

电感耦合等离子体质谱法测定蒙脱石中铅和砷含量的不确定度评定

陈莉, 夏用恢*, 朱跃芳
(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)测定蒙脱石中有害元素铅(Pb)和砷(As)含量的不确定度。**方法** 采用硝酸回流提取-电感耦合等离子体质谱法测定蒙脱石中 Pb 和 As 的含量。通过分析测定流程, 确定不确定度的来源, 并计算各不确定度分量和合成不确定度、扩展不确定度。**结果** ICP-MS 法测定蒙脱石中铅和砷含量的扩展不确定度为 Pb 0.109 mg/kg, As 0.020 mg/kg。**结论** 测定结果的不确定度主要来源于方法回收率、标准溶液配制及标准曲线拟合, 而供试品取样称量、定容、方法重复性的影响几乎可以忽略不计。
关键词: 电感耦合等离子体质谱法; 蒙脱石; 铅; 砷; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of Pb and As in montmorillonite by inductively coupled plasma mass spectrometry

CHEN Li, XIA Yong-Hui*, ZHU Yue-Fang
(Zhuzhou Institute for Food and Drug Control, Zhuzhou 412000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for the determination of Pb and As in montmorillonite by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** Pb and As content in montmorillonite was extracted by nitric acid solution and quantitatively detected by ICP-MS. The determination process was analyzed to identify the source of uncertainty, then the individual components of uncertainty were evaluated and the combined uncertainties and expanded uncertainties were calculated. **Results** The expanded uncertainty of determination was 0.109 mg/kg for Pb and 0.020 mg/kg for As. **Conclusion** The uncertainty of determination results mainly comes from the method recovery rate, standard solution preparation and standard curve fitting, while the influence of sample weighing, constant volume and method repeatability can be ignored.

KEY WORDS: inductively coupled plasma mass spectrometry; montmorillonite; Pb; As; uncertainty

基金项目: 株洲市科技计划项目(2018SFK1-004)

Fund: Supported by Zhuzhou Science and Technology Project(2018SFK1-004)

*通讯作者: 夏用恢, 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: 389940224@qq.com

*Corresponding author: XIA Yong-Hui, Pharmacist, Zhuzhou Institute for Food and Drug Control, Zhuzhou 412000, China. E-mail: 389940224@qq.com

1 引言

蒙脱石是一种重要的黏土矿物,其晶体为含水层状结构硅酸盐矿物,具有较高的吸水膨胀能力、离子交换容量和吸附能力,在食品工业中具有广泛应用^[1-3],被誉为“万能土”。其良好的吸附性能常用来对食用油进行精炼脱色、去臭、去毒、降低油脂氧化。在酒类、饮料、陈醋生产中,经改性后的蒙脱石具有选择性吸附性能及络合金属离子性能,可以有效去除产品中的浑浊物,消除引起浑浊的非生物因素而不影响产品风味,是一种良好的澄清剂。另外蒙脱石在酱油发酵、味精脱色、饮用水净化、食品干燥保存等领域也都发挥了独特的作用。在养殖业,蒙脱石是最优秀的饲料脱霉剂及辅助添加剂,可用于禽畜止泻、补偿养分,在国外已广泛应用于家畜家禽的饲养。

蒙脱石作为一种天然矿物,不可避免地存在重金属污染风险,由于其在食品领域中用途广、用量大,对其重金属的含量进行控制势在必行。电感耦合等离子体质谱法具有测定速度快、线性范围广、灵敏度高、可多个元素同时测定等优点,近年来在食品药品安全领域发挥着日益重要的作用,是目前重金属痕量分析最先进的方^[4,5]。陈莉等^[6]建立了硝酸回流-电感耦合等离子体质谱法测定蒙脱石中铅和砷的含量,为客观评价蒙脱石的质量安全提供参考。元素痕量分析过程中,实验过程的每个步骤都可能对测定结果的准确度产生影响,本研究根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[7]和 CNAS-GL 06-2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[8]的要求,参考相关文献^[9-13],采用电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定蒙脱石中有害元素铅(Pb)和砷(As)含量,分析了测定过程中产生不确定度的因素,对各不确定度分量和扩展不确定度进行计算,找出影响测定结果的主要因素,为定量评价测定结果的准确度、合理使用检测数据提供依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

iCAP Q 电感耦合等离子体质谱仪(美国赛默飞公司); AG-135 电子分析天平(瑞士梅特勒托利多公司)。

铅、砷、锆、铟、铋单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 硝酸(优级纯, 美国赛默飞公司)。

蒙脱石原料(批号 01171114, 山东颐和制药有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 供试品溶液及空白溶液的制备

将供试品研磨均匀,精密称取 5.000 g,置锥形瓶中,加 1.0 mol/L 硝酸溶液 50 mL,加热回流 30 min,滤过,用

水洗涤容器与残渣 3 次,合并滤液及洗液并定容至 100 mL 量瓶中,摇匀,精密量取 10 mL,置 100 mL 量瓶中,加 0.65% 硝酸至刻度,摇匀,作为供试品溶液。不加供试品,同法制备空白溶液。

2.2.2 梯度混合标准溶液及内标溶液的制备

精密量取铅标准溶液 0.8 mL,砷标准溶液 0.16 mL,置 100 mL 容量瓶中,加 1% 硝酸至刻度,摇匀,作为混合标准储备液。精密量取混合标准储备液 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL,置 100 mL 容量瓶中,加 1% 硝酸稀释至刻度,摇匀,配制成铅、砷梯度混合标准溶液。精密量取锆、铟、铋标准溶液 0.1 mL,置同一 100 mL 量瓶中,加 1% 硝酸稀释至刻度,摇匀,精密量取 1.0 mL,置 50 mL 量瓶中,加 1% 硝酸稀释至刻度,摇匀,作为混合内标溶液。

2.2.3 样品测定

待 ICP-MS 点火稳定 15 min 后,按浓度从低到高的顺序依次吸入梯度混合标准溶液,绘制标准曲线,在标准曲线完成后,依次吸入空白溶液和供试品溶液,在标准曲线上读取供试品溶液中各待测元素的浓度,计算含量,数学模型如下:

$$X = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{W \times 10^{-3}}$$

其中 X 为供试品中各待测元素的含量, mg/kg; C 为标准曲线上读取的供试品溶液中各待测元素的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; V 为供试品定容体积, mL; W 为供试品取样量, g。

3 结果与分析

3.1 不确定度来源分析

根据样品测定过程及数学模型,对蒙脱石中铅、砷含量测定的不确定度来源进行分析,结果如图 1 所示。

3.2 不确定度分量计算

3.2.1 供试品称量引入的不确定度

根据仪器校准证书,天平的示值误差为 ± 0.5 mg,假设为均匀分布, $k = \sqrt{3}$,则示值误差引入的不确定度分量为: $u(m_1) = 0.5 / \sqrt{3} = 0.29$ mg;天平的偏载误差为 ± 0.5 mg,区间半宽为 0.25 mg,假设为均匀分布, $k = \sqrt{3}$,则偏载误差引入的不确定度分量为: $u(m_2) = 0.25 / \sqrt{3} = 0.14$ mg;称量过程由容器清零和样品称量两步完成,故由称量引入的不确定度分量为: $u(m) = \sqrt{2 \times [u(m_1)^2 + u(m_2)^2]} = 0.46$ 。

本实验样品取样量为 5.000 g,故由称量引入的相对标准不确定度为:

$$U_{m, \text{rel}} = \frac{u(m)}{m} = 9.2 \times 10^{-5}$$

3.2.2 方法回收率引入的不确定度

将供试品取样量减半,共取 9 份,分成 3 组,每组各

加入相当于供试品中铅、砷含量 50%、100%、150%的铅、砷标准溶液后, 按 2.2 方法测定铅、砷元素含量, 计算回收率($n=9$)。根据 CNAS-GL006-2019《化学分析中不确定度

的评估指南》^[8], 回收率(R)的不确定度由平均值的标准偏差 s 计算得出, 计算公式 $u(R)=s/\sqrt{n}$, 方法回收率引入的相对标准不确定度 $u_{R,rel}=u(R)/\bar{R}$ 。计算结果见表 1。

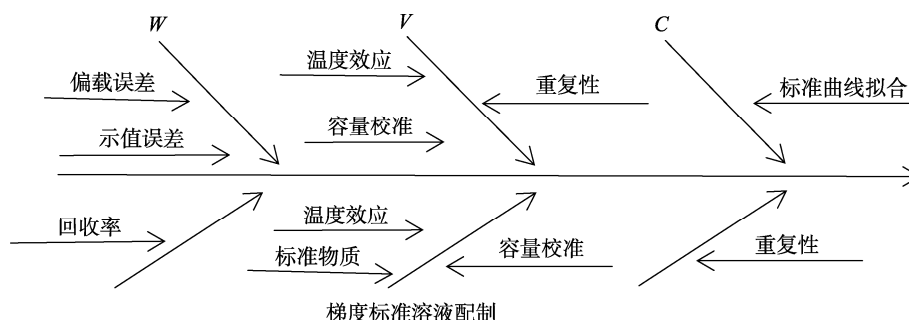


图 1 不确定度来源分析图

Fig.1 Analysis chart of the source of uncertainty

表 1 回收率引入的不确定度
Table 1 Uncertainty of recovery

元素	回收率/%									$\bar{R}/\%$	$S/\%$	$u(R)$	$u_{R,rel}$
Pb	101.1	95.7	107.3	101.5	97.7	97.2	97.5	93.0	97.4	98.7	4.18	0.0139	0.0141
As	102.8	100.5	105.3	103.6	103.0	97.6	101.4	96.4	93.8	100.5	3.79	0.0126	0.0125

3.2.3 供试品定容引入的不确定度

供试品提取后, 经转移定容并稀释制备成供试品溶液, 过程中用到 100 mL A 级容量瓶 2 次, 10 mL A 级移液管 1 次, 引入的不确定度包括容量校准、温度效应、重复性 3 个方面, 其不确定度评定如下。

容量校准引入的不确定度: 根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器》^[14], 100 mL A 级容量瓶的允许误差为 ± 0.10 mL, 10 mL A 级移液管的允许误差为 ± 0.020 mL, 按三角分布, 则标准不确定度为:

$$u_{100}(s_1) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.058 \text{ mL}; \quad u_{10}(s_1) = \frac{0.020}{\sqrt{3}} = 0.012 \text{ mL}.$$

温度效应引入的不确定度: 试验室温度波动 ΔT 一般为 ± 3 °C, 水(代表供试品溶液)的体积膨胀系数 α 为 $2.1 \times 10^{-4}/\text{°C}$, 按均匀分布考虑, $k = \sqrt{3}$, 因此由定容过程产生的不确定度为:

$$u_{100}(s_2) = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} = 3.64 \times 10^{-2} \text{ mL};$$

$$u_{10}(s_2) = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} = 3.64 \times 10^{-3} \text{ mL}.$$

重复性产生的不确定度: 对 100 mL A 级容量瓶用水进行 10 次定容称量, 得到其标准偏差 $s(x_1)$ 为 0.059 mL, 用 10 mL A 级移液管移取水称量, 重复 10 次, 得到其标准差 $s(x_2)$ 为 0.0047 mL, 则 100 mL A 级容量瓶的重复性标准不确定度为 $u_{100}(s_3) = \frac{s(x_1)}{\sqrt{10}} = 0.019 \text{ mL}$, 10 mL A 级移液管

的重复性标准不确定度为 $u_{10}(s_3) = \frac{s(x_2)}{\sqrt{10}} = 0.0015 \text{ mL}$ 。

因此, 由 100 mL A 级容量瓶引入的相对标准不确定度为:

$$u_{100,rel} = \frac{\sqrt{u_{100}(s_1)^2 + u_{100}(s_2)^2 + u_{100}(s_3)^2}}{100} = 7.11 \times 10^{-4};$$

由 10 mL A 级移液管引入的相对标准不确定度为:

$$u_{10,rel} = \frac{\sqrt{u_{10}(s_1)^2 + u_{10}(s_2)^2 + u_{10}(s_3)^2}}{10} = 1.26 \times 10^{-3};$$

供试品定容过程引入的相对标准不确定度为:

$$u_{x,rel} = \sqrt{2 \times u_{100,rel}^2 + u_{10,rel}^2} = 1.61 \times 10^{-3}.$$

3.2.4 梯度标准溶液配制引入的不确定度

梯度标准溶液配制引入的不确定度包括: 标准物质引入的不确定度、稀释过程引入的不确定度 2 个方面, 计算如下。

(1) 标准物质引入的不确定度

查铅、砷的单元标准溶液证书, 其相对扩展不确定度($k=2$)均为 0.7%, 则标准物质引入的相对标准不确定度为: $u_{D,rel}(S) = \frac{0.007}{2} = 3.5 \times 10^{-3}$ 。

(2) 稀释过程引入的不确定度

稀释过程中使用到 100 mL A 级容量瓶和 200、1000 μL 移液器, 100 mL A 级容量瓶的合成标准不确定度在 3.2.3 中已计算。移液器引入的不确定度包括容量校准、温度效应、

重复性。容量校准引入的不确定度由 JJG 646-2006《移液器》^[15]查得的容量允许误差计算,按均匀分布 $k=\sqrt{3}$,其引入的标准不确定度为 $u(v_1)=\frac{V_{\text{允许}}}{\sqrt{3}}$ 。实验室温度变化 ΔT 一般为 $\pm 3^\circ\text{C}$,为水(代表供试品溶液)的体积膨胀系数 α 为 $2.1\times 10^{-4}/^\circ\text{C}$,按均匀分布 $k=\sqrt{3}$,温度效应引入的不确定度 $u(v_2)=\frac{V\times\Delta T\times\alpha}{\sqrt{3}}$ 。重复性引入的不确定度由 JJG 646-2006《移液器检定规程》查得的测量重复性计算,按三角形分布 $k=\sqrt{6}$,重复性引入的不确定度 $u(v_3)=\frac{V_{\text{重复性}}}{\sqrt{6}}$,容量瓶和移液器引入的标准不确定度计算结果见表 2。计算公式为

$$u_{D, \text{rel}}(V) = \sqrt{u_{D, \text{rel}}(v_1)^2 + u_{D, \text{rel}}(v_2)^2 + u_{D, \text{rel}}(v_3)^2}。$$

Pb 元素梯度标准溶液配制过程中使用到 1000 μL 移液器 6 次, 100 mL A 级容量瓶 2 次; 砷元素梯度标准溶液配制过程中使用到 200 μL 移液器 1 次, 1000 μL 移液器 5 次, 100 mL A 级容量瓶 2 次。各元素稀释过程引入的相对标准不确定度分别为:

$$u_{D, \text{rel}}(V_{\text{Pb}}) = \sqrt{2 \times u_{100, \text{rel}}^2 + 2 \times u_{0.8, \text{rel}}^2 + u_{0.2, \text{rel}}^2 + u_{0.4, \text{rel}}^2 + u_{0.6, \text{rel}}^2 + u_{1.0, \text{rel}}^2} = 2.12 \times 10^{-2};$$

$$u_{D, \text{rel}}(V_{\text{As}}) = \sqrt{2 \times u_{100, \text{rel}}^2 + u_{0.16, \text{rel}}^2 + u_{0.2, \text{rel}}^2 + u_{0.4, \text{rel}}^2 + u_{0.6, \text{rel}}^2 + u_{0.8, \text{rel}}^2 + u_{1.0, \text{rel}}^2} = 2.35 \times 10^{-2}。$$

(3)合成梯度标准溶液配制引入的相对标准不确定度
合成梯度标准溶液配制引入的相对标准不确定度的计算公式为:

$$u_{D, \text{rel}} = \sqrt{u_{D, \text{rel}}(S)^2 + u_{D, \text{rel}}(V)^2}。$$

各元素梯度标准溶液配制引入的相对标准不确定度计算结果如下:

$$u_{D, \text{rel}}(\text{Pb}) = \sqrt{(3.5 \times 10^{-3})^2 + (2.12 \times 10^{-2})^2} = 2.15 \times 10^{-2};$$

$$u_{D, \text{rel}}(\text{As}) = \sqrt{(3.5 \times 10^{-3})^2 + (2.35 \times 10^{-2})^2} = 2.36 \times 10^{-2}。$$

3.2.5 标准曲线拟合引入的不确定度

标准曲线拟合引入的不确定度由以下公式计算:

$$u_c = \frac{S_R}{B} \times \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(C_0 - C)^2}{\sum_{j=1}^n (C_{0j} - C_0)^2}};$$

$$u_{c, \text{rel}} = \frac{u_c}{C}。$$

其中 S_R 为标准曲线残差的标准差,

$S_R = \sqrt{\frac{\sum (A_{aj} - A_j)^2}{n-2}}$; B 为标准曲线的斜率; n 为标准曲线的点数, $n=5$; p 为样品重复测量次数, $p=6$; C_0 为回归曲线各

点浓度的平均值 $C_0 = \frac{\sum_{j=1}^n C_{0j}}{n}$; C 为样品浓度平均值, C_{0j} 为标准溶液各点的浓度; A_{aj} 为标准溶液各点的响应值; A_j 为根据回归曲线计算的理论值 $A_j = a + bC_{0j}$ 。

标准曲线拟合引入的不确定度的计算结果见表 3。

3.2.6 重复性引入的不确定度

取同一供试品细粉在重复性条件下进行 6 次平行测定, 计算平均值和标准差($n=6$)。按 A 类不确定度评定方法, 各

元素由重复性引入的相对标准不确定度 $u_{p, \text{rel}} = \frac{S}{C_0 \times \sqrt{n}}$,

计算结果见表 4。

表 2 移液器引入的不确定度
Table 2 Uncertainty of removing liquid instruments

规格/ μL	200		1000			
V/mL	0.16	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
$V_{\text{允许}}/\%$	2.0	2.0	2.0	1.0	1.0	1.0
$u(v_1)/\text{mL}$	1.85×10^{-3}	2.31×10^{-3}	4.62×10^{-3}	3.46×10^{-3}	4.62×10^{-3}	5.77×10^{-3}
$\Delta T/^\circ\text{C}$	± 3	± 3	± 3	± 3	± 3	± 3
$u(v_2)/\text{mL}$	5.82×10^{-5}	7.27×10^{-5}	1.45×10^{-4}	2.18×10^{-4}	2.91×10^{-4}	3.64×10^{-4}
$V_{\text{重复性}}/\%$	1.0	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5
$u(v_3)/\text{mL}$	8.17×10^{-4}	8.17×10^{-4}	1.63×10^{-3}	1.22×10^{-3}	1.63×10^{-3}	2.04×10^{-3}
$u_{\text{rel}}(V)$	1.22×10^{-2}	1.22×10^{-2}	1.22×10^{-2}	6.13×10^{-3}	6.13×10^{-3}	6.13×10^{-3}

表 3 标准曲线拟合引入的不确定度
Table 3 Uncertainty of standard curve fitting

元素	项目								
	A_{aj}	A_j	$C_{0j}/(\text{ng/mL})$	$C_0/(\text{ng/mL})$	S_R	B	$C/(\text{ng/mL})$	$u_c/(\text{ng/mL})$	$u_{c,rel}$
Pb	1795573	1745697	16						
	3266122	3087506	32						
	4980501	4429315	48	48	336495	83863	50.9	2.44	0.0479
	5793783	5771124	64						
	7144204	7112933	80						
	2875	2733	3.2						
As	5464	5280	6.4						
	8337	7826	9.6	9.6	701	796	5.81	0.560	0.0964
	11195	10373	12.8						
	13615	12919	16						

表 4 重复性引入的不确定度($n=6$)
Table 4 Uncertainty of repeatability ($n=6$)

元素	$C/(\text{mg/kg})$					$C_0/(\text{mg/kg})$	$S/(\text{mg/kg})$	$u_{p,rel}$	
Pb	9.92	9.87	9.94	9.92	9.95	9.92	9.92	0.027	0.0011
As	1.16	1.15	1.17	1.17	1.15	1.16	1.16	0.009	0.0032

3.3 合成标准不确定度计算

根据 3.1 识别的不确定度来源及 3.2 计算的各不确定度分量, 计算各元素合成标准不确定度。合成标准不确定度计算公式为 $u(C) = \sqrt{u_{m,rel}^2 + u_{R,rel}^2 + u_{x,rel}^2 + u_{D,rel}^2 + u_{C,rel}^2 + u_{p,rel}^2}$ 。取包含因子 $k=2$, 对应置信概率为 95%, 计算扩展不确定度,

$U=k \times u(C)$ 。各不确定度分量汇总及合成标准不确定度计算结果见表 5。

3.4 结果报告

ICP-MS 法测定蒙脱石中铅和砷含量, 称样量为 5.000 g 时, 测定结果分别为: Pb: (9.92 ± 0.109) mg/kg; As: (1.16 ± 0.020) mg/kg; 置信概率为 95%, $k=2$ 。

表 5 各元素相对标准不确定度
Table 5 Relative standard uncertainties of each element

项目	符号	元素	
		Pb	As
供试品称量	$u_{m,rel}$	9.20×10^{-5}	9.20×10^{-5}
方法回收率	$u_{R,rel}$	1.41×10^{-2}	1.25×10^{-2}
供试品定容	$u_{x,rel}$	1.61×10^{-3}	1.61×10^{-3}
标准溶液配制	$u_{D,rel}$	2.15×10^{-2}	2.36×10^{-2}
标准曲线	$u_{c,rel}$	4.79×10^{-2}	9.64×10^{-2}
重复性	$u_{p,rel}$	1.10×10^{-3}	3.20×10^{-3}
合成标准不确定度	$u(C)$	5.44×10^{-2}	1.00×10^{-2}
扩展不确定度	U	0.109	0.020

4 结论与讨论

测量不确定度是与测量结果相关联的非负参数, 是对测量结果质量的定量表征, 随着与国际接轨进程加快, 测量结果不确定度作为报告检测结果必不可少的一部分, 已越来越重要。本研究通过分析不确定度来源、计算各不确定度分量和合成不确定度, 评定了 ICP-MS 法测定蒙脱石中铅和砷含量的不确定度。从各不确定度分量的计算结果可以看出, 测定结果的不确定度主要来源于方法回收率、标准溶液配制及标准曲线拟合, 而供试品取样称量、定容、方法重复性的影响几乎可以忽略不计。因此, 为提高测定结果的准确度, 在配制标准溶液时, 应尽量选用经校准的 A 级容量瓶和高精度的移液器, 并尽量减少稀释次数。在设定标准曲线浓度范围时, 应尽量使待测样品的浓度落在标准曲线中间位置, 降低标准曲线拟合引入的不确定度。试验过程中, 可适当增加平行试验的份数, 提高人员规范操作意识, 选用洁净器皿及高纯度溶剂, 降低方法回收率引入的不确定度, 提高测定结果的准确度。

参考文献

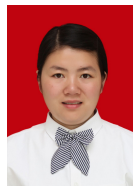
- [1] 吴汉东. 不同澄清剂对葡萄汁澄清效果研究[J]. 食品工业, 2013, 34(3): 147-149.
Wu HD. Study on clarification effects of different clarifying agents for grape juice [J]. Food Ind, 2013, 34(3): 147-149.
- [2] 齐志国, 郭江鹏, 柏雨岑. 蒙脱石的功能及其在畜禽养殖中的应用[J]. 中国畜牧杂志, 2019, 55(5): 29-34.
Qi ZG, Guo JP, Bai YC. Efforts of montmorillonite on livestock and poultry raising [J]. Chin J Anim Sci, 2019, 55(5): 29-34.
- [3] 陈玉颖, 邹毅, 王帅静, 等. 发酵酒储藏期间浑浊沉淀类型及澄清措施[J]. 中国酿造, 2018, 37(6): 10-14.
Chen YY, Zou Y, Wang SJ, *et al.* Turbidity and precipitation type and clarifying measures of fermented wine during storage period [J]. Chin Brew, 2018, 37(6): 10-14.
- [4] 曾海英, 王家磊, 沈萍萍, 等. 微波消解-ICP-MS 法测定食品、水产品及动物组织中 33 种金属元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(3): 953-961.
Zeng HY, Wang JL, Shen PP, *et al.* Determination of 33 kinds of metallic elements in food aquatic products and animal tissues by microwave digestion and ICP-MS method [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(3): 953-961.
- [5] 张舒玄, 卢海燕, 李优琴, 等. 农产品中重金属的检测方法研究进展[J]. 理化检验-化学分册, 2019, 55(8): 976-983.
Zhang SX, Lu HY, Li YQ, *et al.* The research development of test methods for heavy metal elements in agricultural products [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2019, 55(8): 976-983.
- [6] 陈莉, 罗诚, 林芳, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定蒙脱石中 4 种有害元素[J]. 中国药师, 2019, 22(9): 1745-1747.
Chen L, Luo C, Lin F, *et al.* Determination of 4 hazard elements in montmorillonite by ICP-MS [J]. China Pharm, 2019, 22(9): 1745-1747.
- [7] 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].
- [8] 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].
- [9] 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.
- [10] 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.
- [11] 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 the uncertainty for the determination of heavy metals in semen strychni by ICP-MS [J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(12): 2176-2182.
- [12] 夏用恢, 罗诚. 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价[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4681-4686.
Xia YH, Luo C. Uncertainty evaluation for determination of aluminium and titanium content in sweet potato vermicelli by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4681-4686.
- [13] 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.
- [14] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [15] JJG 646-2006 移液器[S].
JJG 646-2006 Locomotive pipette[S].

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



陈莉, 硕士, 中级工程师, 主要研究方向为食品药品检验与质量分析。
E-mail: yanziexl@163.com



夏用恢, 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: 389940224@qq.com