arsenic in bittern perfume by atomic fluorescence spectrometry

WU Jian-Wei^{1*}, BI Chen-Xi¹, LI Lin-Chuan¹, HU Jian-Xi¹, TAO Zi-Wei¹, ZHENG Jie¹,
LI Wen-Tao¹, HE Yu-Feng²

(1. Yunnan Comtestor Detection Technology Co., Ltd., Kunming 650106, China; 2. Yunnan Lian-Da Science Technology Development Co., Ltd., Kunming 650500, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of the determination of arsenic content in bittern perfume by hydride atomic fluorescence spectrophotometry. **Methods** The source of uncertainty in the experiment was analyzed, the component of uncertainty was evaluated, and finally the synthetic uncertainty and extended uncertainty were calculated. **Results** When the content of arsenic in the bittern perfume sample was 0.46 mg/kg, the expanded uncertainty $U=0.04$ mg/kg ($k=2$). When the content of arsenic in the sample of bittern perfume was determined by hydride atomic fluorescence spectrometry, the main influence on the uncertainty was standard curve fitting and standard solution preparation, which accounted for 68.77% of the total uncertainty. The second was the repeatability of determination and instrument calibration, and the second was sample weighing and sample constant volume. **Conclusion** In the experiment, the standard solution should be accurately prepared, the reasonable standard curve should be drawn, the linear range should be concerned to ensure the accuracy of the test results.

KEY WORDS: atomic fluorescence spectrometry; bittern perfume; arsenic; uncertainty

*通讯作者: 吴建伟, 工程师, 主要研究方向为无机元素分析与食品检测。E-mail: kafu111@163.com

*Corresponding author: WU Jian-Wei, Engineer, Yunnan Comtestor Detection Technology Co., Ltd, No. 1699, Haiyuan North Road, High Tech Industrial Development Zone, Kunming 650106, China. E-mail: kafu111@163.com

1 引言

随着国民经济的发展和市场竞争环境加剧, 人民生活水平和消费者健康意识的提高, 现代食品工业技术正向零添加、绿色有机、回归自然、还原生态、原汁原味方面进军; 食品消费市场正在由“保量”向“保质”方向转型, 食品添加剂作为现代食品加工技术的重要组成部分, 愈来愈注重天然提取、绿色健康。卤味香膏以其天然提取、增香提色、原汁原味等特点顺应消费者的发展需求, 普遍应用于肉制品、调味品以及方便食品的生产中^[1]。卤味香膏主要应用于卤制品中, 如卤肉制品、卤蛋制品、卤味豆制品等; 其中肉制品应用更广泛, 如卤肉、香肠、酱卤肉、肉干、肉脯、肉丸、腌腊肉等。因此卤味香膏作为一种常用食品用香精, 其安全性受到关注, 其中重金属污染是消费者普遍关心的问题。砷在食品用香精的加工、贮藏、包装中均可能受到污染, 进入卤制食品中, 通过食物富集, 威胁到消费者健康。砷可引发恶性肿瘤、肾脏功能紊乱和肝硬化等健康问题, 已被世界卫生组织列为致皮肤癌和肺癌的 A 类致癌物^[2]。在限量方面, 国家标准规定食品用香精中砷的含量不得大于 3.0 mg/kg^[3], 同时推荐相关的检测方法标准^[4,5], 且可供参考的采用不同仪器测定食品样品中砷的含量的不确定度评价方法^[6-14]较多, 但是采用原子荧光光度法评定食品用香精中砷含量的不确定度评价^[15-17]相对较少, 因此使用氢化物原子荧光光度法测定卤味香膏中砷含量的准确性具有重要意义, 对测定卤味香膏中砷含量进行不确定度评定分析, 使测定结果更具科学性。

本文以卤味香膏为研究对象, 对氢化物原子荧光光度法测定卤味香膏中砷的含量进行不确定度评定, 分析不确定度的影响因素及各分量对不确定度的贡献率, 把握实验过程中的关键控制点; 此外对于样品需要结果判定, 特别是样品含量与标准限量要求相接近时, 以期引入测定结果的不确定度参与评价。

2 材料与方 法

2.1 主要仪器与试剂材料

AFS-8220 原子荧光光度计(配砷空心阴极灯, 北京吉天仪器有限公司); MS204S 电子天平(美国梅特勒-托利多公司); EH20B 电热板(北京莱伯泰科仪器股份有限公司); G3 硝酸(上海傲班科技有限公司); 硫酸(GR, 四川西陇化工有限公司); 硫脲(GR, 国药集团化学试剂有限公司); 氢氧化钾、硼氢化钾(GR, 上海阿拉丁生化科技股份有限公司); 纯水仪(美国密理博 Milli-Q); 高纯氩气(纯度 $\geq 99.999\%$, 昆明鹏翼达气体有限公司);

实验器皿: 分度吸量管 A 级, 单标线吸量管 A 级, 容量瓶(A 级)。

2.2 实验方法

称取卤味香膏 1.00 g 于 150 mL 三角瓶中, 加入 20 mL 硝酸, 2 mL 硫酸, 90 °C 预消解 30 min 或浸泡过夜。于电热板上 200 °C 消解, 当酸少于 10 mL 而样品未消解完全时, 不停补加硝酸直至样品消解完全, 其间避免样品炭化。消解至硫酸开始冒白烟, 取下冷却至室温, 再加入 20 mL 纯水继续赶酸至冒白烟为止, 冷却后转移到 25 mL 容量瓶中, 加入 2.5 mL 硫脲溶液(50 g/L), 用纯水定容至刻度。同时做空白试验。将配制好的标准工作溶液引入预热稳定的原子荧光光度计, 根据浓度和吸光度绘制标准曲线, 再引入试剂空白和试样消化液, 外标法定量得出样品中砷的含量。

3 结果与分析

3.1 不确定度评定方法

依据标准 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》^[18], 不确定度的评定方法流程如下:

分析不确定度来源和建立测量模型

↓
评定标准不确定度 u_i

↓
计算合成标准不确定度 u

↓
确定扩展不确定度 U

↓
报告不确定度结果

3.2 不确定度来源分析

根据不确定度评定标准 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[18], 按照检测方法分析不确定度, 由方法可知不确定度主要由下面几个方面组成:

(1) 测试称量时天平引入的标准不确定度 $u(m)$; (2) 试样定容时体积引入的标准不确定度 $u(v)$; (3) 标准曲线配制过程引入的标准不确定度 $u(c_1)$; (4) 分析仪器校准偏差引入的标准不确定度 $u(c_2)$; (5) 标准曲线拟合引入的标准不确定度 $u(c_3)$; (6) 测量结果重复性引入的标准不确定度 $u(X)$ 。

3.3 建立数学模型

试样溶液中砷含量按下式计算结果为:

$$X = \frac{(C_i - C_0) \times v \times f}{m \times 1000}$$

式中: X : 试样中砷的含量, mg/kg; C_i : 试样被测液中砷的浓度, $\mu\text{g/L}$; C_0 : 试剂空白中砷的浓度, $\mu\text{g/L}$; v : 试样消化液

的体积, mL; m : 试样的质量, g; f : 稀释倍数。

计算结果保留两位有效数字。

3.4 不确定度分量评定

3.4.1 试样称量引入的标准不确定度 $u(m)$

从天平校准证书上得到天平校准的最大允许偏差为 ± 0.3 mg, 假设均匀分布, 则称量引入标准不确定度: $u(m) = 0.3/\sqrt{3} = 0.173$ mg = 0.00017 g。称取 1.00 g 样品的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(m) = 0.00017 \div 1.00 = 0.00017$ 。

3.4.2 试样被测定液定容时, 定容体积和温度引入的标准不确定度 $u(v)$

(1) 容量瓶的容量偏差引入的标准不确定度 $u(v_0)$

根据 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》规定^[19], 20 °C 时 25 mL A 级容量瓶的允差为 ± 0.03 mL。取均匀分布, 则 25 mL A 级容量瓶体积带来的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(v_0) = 0.03 \div \sqrt{3} = 0.01732$ mL。

(2) 定容时实验室温度偏差引起的标准不确定度 $u(t)$

计量器具检定、检验环境温度温度为室温(20 \pm 5) °C, 且室温变化不得大于 1 °C/h; 水温与室温之差不得大于 2 °C^[19]。该项不确定度可通过估算体积膨胀系数来进行计算。水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/\text{°C}$, 因此水溶液定容 25 mL 时产生的体积随温度变化为 $\pm 5 \text{ °C} \times 25 \text{ mL} \times 2.1 \times 10^{-4}/\text{°C} = \pm 0.02625$ mL, 假设温度变化呈均匀分布, 则温度引入的标准不确定度 $u(t) = 0.02625 \div \sqrt{3} = 0.01515$ mL。

综上所述, 待测试样定容 25 mL 时由体积和温度变化引入的合成标准不确定度^[20]为:

$$u(v) = \sqrt{u_{(v_0)}^2 + u_{(t)}^2} = \sqrt{0.01732^2 + 0.01515^2} = 0.02301 \text{ mL}。定容 25 \text{ mL} 时合成相对标准不确定度:$$

$$u_{\text{rel}}(v) = 0.02301 \div 25 = 0.00092。$$

3.4.3 标准曲线配制过程引入的标准不确定度 $u(c_1)$

(1) 砷标准物质母液浓度引入的标准不确定度 $u(c_{\text{母}})$

查询砷标准物质证书, 砷单元素溶液标准物质, 证书编号为: GBW(E)080117, 浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$, 相对扩展不确定度为 0.8% ($k=2$), 基体(V/V)为 1%硝酸溶液。则标准物质浓度引入的相对标准不确定度为: $u_{\text{rel}}(c_{\text{母}}) = 0.008 \div 2 = 0.00400$ 。

(2) 砷标准溶液中间液的配制引入的标准不确定度 $u(c_{\text{中间}})$

砷标准中间液(10 $\mu\text{g/mL}$): 吸取 5.0 mL 砷单元素溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)标准物质于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硫酸溶液(1+9, V:V)并定容至刻度, 混匀, 此溶液浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。查询 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》得到; 5 mL 单标线吸量管(A 级)的容量允差为 ± 0.015 mL; 50 mL 单标线容量瓶(A 级)的容量允差为 ± 0.05 mL; 水溶液定容 50 mL 时产生的体积随温度变化为 $\pm 5 \text{ °C} \times$

$50 \text{ mL} \times 2.1 \times 10^{-4}/\text{°C} = \pm 0.01050$ mL; 按均匀分布计算, 则砷标准中间液引入的标准不确定度和合成标准不确定度^[20]见表 1。

(3) 砷标准曲线稀释过程引入的标准不确定度 $u(c_{\text{标}})$

砷标准曲线溶液: 吸取 1.25 mL 砷标准中间液(10 $\mu\text{g/mL}$)于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硫酸溶液(1+9, $V_1:V_2$)并定容至刻度, 混匀, 得到标准使用液, 此溶液浓度为 250 $\mu\text{g/L}$ 。现用现配。分别吸取 250 $\mu\text{g/L}$ 砷标准使用液 0.00、0.20、0.80、2.00、4.00、8.00 mL 于 25 mL 容量瓶中, 在加入硫酸溶液(1+9, V:V)12.5 mL, 50 g/L 硫脲 2.5 mL, 加水定容至刻度, 混匀。各自相当于砷浓度为 0.00、2.00、8.00、20.00、40.00、80.00 ng/mL, 备用。查询 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[19]得到所使用器具最大容量允差, 其中定容体积均为 25 mL, 25 mL 单标线容量瓶(A 级)最大容量允差为 ± 0.03 mL, 考虑定容体积和温度偏差, 假设均服从均匀分布, 计算各曲线点配制引入的标准不确定度和相对不确定度。结果见表 2。

综上所述, 砷标准物质母液稀释、配制标准工作曲线引入的合成相对标准不确定度^[20]为:

$$u_{\text{rel}}(c_1) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c_{\text{母}}) + u_{\text{rel}}^2(c_{\text{中间}}) + u_{\text{rel}}^2(c_{\text{使用}}) + u_{\text{rel}}^2(c_0) + u_{\text{rel}}^2(c_{0.2}) + u_{\text{rel}}^2(c_{0.8}) + u_{\text{rel}}^2(c_{2.0}) + u_{\text{rel}}^2(c_{4.0}) + u_{\text{rel}}^2(c_{8.0})} = 0.02574。$$

3.4.4 分析仪器校准偏差引入的标准不确定度 $u(c_2)$

查询原子荧光光谱分析仪有效期内校准证书得, 仪器检定时仪器响应噪声偏差为 1.5%, 假设服从均匀分布, 则分析仪器校准引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c_2) = 0.015 \div \sqrt{3} = 0.00866。$$

3.4.5 标准曲线拟合引入的标准不确定度^[21] $u(c_3)$

方法中测定砷的标准曲线浓度系列为 0.00、2.00、8.00、20.00、40.00、80.00 $\mu\text{g/L}$, 读出每个浓度梯度对应的仪器响应值, 建立线性回归方程。见表 3。

分别称取 1.00 g 卤味香膏样品, 进行 8 次独立测定, 仪器检测砷浓度平均值为: 20.539 $\mu\text{g/L}$ 。

则标准曲线拟合的标准不确定度为:

$$u(c_3) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c - c_{\text{标}})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - c_{\text{标}})^2}}$$

式中: S_R 为回归曲线的残差的标准偏差; b 为得到的标准曲线的斜率, $b=83.8083$; p 为每个样品重复测量的次数, $p=8$; n 为参与拟合的标准曲线浓度点数, $n=6$; c 为测试样品的平均值浓度, $c=20.539 \mu\text{g/L}$; $c_{\text{标}}$ 为校准曲线各曲线点浓度的平均值, $c_{\text{标}}=25.00 \mu\text{g/L}$; C_i 为各标准曲线点的浓度值。

表 1 砷中间液引入的不确定度和相对不确定度
Table 1 Uncertainty and relative uncertainty of introducing arsenic intermediate

器具	容量允差	移液的相对 不确定度	温度的相对 不确定度	体积的相对 不确定度	温度的相对 不确定度	合成相对标准 不确定度
5 mL 单标线 吸量管	±0.015	$\frac{0.015}{5 \times \sqrt{3}}$	$\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{5 \times \sqrt{3}}$	$\frac{0.05}{50 \times \sqrt{3}}$	$\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 50}{50 \times \sqrt{3}}$	0.00201
50 mL 单标 线容量瓶	±0.05	=0.00173	=0.00061	=0.00058	=0.00061	

表 2 标准曲线配制引入的不确定度和相对不确定度
Table 2 Uncertainty and relative uncertainty introduced by standard curve formulation

分取体积 /mL	器具	最大允差 /mL	分取体积相对标准 不确定度	定容体积相对标准 不确定度	温度相对标准 不确定度	各点合成标准 不确定的
1.25	2 mL 分度管	±0.012	$\frac{0.012}{1.25 \times \sqrt{3}}$ =0.00554	$\frac{0.05}{50 \times \sqrt{3}}$ =0.00058	$\sqrt{0.00061^2 + 0.00061^2}$ =0.00086	0.00563
0	0	/	0	$\frac{0.03}{25 \times \sqrt{3}}$ =0.00069	$\frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 25}{25 \times \sqrt{3}}$ =0.00061	0.00092
0.2	1 mL 分度管	±0.008	$\frac{0.008}{0.2 \times \sqrt{3}}$ =0.02309			0.02311
0.8	1 mL 分度管	±0.008	$\frac{0.008}{0.8 \times \sqrt{3}}$ =0.00577			0.00587
2.0	2 mL 分度管	±0.012	$\frac{0.012}{2 \times \sqrt{3}}$ =0.00346	$\frac{0.03}{25 \times \sqrt{3}}$ =0.00069	$\sqrt{0.00061^2 + 0.00061^2}$ =0.00086	0.00363
4.0	5 mL 分度管	±0.025	$\frac{0.025}{4 \times \sqrt{3}}$ =0.00360			0.00376
8.0	10 mL 分度管	±0.05	$\frac{0.05}{8 \times \sqrt{3}}$ =0.00360			0.00376

表 3 砷标准曲线和仪器响应值
Table 3 Arsenic standard curve and instrument response mean

砷标准曲线浓度/(μg/L)	仪器响应值	最小二乘法线性回归方程
0.00	99.24	Y=83.8083×X+65.3893; r=0.9994
2.00	159.97	
8.00	725.26	
20.00	1867.39	
40.00	3521.24	
80.00	6689.72	

$$\text{其中 } S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + b \times c_i)]^2}{n-2}}$$

式中: a 为校准曲线截距, $a = 65.3893$; A_i 为个标准溶液的仪器响应值;

计算可得:

$$S_R = 95.7212 \text{ } \mu\text{g/L}; u(c_3) = 0.62127 \text{ } \mu\text{g/L}; u_{\text{rel}}(c_3) = 0.62127 \div 20.539 = 0.03024$$

3.4.6 测量结果重复性引入的标准不确定度 $u(r)$

准确称取 1.00 g 粉末香料样品, 参照 GB 5009.76—2014《食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定》第二法 氢化物原子荧光光度法进行砷检测, 独立重复

测定 8 次。根据贝塞尔公式得出标准偏差, 计算得出测量结果相对标准不确定度, 结果见表 4。

3.4.7 合成标准不确定度

分析原子荧光光度法测定卤味香膏中各分量的类型, 汇总各分量评定结果, 结果见表 5。

合成卤味香膏样品中砷的测定的相对标准不确定度

$$u_{\text{crel}}(X) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(v) + u_{\text{rel}}^2(c1) + u_{\text{rel}}^2(c2) + u_{\text{rel}}^2(c3) + u_{\text{rel}}^2(r)} = 0.04357;$$

则该样品中砷的标准不确定度为: $u_c(X) = X \times u_{\text{crel}}(X) = 0.46 \times 0.04357 = 0.02004 \text{ mg/kg}$ 。

表 4 样品测定结果的重复性和相对标准不确定度
Table 4 Repeatability and relative uncertainty of sample determination results

重复测定次数								平均值	标准偏差	相对标准偏差	相对标准不确定度
1	2	3	4	5	6	7	8				
0.43	0.46	0.48	0.48	0.45	0.48	0.44	0.48	0.46	0.0204	4.44	0.01568

表 5 不确定度分量的贡献度
Table 5 Contribution of uncertainty component

分量来源	评定类型	相对标准不确定度	相对标准不确定度总和	贡献度/%
样品称量	B 类评定	0.00017	0.08141	0.21
试样定容	B 类评定	0.00092		1.13
标准及曲线配制	B 类评定	0.02574		31.62
仪器校准	B 类评定	0.00866		10.64
标准曲线拟合	A 类评定	0.03024		37.15
样品测定重复性	A 类评定	0.01568		19.26

3.4.8 扩展不确定度

取置信水平为 95%, 扩展因子 $k=2$, 则扩展不确定度为: $U = u_c(X) \times 2$, 则卤味香膏样品中砷的扩展不确定度为: $U = 0.02004 \times 2 = 0.04 \text{ mg/kg}$ 。

4 结论与讨论

卤味香膏样品中总砷含量的不确定度结果表述为: $X = (0.46 \pm 0.04) \text{ mg/kg}$, ($k=2$)。

比较不确定度各分量, 标准曲线拟合占比最大, 影响

最大, 曲线配制次之, 曲线拟合和曲线配制两项分量占总不确定度的 68.77%; 样品重复性和仪器校准引入的不确定度相对较小; 样品称量和试样定容对不确定度贡献度最少。在曲线配制过程中, 移取体积越小, 引入的不确定度越大, 因此移取标准溶液时, 应根据移取体积选择合适的移液管; 从曲线拟合计算公式可以看出, 测定的样品砷浓度越偏离标准曲线中位值浓度, 曲线拟合引入的不确定度越大, 所以实验过程中因根据待测样品含量选择合理的曲线线性范围。

参考文献

- [1] 李耀, 刘湾, 徐义斌. 纯鸡肉膏在肉制品、调味品及方便食品中的应用[J]. 中国调味品, 2016, 41(7): 147-149.
Li Y, Liu W, Xu YB. Application of chicken paste in meat product, condiment and fast food [J]. Chin Cond, 2016, 41(7): 147-149.
- [2] 任婷, 曹琨, 赵丽娇, 等. 氢化物发生-高分辨连续光源原子吸收光谱法测定食品中的汞和砷[J]. 食品科学, 2014, 35(8): 62-66.
Ren T, Cao J, Zhao LJ, *et al.* Determination of mercury and arsenic in foods by hydride generation-High resolution continuum source atomic absorption spectrometry [J]. Food Sci, 2014, 35(8): 62-66.
- [3] GB 30616—2014 食品安全国家标准 食品用香精[S].
GB 30616—2014 National food safety standards-Food essence [S].
- [4] GB 5009. 76—2014 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定[S].
GB 5009. 76—2014 National food safety standards-Determination of arsenic in food additives [S].
- [5] GB 5009. 11—2014 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定[S].
GB 5009. 11—2014 National food safety standards-Determination of total arsenic and inorganic arsenic in food [S].
- [6] 郑超, 包蕾, 李旭东, 等. 微波消解-原子荧光法测定大米粉中总砷含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量学报, 2019, 10(22): 7622-7628.
Zheng C, Bao L, Li XD, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of total arsenic in rice by atomic fluorescence spectrometry with microwave digestion [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(22): 7622-7628.
- [7] 陈利平, 张宏雨, 刘敏, 等. 原子荧光法测定苹果中总汞和总砷含量不确定度评定[J]. 食品工业科技, 2020, 41(1): 213-218.
Chen LP, Zhang HY, Liu M, *et al.* Evaluating uncertainty in determination of total arsenic and total mercury in apple by atomic fluorescence spectrometry [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(1): 213-218.
- [8] 魏敏芝. 原子荧光光度法测定茶叶中总砷含量的不确定度评估[J]. 江西化工, 2018, 52(2): 188-191.
Wei MZ. Uncertainty evaluation in the determination of total arsenic in tea by atomic fluorescence spectrometry [J]. Jiangxi Chem Ind, 2018, 52(2): 188-191.
- [9] 钟宏星, 陆剑华, 肖鑫, 等. 原子荧光光谱法测定黑糖中总砷的不确定度评定[J]. 甘蔗糖业, 2020, (1): 47-51.
Zhong HX, Lu JH, Xiao X, *et al.* Uncertainty evaluation determination results of total arsenic in brown sugar by atomic fluorescence spectrometry [J]. Sugar Canes, 2020, (1): 47-51.
- [10] 董玮玮, 辜华胜, 冯光, 等. ICP-MS 测定虾粉中砷含量的测量不确定度评定[J]. 中国测试, 2018, 44(1S): 94-99.
Dong WW, Gu HS, Feng G, *et al.* Evaluation of uncertainty for determination of arsenic in shrimp powder by ICP-MS [J]. China Measur Test Technol, 2018, 44(1S): 94-99.
- [11] 程刚, 赵峰, 廉芸芸, 等. Top-down 线性拟合法评定电感耦合等离子体质谱法测定饮用水中砷含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量学报, 2020, 11(6): 1947-1951.
Cheng G, Zhao F, Lian YY, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of arsenic in drinking water by inductively coupled plasma mass spectrometry based on Top-down linear fitting method [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(6): 1947-1951.
- [12] 张梅超, 慕金雨, 王妍, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定扇贝中铅、砷、镉含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量学报, 2019, 10(17): 5884-5888.
Zhang MC, Mu JY, Wang Y, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of lead, arsenic and cadmium in scallop by inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(17): 5884-5888.
- [13] 李赵平. 电感耦合等离子体质谱法测定食用植物油中铅、总砷含量不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2020, 29(2): 118-122.
Li ZP. Uncertainty evaluation in determination of lead and arsenic in edible vegetable oil by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chem Anal Meterage, 2020, 29(2): 118-122.
- [14] 梁凤玲, 章雪明, 黄芳, 等. 微波消解-ICPMS 法测定带鱼中总砷的不确定度分析[J]. 化学分析计量, 2020, 29(2): 118-122.
Liang FL, Zhang XM, Huang F, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of total arsenic in hairtail by microwave digestion [J]. J Anhui Agric Sci, 2018, 46(7): 147-149.
- [15] 陈雯实, 梁震, 刘伟, 等. 氢化物原子荧光光度法测定食品添加剂中砷含量的不确定度评定[J]. 福建分析测试, 2017, 26(4): 39-43.
Chen WS, Liang Z, Liu W, *et al.* Uncertainty evaluation of the determination of arsenic content in food additives by hydride generation-atomic fluorescence spectrometry [J]. Fujian Anal Test, 2017, 26(4): 39-43.
- [16] 梁震, 陈雯实, 刘伟, 等. 原子荧光光谱法测定食品添加剂中砷含量的不确定度评定[J]. 粮油食品科技, 2016, 24(6): 71-75.
Liang Z, Chen WS, Liu W, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of arsenic content in food additives by atomic fluorescence spectrometry [J]. Sci Technol Cereals Oils Foods, 2016, 24(6): 71-75.
- [17] 王嘉慧. 食品添加剂砷含量应用原子荧光光谱法测定的不确定度分析[J]. 生物化工, 2017, 3(5): 57-59.
Wang JH. Analysis of the uncertainty of arsenic content in food additives by atomic fluorescence spectrometry [J]. Biol Chem Eng, 2017, 3(5): 57-59.
- [18] 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].
- [19] JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196—2006 Verification regulation of commonly used glass gauges [S].
- [20] 陈凤蔚, 殷雨, 邵俊杰, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定水产品中砷含量的不确定度评定[J]. 水产养殖, 2019, 40(10): 16–19.
Chen FW, Yin Y, Shao JJ, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of arsenic in aquatic products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *J Aquacult*, 2019, 40(10): 16–19.
- [21] 张佩, 梁爱华, 王丹, 等. GB 5009.268-2016 食品中钠、铅测定的方法验证[J]. 现代预防医学, 2017, 44(23): 4256–4262.
- Zhang P, Liang AH, Wang D, *et al.* Validation of determination method of sodium and lead in food of GB 5009.268-2016% [J]. *Mod Prev Med*, 2017, 44(23): 4256–4262.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



吴建伟, 工程师, 主要研究方向为无机元素分析与食品检测。
E-mail: kafu111@163.com