

# 电感耦合等离子体质谱法测定辣椒镉含量中不确定度的评估

梁馨予, 庞桂娇\*

(玉林市食品药品检验检测中心, 玉林 537000)

**摘要:** **目的** 电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定辣椒中镉含量, 评估测定过程产生的不确定度。**方法** 建立数学模型, 分析识别试样称量、试样定容、标准物质、标准溶液的配制、标准曲线的拟合、重复测量、回收率实验等不确定度来源, 各不确定度分量被量化, 计算合成标准不确定度。**结果** 辣椒中镉含量不确定度测定结果为:  $(0.0432 \pm 0.0066)$  mg/kg,  $k=2$ 。**结论** 测定过程不确定度主要来源于标准溶液配制和标准曲线拟合。

**关键词:** 镉; 电感耦合等离子体质谱法; 辣椒; 不确定度

## Evaluation of uncertainty for the determination of cadmium in peppers by inductively coupled plasma mass spectrometry

LIANG Xin-Yu, PANG Gui-Jiao\*

(Yulin Center for Food and Drug Control, Yulin 537000, China)

**ABSTRACT: Objective** To determine the content of cadmium (Cd) in peppers by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), and to evaluate the uncertainty in the determination. **Methods** The mathematical model of uncertainty evaluation was established to analyze and identify the sources of uncertainty evaluation such as sample weighing, sample constant volume, standard substance, preparation of standard solution, standard curve fitting, repeatability measurement and recovery test. The uncertainty components were quantified, the standard combined uncertainty was calculated. **Results** The determination result of the uncertainty of cadmium content in pepper was  $(0.0432 \pm 0.0066)$  mg/kg,  $k=2$ . **Conclusion** The uncertainty of determination process mainly comes from the preparation of standard solution and the fitting of standard curve.

**KEY WORDS:** cadmium; inductively coupled plasma mass spectrometry; peppers; uncertainty

## 1 引言

辣椒, 是一种重要的蔬菜和调味品, 含有丰富的维生素, 能增强食欲, 帮助消化, 降脂减肥<sup>[1]</sup>, 预防癌症<sup>[2,3]</sup>等功效。辣椒不仅可以食用, 其提取物辣椒红素等被广泛应用于食品, 化妆品, 医疗保健等领域<sup>[4-7]</sup>, 中国辣椒在世界

辣椒贸易中产量和种植规模位于世界前列, 其中鲜辣椒产量和种植面积稳居世界首位, 干辣椒出口量位居世界第二。然而受矿物、有机肥料、杀虫剂、工业污染等影响, 土壤遭受不同程度的重金属污染, 我国土壤镉超标率达7.0%<sup>[8]</sup>。镉是人体非必需元素, 具有极高的生物毒性, 被世界卫生组织国际癌症研究机构列为一类致癌物。镉能被辣

\*通讯作者: 庞桂娇, 初级药师, 主要研究方向为食品检测。Email: 1847790591@qq.com

\*Corresponding author: PANG Gui-Jiao, Junior Pharmacist, Yulin Center for Food and Drug Control, Yulin 537000, China. E-mail: 1847790591@qq.com

椒吸收和富集, 通过食物链进入人体<sup>[9,10]</sup>, 人类过多摄入被镉污染的食物会对健康造成威胁<sup>[11-15]</sup>。现有大量关于污染物镉的食品安全风险和污染现状研究<sup>[16-22]</sup>, 其中使用较多的基础数据, 如何提高定量分析辣椒中镉含量的可信度, 具有重要的现实意义。

对于分析工作, 无论决策制定, 或是迫于国际贸易压力, 证明分析结果质量要求越来越高, 测量不确定度是一个有用的度量参数, 它直接度量结果的可信度和适宜性, 包括能反应不同方法间检验结果的一致程度。其赋予被测量量值(镉含量结果)的分散性, 是测量结果的一部分。对于检测机构, 当遇到判定临界值时, 以往常通过重复测定, 考察精密度, 经验分析等手段增加对结果可信度, 但现需建立结果置信度。评估不确定度, 在检测机构评价符合性时, 尤其是在遇到临界值, 对降低风险具有指导意义。

电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)<sup>[23]</sup>具有多元素同时测定、分析速度快、干扰少、灵敏度高、动态线性范围宽等特点。目前, 利用 ICP-MS 测量辣椒中镉不确定度的文献比较少, 本研究选择 GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》<sup>[24]</sup>镉限量( $\leq 0.05$  mg/kg)的辣椒样品, 采用 ICP-MS 方法测定其镉含量, 并根据一系列不确定度相关标准<sup>[25-27]</sup>评估不确定度, 以期提高定量分析结果的可靠性。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与试剂

Agilent 7700X 型电感耦合等离子体质谱仪(美国安捷伦科技公司); ETHOS One 微波消解仪(意大利麦尔斯通公司); VB24 赶酸器(北京莱伯泰科有限公司); AE-200 电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司); GM200 刀式研磨仪[德国 RETSCH(莱驰)公司]; 移液器(美国赛默飞世尔科技有限公司)。

镉单元标准溶液(GBW(E)080119, 15062, 100  $\mu\text{g/mL}$ , 中国计量科学研究院); 内标[ICP-MS Internal std Mix pard # 5183-4681, Lot#1-39MKBY2, 10  $\mu\text{g/mL}$ , Bi、Ge、In、Li(6)、Sc、Tb、Y]、ICP-MS 调谐液(ICP-MS 7500 cs pard # 5185-5959, 1  $\mu\text{g/L}$ , Ge、Co、Li、Mg、Tl、Y)(美国 Agilent Technologies 公司); 硝酸(UP 级, 68%, 苏州晶瑞化学股份有限公司); 实验用水为 Millipore 超纯水。

### 2.2 实验方法

#### 2.2.1 供试样品制备

精密称取混匀试样(约 0.5 g)于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内, 加入硝酸 6.0 mL, 80  $^{\circ}\text{C}$  预消解 30 min, 放冷至室温后再加入过氧化氢 1.0 mL, 硝酸 1.0 mL, 盖好罐盖, 放入微波消解仪内按消解程序消解, 消解条件见表 1。消

解完毕并且冷却后, 轻缓打开消解罐, 用超纯水清洗盖子, 把微波消解罐置于电加热板上 120  $^{\circ}\text{C}$  赶酸 3 h, 至消解罐里的液体剩下 1~2 mL, 将罐内的消解液转移入 25 mL 量瓶并用超纯水洗涤消解罐 3 次, 确保转移完全, 用水稀释至刻度, 摇匀。同法做空白与回收。

#### 2.2.2 标准溶液的配制:

镉标准储备液: 精密吸取镉标准溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ ) 0.5 mL, 置于 50 mL 容量瓶中, 加 5%硝酸溶液并稀释至刻度, 摇匀, 作为镉标准使用液(1  $\mu\text{g/mL}$ )。

标准曲线溶液: 精密吸取镉标准使用液(1  $\mu\text{g/mL}$ ) 0.05、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL 到 6 个不同的 25 mL 容量瓶中, 5%硝酸溶液并稀释至刻度, 得到镉标准系列溶液, 浓度分别为 2、4、8、12、16、20 ng/mL。

#### 2.2.3 内标溶液的配制

精密吸取 10  $\mu\text{g/mL}$  的内标溶液 0.5 mL 至 50 mL 容量瓶中, 用 5%硝酸稀释定容至刻度, 摇匀, 即得 100 ng/mL 的内标溶液。

#### 2.2.4 仪器工作条件

采用调谐液(1  $\mu\text{g/L}$ , 含 Ge、Co、Li、Mg、Tl、Y) 调试仪器至最佳状态, 最佳工作参数为: 高频发射功率: 1548 W; 载气流量: 1.08 L/min; 等离子体气体: 15.01 L/min; 辅助气流速: 0.90 L/min; 氦气碰撞; 雾化室冷却温度: 1.9  $^{\circ}\text{C}$ ; 蠕动泵转速: 0.10 r/s; 分析模式: He 模式, 全定量。以内标液[100 ng/mL, 含 Bi、Ge、In、Li(6)、Sc、Tb、Y]作为内标, 待仪器稳定后, 分别测定 2.2.1 和 2.2.2 配制的溶液, 微波消解条件见表 1。

表 1 微波消解条件  
Table 1 Microwave digestion conditions

阶段	升温程序
阶段 1	10 min 升到 90 $^{\circ}\text{C}$ , 1500 W
阶段 2	10 min 升到 120 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 20 min, 1500 W
阶段 3	30 min 升到 180 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 30 min, 1500 W

#### 2.2.5 数学模型的建立

试样中镉含量按下面公式计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中:  $X$  为试样中镉的含量, mg/kg;  $\rho$  为试样溶液中镉的质量浓度, ng/mL;  $V$  为试样消解液定容体积, mL;  $m$  为试样称取质量, g; 1000 为换算系数。

#### 2.2.6 识别不确定度来源

根据实验方法的流程, 结合数学模型, 识别不确定度来源:

(1) 试样称量  $m$  的不确定度主要来源: 天平的最大允许误差。

(2)试样消解液定容  $V$  的不确定度来源包括: 容量瓶容量允许误差、试样溶液温度与容量瓶体积校准时温度不同。

(3)试样溶液  $\rho$  不确定度来源包括: 制造商提供标准物质、标准溶液配制时各量具容量允许误差、标准溶液温度与量具体积校准时温度不同、标准曲线的拟合时由响应值随机变异产生的分量。

(4)回收实验  $R$  的不确定度来源包括: 前处理时消解转移过程中的样品的损失、仪器测定时产生的基体干扰引入的不确定度。

(5)总重复性  $rep$  引入的不确定度, 包括称量操作的重复性、容量瓶定容至刻度变异性、移液器量取体积的变异性、仪器波动引入的不确定度。

### 3 结果与分析

#### 3.1 不确定度分量的量化

##### 3.1.1 试样称量 $m$ 引入的不确定度 $u_{rel}(m)$

聚四氟乙烯消解罐的质量约 101 g, 称取试样的质量约 0.5 g, 则聚四氟乙烯消解罐和试样总质量在 100~150 g 内, 所以试样称重过程中, 称量的范围落在天平的检定范围: 50 g <  $m$  ≤ 200 g 内。(注: 浮力修正不考虑, 因为所有称量都是按常规在空气中进行)。

(1)电子分析天平准确至 0.1 mg, 依据天平校准证书结果和 JJG 1036-2008《电子天平》<sup>[28]</sup> 检定规程, 该天平最大允许误差为 ±1.0 mg, 按均匀分布,  $k = \sqrt{3}$ , 天平允差引入的标准不确定度为:  $u(m_1) = \frac{1.0 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}} = 0.000577$  g。

2)天平实际分度值  $d=0.1$  mg, 按均匀分布,  $k = \sqrt{3}$ , 由天平分辨率引入的标准不确定度为:

$$u(m_2) = \frac{1.0 \times 10^{-3}}{2 \times \sqrt{3}} = 0.0000289$$
 g。

因此, 合成以上 2 项分量, 并重复计算 2 次(归零算做其中一次称量), 产生的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m) = \frac{\sqrt{2 \times [u^2(m_1) + u^2(m_2)]}}{0.5} = \frac{\sqrt{2 \times (0.000577^2 + 0.0000289^2)}}{0.5} = 0.00163。$$

##### 3.1.2 试样消解液定容 $V$ 引入的不确定度 $u_{rel}(V_{25})$

试样消解液定容至 25 mL 容量瓶过程, 有 2 个不确定度来源: A 级 25 mL 容量瓶容量允差、试样溶液温度与容量瓶体积校准时的不同。

###### (1)容量瓶容量允差引入的不确定度

根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[29]</sup>, 在 20 °C 时, A 级 25 mL 单标线容量瓶, 允差为 ±0.03 mL, 按均匀分布,  $k = \sqrt{3}$ , 由 25 mL 容量瓶允差引入的标准不确定度为:

$$u(V_{25-1}) = \frac{0.03}{\sqrt{3}} = 0.0173$$
 mL。

###### (2)温度差异引入的不确定度

20 °C 时水的膨胀系数  $\alpha = 2.1 \times 10^{-4}$  /°C, 试验过程中环境温度为 (20 ± 3) °C,  $\Delta T = 3$  °C, 只考虑溶液体积变化, 忽略容量瓶体积变化的微小影响, 按均匀分布,  $k = \sqrt{3}$ , 温度差异引入的标准不确定度为:

$$u(V_{25-2}) = \frac{V_{25} \times \Delta T \times \alpha}{k} = \frac{25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.00909$$
 mL。

合成以上 2 项分量, 试样消解液定容  $V$  引入的不确定度为:

$$u_{rel}(V_{25}) = \frac{\sqrt{u^2(V_{25-1}) + u^2(V_{25-2})}}{V_{25}} = \frac{\sqrt{0.0173^2 + 0.00909^2}}{25} = 0.000782。$$

##### 3.1.3 试样溶液 $\rho$ 引入的不确定度 $u_{rel}(\rho)$

###### (1)标准物质引入的不确定度

镉单元标准溶液(100 μg/mL)GBW(E)080119, 15062, 由标准证书上查得, 相对扩展不确定度  $U = 0.8\%$  ( $k = 2$ ), 由标准物质引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(S) = \frac{0.8\%}{2} = 0.4\%。$$

###### (2)标准溶液配制过程引入的不确定度

根据 2.2.2 标准溶液配制过程, 此过程不确定度来源包括: 各量具容量允差引入的不确定度  $u(V_C)$  和标准溶液温度与量具体积校准时温度不同引入的不确定度  $u(V_T)$ 。量具使用包括 A 级 25 mL 单标线容量瓶 6 次; A 级 50 mL 单标线容量瓶 1 次; 10~100 μL 移液器, 取 0.05 mL 1 次, 取 0.10 mL 1 次; 100~1000 μL 移液器, 取 0.20 mL 1 次, 取 0.30 mL 1 次, 取 0.40 mL 1 次, 取 0.50 mL 1 次。根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》<sup>[29]</sup> 和 JJG 646-2006《移液器检定规程》<sup>[30]</sup>, 在 20 °C 时, A 级 25 mL 单标容量瓶允差为 ±0.03 mL, A 级 50 mL 单标容量瓶允差为 ±0.05 mL, 100 μL 移液器容量允差在 50 μL 检定点为 3.0%, 在 100 μL 检定点为 2.0%, 1000 μL 移液器容量允差在 100 μL 检定点为 2.0%, 在 500 μL 检定点为 1.0%。实验过程环境温度为 (20 ± 3) °C,  $\Delta T = 3$  °C, 20 °C 时水的膨胀系数  $\alpha = 2.1 \times 10^{-4}$  /°C。计算过程同 3.1.2, 结果见表 2。

只考虑溶液体积变化, 忽略容量瓶体积变化的微小影响, 合成各量具产生的相对标准不确定度:

$$u_{rel}(V) = \sqrt{(0.0173)^2 + (0.0115)^2 + (0.0116)^2 + (0.00578)^2 + (0.00579)^2 + (0.00579)^2 + 6 \times (0.000782)^2 + (0.000683)^2} = 0.0259$$

###### (3)标准曲线拟合引入的不确定度

根据 2.22, 配制 7 个镉标准溶液, 浓度分别为 0、2、4、

8、12、16、20 ng/mL, 通常来说横坐标(标准溶液浓度)的量引入的不确定度远小于纵坐标(响应值)的量引入的不确定度, 可以忽略不计。采用内标定量法, 通过不同浓度的镉标准溶液产生的待测元素与内标响应值之比, 使用线性最小二乘法拟合曲线得:  $Y=0.0179X+0.00212$ , 相关系数  $r=0.9999$ , 斜率  $b=0.0179$ , 截距  $a=0.00212$ 。结果见表 3。

由标准曲线拟合引入的标准不确定度, 按下列公式计算:

$$u(Std) = \frac{S_y}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\rho - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

其中:  $S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (bx_i + a)]^2}{n - 2}}$

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

式中:  $S_y$  为残差标准偏差,  $b$  为标准曲线的斜率,  $p$  为试样溶液的测定次数(6 次),  $n$  为标准溶液测定次数(7 个标准溶液, 每个测定 3 次),  $\rho$  为试样溶液镉浓度

$P(0.8813 \text{ ng/mL})$ ,  $x_i$  为  $i$  个标准溶液的浓度(ng/mL),  $\bar{x}$  为标准溶液浓度的平均值,  $y_i$  为第  $i$  个镉标准溶液中待测元素与内标响应值之比(实测值),  $bx_i + a$  为根据标准曲线计算得待测元素与内标响应值之比(理论值)。

因此, 合成以上 3 项产生的不确定度, 由试样溶液  $\rho$  引入的不确定度:

$$u_{rel}(\rho) = \sqrt{u_{rel}^2(S) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(Std)} = \sqrt{(0.004)^2 + (0.0259)^2 + (0.0707)^2} = 0.0754。$$

### 3.1.4 回收实验 $R$ 引入的不确定度 $u_{rel}(R)$

考虑到试样在消解转移过程中会损失, 仪器测定时基体会产生干扰会带来不确定度, 采用 6 份加标样品获得回收率。过程操作按 2.21。6 份加标样品的平均回收率为  $\bar{R}=101.8\%$ , 标准偏差  $S_R=0.0202$ , 标准不确定度采用平均值的标准偏差计算:  $u(\bar{R}) = \frac{S_R}{\sqrt{n}} = \frac{0.0202}{\sqrt{6}} = 0.00825$ , 回收率引入相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(R) = \frac{u(\bar{R})}{\bar{R}} = \frac{0.00825}{1.018} = 0.00810。$$

表 2 标准溶液配制各量具不确定度计算结果

Table 2 Calculation results of uncertainty of each measuring tool in the standard solution preparation

量具 $V$	$u(V_C) / \text{mL}$	$u(V_I) / \text{mL}$	使用次数	$u_{rel}(V)$
10~100 $\mu\text{L}$ 取 0.05 mL	0.000866	0.0000182	1	0.0173
10~100 $\mu\text{L}$ 取 0.10 mL	0.00115	0.0000364	1	0.0115
100~1000 $\mu\text{L}$ 取 0.20 mL	0.00231	0.0000727	1	0.0116
100~1000 $\mu\text{L}$ 取 0.30 mL)	0.00173	0.000109	1	0.00578
100~1000 $\mu\text{L}$ 取 0.40 mL	0.00231	0.000145	1	0.00579
100~1000 $\mu\text{L}$ 取 0.50 mL	0.00289	0.000182	1	0.00579
A 级 25 mL 容量瓶	0.0173	0.00909	6	0.000782
A 级 50 mL 容量瓶	0.0289	0.0182	1	0.000683

表 3 标准曲线拟合不确定度计算结果

Table 3 Calculation results of uncertainty of the standard curve fitting

标液浓度 $x_i / (\text{ng/mL})$	0	2	4	8	12	16	20
$y_i / (\text{cps 比})$	0.0000	0.0376	0.0753	0.1457	0.2160	0.2827	0.3617
	0.0003	0.0393	0.0748	0.1485	0.2160	0.2862	0.3612
	0.0003	0.0376	0.0739	0.1481	0.2175	0.2876	0.3577
标准曲线	$Y=0.0179X+0.00212 (0.9999)$						
$S_y = 0.00213$			$p = 6$			$n = 21$	$\bar{x} = 8.86 \text{ ng/mL}$
$\rho = 0.8813 \text{ ng/mL}$				$u(Std) = 0.0629$	$u_{rel}(Std) = \frac{u(Std)}{\rho} = 0.0707$		

同时用  $t$  检验来确定平均回收率是否与 1.0 有显著性差异。检验统计量  $t$  用下式来计算：

$$t = \frac{|1 - \bar{R}|}{u(\bar{R})} = \frac{|1 - 1.018|}{0.00825} = 2.18, \text{ 该值与 } 95\% \text{ 置信度, } n-1 \text{ 自}$$

由度下双临界值  $t_{\text{crit}}$  比较, 查 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》附录 B 得  $t_{\text{crit}} = 2.57$ , 则  $t = 2.18 \leq 2.57$ ,  $\bar{R}$  与 1 无显著性差异, 计算公式中不采用修正因子。

### 3.1.5 测量重复性 $rep$ 引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(rep)$

在同一条件下, 随机称取 6 份试样, 过程操作按 2.21, 测量结果按公式(1)计算, 结果见表 4。通过 6 份测得值的平均值  $X$  和标准偏差  $S_r$ , 总重复性的标准不确定度按下

$$\text{列公式计算: } u(rep) = \frac{S_r}{\sqrt{n}}, u_{\text{rel}}(rep) = \frac{u(rep)}{X}。$$

## 4 合成标准不确定度 $u_c(X)$

$$\begin{aligned} \frac{u_c(X)}{X} &= \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(V_{25}) + u_{\text{rel}}^2(\rho) + u_{\text{rel}}^2(rep)} \\ &= \sqrt{(0.00163)^2 + (0.000782)^2 + (0.0754)^2 + (0.0143)^2} \\ &= 0.0768。 \end{aligned}$$

$$u_c(X) = X \times 0.0726 = 0.0432 \text{ mg/kg} \times 0.0768 = 0.0033 \text{ mg/kg}。$$

## 5 计算扩展不确定度 $U(X)$

设定包含因子为 2,  $U(X) = u_c(X) \times 2 = 0.0033 \times 2 = 0.0066 \text{ mg/kg}$ 。

## 6 测量结果报告

辣椒中镉含量  $X = (0.0432 \pm 0.0066) \text{ mg/kg}$ ;  $k = 2$ 。

## 7 分析与讨论

采用 ICP-MS 测定辣椒中镉含量不确定度, 测量结果为  $(0.0432 \pm 0.0066) \text{ mg/kg}$ ,  $k=2$ 。该方法操作简单, 重复性好, 准确度高。通过计算, 表明当样品中待测元素含量较低时, 其校准曲线拟合引入的不确定度影响较大 P; 其次是标准曲线的配制过程。因此在实验过程中应加强主要因素控制, 包括标准溶液配制注意合理使用量具、标准曲线浓度范围设置不宜过宽、标准点应尽可能均匀分布在关注的浓度范围并覆盖该范围, 必要时, 可以利用单点定量, 以利于减小不确定度的引入, 从而合理赋予镉含量结果的数值范围, 增加测量结果的可信度。

称量时, 天平校准有 2 个潜在不确定度来源, 即天平的灵敏度及线性, 灵敏度已忽略, 因为称量是用同一台天平并且称量范围很小。称量操作的重复性、样品定容至刻度的重复性, 2 个分量合并为总实验的一个分量(总重复性), 利用 6 次重复性实验得出的数值并量化, RSD 为 0.151%, 该值用于合成标准不确定度, 分析人员应注意避免重复计算。由于没有可以使用的有证标准样品, 采用了加标回收证明实验操作产生的偏倚, 其标准不确定度远小于合成标准不确定度, 因此该偏倚忽略不计。实际上, 试样称量分量和消解液定容分量是小于最大分量三分之一, 对合成不确定度贡献是不显著的, 在实际使用时, 可以去掉不显著分量, 本研究旨在说明目的, 所做详细列举不作为通用建议。本次研究亦没有考虑抽样过程相关的不确定度评估, 因出具报告书中已说明只对送达本实验室的样品数据负责, 如果检测结论是对整批样品做出的, 抽样过程变得很重要, 有必要考虑评估抽样程序。

表 4 测量重复性的不确定度计算结果( $n=6$ )

Table 4 Calculation results of uncertainty of measurement repeatability ( $n=6$ )

测得值/(mg/kg)		测得值平均值 $\bar{x}$ /(mg/kg)	RSD%	$u(rep)$ /(mg/kg)	$u_{\text{rel}}(rep)$
0.0450	0.0420	0.0424	0.151	0.000617	0.0143
0.0414	0.0432	0.0449			

## 参考文献

- [1] Wu T, Gao YF, Hao JY, et al. Capsanthin extract prevents obesity, reduces serum TMAO levels and modulates the gut microbiota composition in high-fat-diet induced obese C57BL/6J mice [J]. Food Res Int, 2020, 128: 108774.
- [2] Zhang X, Zhao WE, Hu LQ, et al. Carotenoids inhibit proliferation and regulate expression of peroxisome proliferators-activated receptor gamma (PPAR $\gamma$ ) in K562 cancer cells [J]. Arch Biochem Biophys, 2011, 512(1): 96-106.
- [3] Takashi M, Kooich M, Mutsuo K, et al. Cancer chemopreventive activity of carotenoids in the fruits of red paprika *Capsicum annuum* L [J]. Cancer Lett, 2001, (2): 103-109.
- [4] 王思宇. 中国辣椒贸易的国际竞争力研究[D]. 保定: 河北农业大学, 2019.  
Wang SY. Research on the international competitiveness of Chinese pepper trade [D]. Baoding: Hebei Agricultural University, 2019.
- [5] 张嘉园, 辛鑫, 邢泽农, 等. 辣椒红素相关研究进展[J]. 现代农业科技, 2019, (12): 209-210.  
Zhang JY, Xin X, Xing ZN, et al. Research progress related to capsaicin [J]. Mod Agric Sci Technol, 2019, (12): 209-210.
- [6] 张亚琼, 李单单. 辣椒红色素的功能特性及应用[J]. 农产品加工, 2018, (19): 69-70.  
Zhang YQ, Li DD. Functional properties and applications of chili red pigment [J]. Agric Prod Process, 2018, (19): 69-70.
- [7] 魏雅雯, 靳玲侠. 辣椒红色素的提取方法及应用的研究进展[J]. 中国

- 调味品, 2017, 42(8): 142–147.
- Wei YW, Jin LX. Research progress on the extraction method and application of red pigment of chili pepper [J]. *China Cond*, 2017, 42(8): 142–147.
- [8] 全国土壤污染状况调查公报(2014年4月17日)[J]. *环境教育*, 2014, (6): 8–10.
- National soil pollution survey bulletin (17 April 2014) [J]. *Environ Edu*, 2014, (6): 8–10.
- [9] 蔡峥, 齐越, 杨红, 等. 土壤重金属污染现状、危害及治理措施[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(7): 2286–2294.
- Qi Z, Qi Y, Yang H, *et al.* Cadmium contamination of soil by heavy metals, its hazards and treatment measures [J]. *J Food Saf Qual Test*, 2020, 11(7): 2286–2294.
- [10] 谈敏, 高海军, 陈相波, 等. 辣椒吸收富集镉研究进展[J]. *长江蔬菜*, 2020, (8): 45–48.
- Tan M, Gao HJ, Chen XB, *et al.* Development of cadmium absorption and concentration in pepper [J]. *Changjiang Veg*, 2020, (8): 45–48.
- [11] 蔡嘉露, 张文丽. 人群暴露环境镉污染与健康危害的流行病学研究进展[J]. *环境卫生学杂志*, 2019, 9(6): 621–627.
- Cai JY, Zhang WL. Progress in the epidemiological study of cadmium contamination and health hazards in population-exposed environments [J]. *J Environ Health*, 2019, 9(6): 621–627.
- [12] 李萌竹, 何作顺, 谷仕艳. 表观遗传学在镉毒性中的研究进展[J]. *现代预防医学*, 2020, 47(1): 119–122.
- Li MZ, He ZS, Gu SY. Epigenetic progress in cadmium toxicity [J]. *Mod Prev Med*, 2020, 47(1): 119–122.
- [13] 肖丽丽, 袁晶, 陈卫红. 镉暴露与代谢相关疾病的研究进展[J]. *环境与职业医学*, 2019, 36(11): 1066–1070.
- Xiao LL, Yuan J, Chen WH. Research progress on cadmium exposure and metabolism-related diseases [J]. *Environ Occup Med*, 2019, 36(11): 1066–1070.
- [14] Anthony AK. 镉诱导的细胞凋亡与自噬研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2019.
- Anthony AK. Study of cadmium-induced apoptosis and autophagy [D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2019.
- [15] 郑博. 孕妇镉暴露对新生儿生长发育的影响[J]. *实用妇科内分泌电子杂志*, 2019, 6(32): 125–139.
- Zheng B. Effect of cadmium exposure in pregnant women on neonatal growth and development [J]. *Electronic J Practical Gynecol Endocrinol*, 2019, 6(32): 125–139.
- [16] 施理, 楼建林. 重金属暴露对肠道菌群的影响[J]. *中华劳动卫生职业病杂志*, 2020, (1): 74–77.
- Shi L, Lou JL. Effects of heavy metal exposure on intestinal flora [J]. *Chin J Occup Dis*, 2020, (1): 74–77.
- [17] 覃艳淑, 唐文, 周芳华, 等. 2018年广西省售蔬菜镉污染现状及其暴露评估[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(12): 3952–3956.
- Qin YS, Tang W, Zhou FH, *et al.* Cadmium contamination status of commercially available vegetables in Guangxi and its exposure assessment in 2018 [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(12): 3952–3956.
- [18] 陈璐, 李霞, 李增梅, 等. 山东省小品种蔬菜中铅镉含量和健康风险评估[J]. *山东农业科学*, 2020, 52(3): 125–128.
- Chen L, Li X, Li ZM, *et al.* Assessment of lead and cadmium content and health risks in small varieties of vegetables in Shandong province [J]. *Shandong Agric Sci*, 2020, 52(3): 125–128.
- [19] 赵志荣, 赵杰, 余磊. 贵阳市售辣椒重金属含量情况调查[J]. *贵阳学院学报(自然科学版)*, 2019, 14(4): 90–91.
- Zhao ZS, Zhao J, Yu L. Survey on the heavy metal content of peppers sold in Guiyang city [J]. *J Guiyang Coll (Nat Sci Ed)*, 2019, 14(4): 90–91.
- [20] 李培, 潘晓威, 叶剑芝, 等. 湛江地区蔬菜中铅与镉污染现状研究[J]. *现代农业科技*, 2020, (2): 213–215.
- Li P, Pan XW, Ye JZ, *et al.* Study on the current status of lead and cadmium pollution in vegetables in Zhanjiang region [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2020, (2): 213–215.
- [21] 童磊, 范明月, 程永红, 等. 重庆市万州区市售鲜辣椒中镉和铬污染现状评价[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(18): 6398–6401.
- Tong L, Fan MY, Cheng YH, *et al.* Evaluation of cadmium and chromium contamination in fresh chili peppers sold in Wanzhou district, Chongqing [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(18): 6398–6401.
- [22] 李想, 龙振华, 朱彦谚, 等. 东北设施叶菜类蔬菜镉铅污染安全生产分区研究[J/OL]. *农业环境科学学报* 2020, <http://kns.cnki.net/kcms/detail/12.1347.S.20200619.1005.006.html>.
- Li X, Long ZH, Zhu YY, *et al.* A Regional Studies on the safe production of cadmium and lead contamination in leafy vegetables in northeastern facilities [J/OL]. *J Agric Environ Sci*, 2020, <http://kns.cnki.net/kcms/detail/12.1347.S.20200619.1005.006.html>.
- [23] 温新宇. 什么是 ICP-MS? 有哪些应用?[J]. *中华检验医学杂志*, 2007, (8): 881–881.
- Wen XY. What is ICP-MS and what are its applications? [J]. *Chin J Lab Med*, 2007, (8): 881–881.
- [24] GB 2762–2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量[S].  
GB 2762–2017 National food safety standard-Limits of pollutants in food [S].
- [25] CNAS-GL 006–2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].  
CNAS-GL 006–2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [S].
- [26] 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].
- [27] GB/T 27418–2017 测量不确定度评定和表示[S].  
GB/T 27418–2017 Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [28] JJG 1036–2008 电子天平检定规程[S].  
JJG 1036–2008 Verification regulation of electronic balance [S].
- [29] JJG 196–2006 常用玻璃量器检定规程[S].  
JJG 196–2006 Verification regulation of working glass container [S].
- [30] JJG 646–2006 移液器检定规程[S].  
JJG 646–2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].

(责任编辑: 王 欣)

## 作者简介



梁馨予, 主管药师, 主要研究方向为  
食品药品检测与质量分析。  
E-mail: 372321939@qq.com



庞桂娇, 初级药师, 主要研究方向为食  
品检测。  
E-mail: 1847790591@qq.com