

全自动石墨加热消解-石墨炉原子吸收法测定 麦苗粉中铅含量的不确定度评定

翟硕莉^{1*}, 张秀丰², 孙世卫¹

(1. 河北省衡水市衡水学院生命科学系, 衡水 053000; 2. 衡水海关, 衡水 053000)

摘要: **目的** 评定全自动石墨加热消解-石墨炉原子吸收法测定麦苗粉中铅含量的不确定度。**方法** 麦苗粉样品经全自动石墨加热消解后, 石墨炉原子吸收法测定, 外标法定量, 根据建立的数据模型对每个不确定度分量进行评定, 最终得出对合成不确定度的贡献度。**结果** 置信概率为 95%, 取包含因子 $k=2$, 湿法消解-石墨炉原子吸收法测定麦苗粉中铅含量结果报告为 $X=(0.17\pm0.01)$ mg/kg。**结论** 该方法测量铅不确定度的主要因素是曲线拟合的不确定度。

关键词: 石墨加热消解; 石墨炉原子吸收法; 铅; 不确定度

Evaluation of uncertainty for determination of lead in young wheat leaves powder by automatic graphite digestion instrument-graphite furnace atomic absorption spectrometry

ZHAI Shuo-Li^{1*}, ZHANG Xiu-Feng², SUN Shi-Wei¹

(1. Department of Biology Hengshui University, Hengshui 053000, China; 2. Hengshui Customs, Hengshui 053000, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of lead content in wheat seedling powder by graphite furnace atomic absorption spectrometry with automatic graphite heating digestion. **Methods** After digested by automatic graphite heating, wheat seedling powder samples were determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry and quantified by external standard method. Each uncertainty component was evaluated according to the established data model, and the contribution to the synthetic uncertainty was finally obtained. **Results** The confidence probability was 95%, and the factor $k=2$ was taken. The result of wet digestion and graphite furnace atomic absorption spectrometry in the determination of lead content in wheat seedling powder was reported as $X=(0.17\pm0.01)$ mg/kg. **Conclusion** The uncertainty of curve fitting is the main factor to measure the uncertainty of lead.

KEY WORDS: automatic graphite digestion; graphite furnace atomic absorption spectrometry; lead; uncertainty

基金项目: 衡水学院校级课题(2020ZR29)

Fund: Supported by the Project of Hengshui University (2020ZR29)

*通信作者: 翟硕莉, 讲师, 主要研究方向为食品质量营养与食品安全。E-mail: zsl811210@163.com

*Corresponding author: ZHAI Shuo-Li, Lecturer, Technical Center of Food Nutrition and Food Safety, Hengshui University, No.1088, Heping Road, Taocheng District, Hengshui 053000, China. E-mail: zsl811210@163.com

0 引 言

麦苗粉是将生长到一定阶段的麦苗收割, 经冲洗、干燥、灭菌、粉碎等加工工艺制成的绿色保健品。具有增进体能, 改善便秘、口臭、改善皮肤过敏、缓和胃炎、改善高血压及降低胆固醇等功能。铅作为一项重要的食品安全指标, 检测是否准确尤为重要。

麦苗粉在麦苗生产过程中用到农药、化肥、地表水灌溉等因素, 使得一些对人体有害的污染物残留在麦苗粉中, 重金属铅是谷物中污染物主要卫生限量指标之一, 是麦苗粉出口商品时的必检项目, 也是国内食品安全监督抽检项目之一。铅是一种有毒重金属元素, 在人体内极易积累, 进入体内的铅除少量通过粪便等方式排出, 大部分溶入血液, 导致人体贫血, 出现食欲不振等症状。儿童摄入过量的铅会导致发育迟缓、智力偏低等现象, 食物中铅的来源主要通过以下几方面: 自然环境存在的、环境中的铅污染、加工过程的铅污染、容器中铅的污染^[1-4]。麦苗粉作为保健品使用时, 有害污染物也会随之进入人体, 通过富集作用, 危害人体健康。如何能够确保最终的麦苗粉保健产品的安全、如何让消费者买着放心、用着放心, 已成为一个亟待解决的、无法回避的问题。

为确保食品安全, GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》^[5]对多种污染物的限量进行了明确规定, 其中包括食品中铅的限量要求。同时, 食品在检测过程中受到人员操作水平、仪器设备、环境因素等多种因素的影响, 导致检测结果存在误差, 因此, 检测机构要根据 CNAS-GL006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[6]、JJF 1059.1—2012《不确定度评定与表示》^[7]等要求, 为确保检测结果的准确性, 进行不确定度分析具有重要意义^[8]。

测量不确定度: 表征合理地赋予被测量之值的分散性, 与测量结果相联系的参数。本研究依据 GB 5009.12—2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》^[9]和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》^[7]对麦苗粉中铅含量的测量过程中不确定度进行分析评估, 确定麦苗粉中铅含量检测过程中的影响因素, 在日常检测中对不确定度贡献较大的因素予以重点关注, 通过控制该环节, 提高检测水平, 为实验室检测提供技术支持, 以确保检测数据的准确性^[10-13]。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Analyst 800 原子吸收光谱仪(美国 PerkinElmer 公司); DigiBlock 智能电热消解仪(中国莱伯泰科); METTLER ME203TE/02 电子天平(德国赛多利斯公司); HP10 电加热板(德国 IKA 公司)。

铅标准储备液(1000 mg/L)(国家有色金属及电子材料分析测试中心); 硝酸、高氯酸(优级纯, 德国 Merck 公司)。

1.2 标准溶液配制

铅标准中间液(1.00 mg/L): 准确移取铅标准储备液(1000 mg/L) 1.00 mL 于 1000 mL 容量瓶中, 5%硝酸溶液(5:95, V/V)定容至刻度, 混匀。

铅标准系列溶液: 分别移取铅标准中间液(1.00 mg/L) 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 5%硝酸溶液(5:95, V/V)定容至刻度, 混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为 0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0 μg/L。

1.3 样品处理

称取试样约 0.5 g (精确至 0.001 g)于聚四氟乙烯消化管中, 加入 10 mL 硝酸和 1 mL 高氯酸, 在智能电热消解仪上以程序升温: 100 °C(恒温 1 h)→升至 180 °C(恒温 0.5 h)→升至 210 °C消解挥发酸至约 1 mL, 冷却, 去离子水定容至 10 mL, 同时做空白试验。

1.4 测定条件

铅空心阴极灯, 波长 283.3 nm, 狭缝 0.7 nm, 灯电流 15 mA, 氙灯背景校正, 峰面积测量, 石墨涂层, 进样量: 20 μL, 石墨炉升温参数详见表 1。

表 1 石墨炉升温参数
Table 1 The heating parameters of graphite furnace

步骤	温度/°C	时间/s
干燥	110	25
干燥	130	20
灰化	650	15
原子化	1850	5
清除	2450	3

1.5 测定方法

在相同的实验条件下, 将 10 μL 空白溶液和试样溶液依次注入石墨炉, 原子化后测其吸光度值, 重复测定 3 次, 吸光度值取其平均值, 以浓度为横坐标, 对应的吸光度值为纵坐标, 采用最小二乘法拟合标准曲线, 与标准系列比较定量。

1.6 数学模型

根据 GB 5009.12—2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》^[9]中铅的计算公式:

$$X=\frac{(\rho-\rho_0)\times V}{m\times1000}$$

式中: X 为试样中铅的含量, mg/kg; ρ 为试样溶液中铅的含量, μg/L; ρ_0 为空白溶液中铅的浓度, μg/L; V 为试样消化液

的定容总体积, mL; m 为试样质量, g; 1000 为换算系数。

2 结果与分析

2.1 测量不确定度的来源

依据检测方法和数学模型, 全自动石墨加热消解-石墨炉原子吸收法测定麦苗粉中铅含量的不确定度评定主要来源于两方面: 即样品前处理和样液测试。样品前处理包括样品称量、样品消解和样品消解后定容; 样液测量包括标准溶液、曲线配制、校准曲线拟合和仪器设备测量^[6-8], 不确定度来源见图 1。

2.2 测量不确定度的评定

2.2.1 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

样品称量质量为 0.503 g, 样品称量的不确定度主要来自于天平的校准值和天平的分辨率^[14]。

(1) 本研究用 METTLER ME203TE/02 型天平进行称量, 天平鉴定证书给出的最大允许误差: ± 0.001 g, 按均匀分布, 标准不确定度为:

$$u_1(\text{校准}) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 0.000577 \text{ g}$$

(2) 天平的分辨率为 0.001 g, 按均匀分布, 标准不确定度为:

$$u_1(\text{分辨率}) = \frac{0.001}{2 \times \sqrt{3}} = 0.000289 \text{ g}$$

(3) 由于实验称量样品时出现去皮和样品称量两次操作, 即为: 二次称量, 因此样品称量引入的标准不确定度为:

$$u_1(m) = \sqrt{2 \times [u_1(\text{校准})^2 + u_1(\text{分辨率})^2]} = 0.000913 \text{ g}$$

样品称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{u_1(m)}{m} = \frac{0.000913}{0.503} = 0.00182$$

2.2.2 样品消解引入的不确定度(回收率引入的不确定度) $u_{\text{rel}}(\text{Rec})$

样品在前处理过程中会存在消解不完全、操作损失、试剂或器皿引入的污染等因素, 导致目标物回收率无法达到 100%。在同一条件下, 独立进行 10 次测定, 样液平均质量浓度为: 8.5 $\mu\text{g/L}$; 样品中铅含量为: 0.17 mg/kg, 回收率为 96%~102%, 则回收率的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{Rec}) = \sqrt{\frac{(b_+ + b_-)^2}{12}}$$

$$b_+ = (102 - 100)\% = 2\%$$

$$b_- = (100 - 96)\% = 4\%$$

$$u_{\text{rel}}(\text{Rec}) = 0.0173$$

2.2.3 样品消解后定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{定容})$

1) 试样溶液用 10 mL 容量瓶定容, 根据 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》规定^[15], 20 °C 时 10 mL 容量瓶(A 级)的容量允差为 ± 0.020 mL, 按均匀分布, 标准不确定度为:

$$u_2(\text{校准}) = \frac{0.020}{\sqrt{3}} = 0.0115 \text{ mL}$$

2) 容量瓶的校准温度为 20 °C, 实验室的温度一般在 ± 3 °C 之间变化, 水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 温度变化按均匀分布, 温度变化对水体积产生的不确定度为:

$$u_2(\text{温度}) = \frac{10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.00364 \text{ mL}$$

3) 样品消解后定容引入的标准不确定度:

$$u_2(\text{定容}) = \sqrt{u_2(\text{校准})^2 + u_2(\text{温度})^2} = \sqrt{0.0115^2 + 0.00364^2} = 0.0121 \text{ mL}$$

相对不确定度为:

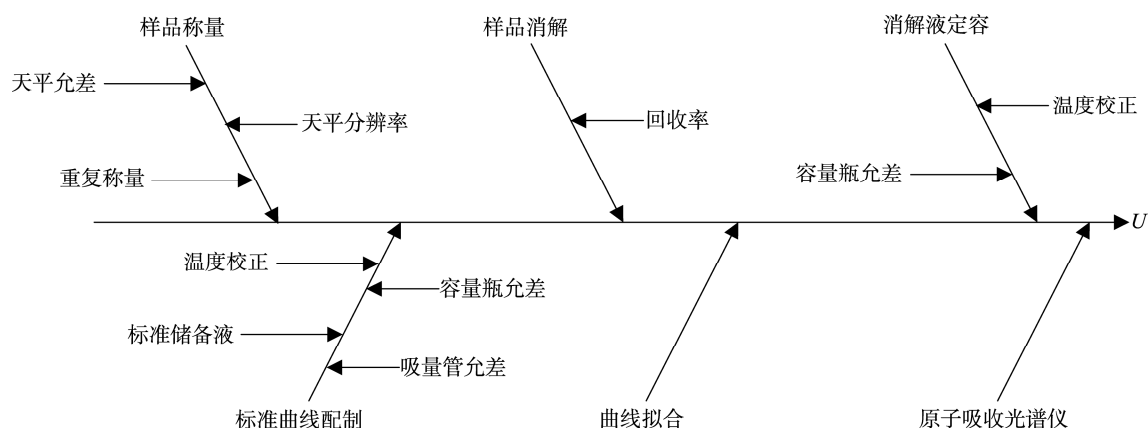


图1 不确定度来源示意图

Fig.1 Schematic diagram of uncertainty source

$$u_{\text{rel}}(\text{定容})=\frac{0.0121}{10}=0.00121$$

2.2.4 标准曲线配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{曲线配制})$

1)标准溶液质量浓度引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\rho)$

铅标准溶液由国家有色金属及电子材料分析测试中心提供, 质量浓度为 1000 mg/L, 由证书得知: 相对扩展不确定度为 0.7%($k=2$)

则相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(\rho)=\frac{0.7\%}{2}=0.0035$$

2)标准溶液稀释引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\text{标液稀释})$

(1)铅标准中间液配制引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\text{铅中间液})$

准确移取铅标准储备液(1000 mg/L)1.00 mL 于 1000 mL 容量瓶中, 硝酸溶液(5+95, $V:V$)定容至刻度, 混匀。配制过程中使用均为 A 级 1 mL 单标吸量管和 1000 mL 容量瓶, 实验室温度波动变化在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, 按均匀分布, 则铅标准中间液配制引入的不确定度见表 2。

铅标准中间液配制引入的相对标准不确定度:

$$u(\text{铅中间液})=\sqrt{0.00406^2+0.000431^2}=0.00408$$

(2)铅标准溶液稀释引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\text{稀释})$

标准溶液稀释过程分别用到 1 mL、5 mL 分度吸量管和 100 mL 容量瓶, 均为 A 级, 实验室温度波动变化在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, 按均匀分布, 则铅标准溶液稀释引入的不确定度见

表 3。

A 级 100 mL 容量瓶最大允差为 0.10 mL, 实验室温度变化为 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, 按均匀分布, 则 100 mL 容量瓶引入的不确定度:

$$u_{100}(\text{校准})=\frac{0.1}{\sqrt{3}}=0.0577\text{ mL}$$

$$u_{100}(\text{温度})=\frac{100\times 2.1\times 10^{-4}\times 3}{\sqrt{3}}=0.364\text{ mL}$$

$$u_{\text{rel}-100}=\frac{\sqrt{u_{100}(\text{校准})^2+u_{100}(\text{温度})^2}}{100}=\frac{\sqrt{0.0577^2+0.364^2}}{100}=0.00369\text{ mL}$$

标准溶液稀释过程中共用到 6 个 100 mL 容量瓶, 因此工作曲线引入的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(\text{标液稀释})$:

$$u_{\text{rel}}(\text{稀释})=\sqrt{\frac{0^2+0.00924^2+0.00463^2+0.00721^2+0.00481^2+0.00362^2}{6\times 0.00369^2}}=0.0166$$

则标准溶液稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标液稀释})$:

$$u_{\text{rel}}(\text{标液稀释})=\sqrt{u_{\text{rel}}(\text{铅中间液})^2+u_{\text{rel}}(\text{稀释})^2}=\sqrt{0.00408^2+0.0166^2}=0.0171$$

由标准溶液质量浓度引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\rho)$ 和标准溶液稀释引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\text{标液稀释})$ 可得标准曲线配制引入的不确定度 $U_{\text{rel}}(\text{曲线配制})$:

表 2 移取和容量引入的不确定度
Table 2 Uncertainty introduced by pipettes and volumetric flasks

器皿	最大允许误差/mL	体积引入的标准不确定度/mL	温度引入的标准不确定度/mL	相对标准不确定度
1 mL 单标吸量管	0.007	$\frac{0.007}{\sqrt{3}}=0.00404$	$\frac{1\times 2.1\times 10^{-4}\times 3}{\sqrt{3}}=0.000364$	0.00406
1000 mL 容量瓶	0.40	$\frac{0.40}{\sqrt{3}}=0.231$	$\frac{1000\times 2.1\times 10^{-4}\times 3}{\sqrt{3}}=0.364$	0.000431

表 3 标准溶液稀释引入的不确定度
Table 3 Uncertainty introduced by calibration solution from vessels

量取体积/mL	最大允差/mL	量取体积引入的标准不确定度/mL	温度引入的标准不确定度/mL	相对标准不确定度
0	0	0	0	0
0.5	0.008	$\frac{0.008}{\sqrt{3}}=0.00462$	$\frac{2.1\times 10^{-4}\times 3\times 0.5}{\sqrt{3}}=0.0000182$	$\sqrt{\frac{0.00462^2+0.0000182^2}{0.5}}=0.00924$
1	0.008	$\frac{0.008}{\sqrt{3}}=0.00462$	$\frac{2.1\times 10^{-4}\times 3\times 1}{\sqrt{3}}=0.000364$	$\sqrt{\frac{0.00462^2+0.000364^2}{1}}=0.00463$
2	0.025	$\frac{0.025}{\sqrt{3}}=0.0144$	$\frac{2.1\times 10^{-4}\times 3\times 2}{\sqrt{3}}=0.000727$	$\sqrt{\frac{0.0144^2+0.000727^2}{2}}=0.00721$
3	0.025	$\frac{0.025}{\sqrt{3}}=0.0144$	$\frac{2.1\times 10^{-4}\times 3\times 3}{\sqrt{3}}=0.00109$	$\sqrt{\frac{0.0144^2+0.00109^2}{3}}=0.00481$
4	0.025	$\frac{0.025}{\sqrt{3}}=0.0144$	$\frac{2.1\times 10^{-4}\times 3\times 4}{\sqrt{3}}=0.00145$	$\sqrt{\frac{0.0144^2+0.00145^2}{4}}=0.00362$

$$u_{\text{rel}}(\text{曲线配制}) = \sqrt{u_{\text{rel}}(\rho)^2 + u_{\text{rel}}(\text{标液稀释})^2} \\ = \sqrt{0.0035^2 + 0.0171^2} = 0.0175$$

2.2.5 最小二乘法拟合标准曲线校准产生的不确定度

将 0、5、10、20、30、40 $\mu\text{g/L}$ 系列标准溶液进行测试, 每个浓度测试 3 次, 取其平均值, 得到吸光度 A 和质量浓度 C 的关系方程式, 测定结果见表 4, 用最小二乘法拟合的标准曲线方程: $A=0.0028C+0.0011$, $r^2=0.9991$

表 4 标准曲线的测定结果
Table 4 Determination of the standard curve

浓度 $C/(\mu\text{g/L})$	吸光度 A_1	吸光度 A_2	吸光度 A_3	平均吸光度 A
0	0.0015	0.0020	0.0019	0.0018
5	0.0141	0.0149	0.0143	0.0144
10	0.0280	0.0292	0.0286	0.0286
20	0.0561	0.0551	0.0555	0.0556
30	0.0864	0.0872	0.0869	0.0868
40	0.1102	0.1119	0.1116	0.1112

则拟合曲线的偏差为:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bC_i)]^2}{n-2}} = 0.00145$$

$$u_{(\text{曲线})} = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}} = 0.219 \mu\text{g/L}$$

$$u_{\text{rel}}(\text{曲线}) = \frac{0.219}{8.5} = 0.0258$$

式中: n 为拟合曲线测定的点数, $n=18$;

a 为拟合曲线截距, $a=0.0011$;

b 为拟合曲线斜率, $b=0.0028$;

C_i 为各标准溶液的浓度值;

A_i 为各标准溶液的吸光值;

P 样品测量次数, $P=10$;

C 样品测定的平均值, $C=8.5 \mu\text{g/L}$;

$\bar{C}$ 标准曲线各点浓度的平均值, $\bar{C}=17.5 \mu\text{g/L}$ 。

2.2.6 原子吸收光谱仪引入的不确定度

由原子吸收分光光度计校准证书可知, 石墨炉的扩展不确定度为: $U=0.1\%$, $k=2$, 则

$$U_{\text{rel}}(\text{仪器}) = U/k = 0.0005$$

合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(\text{Rec}) + u_{\text{rel}}^2(\text{定容}) + u_{\text{rel}}^2(\text{曲线配制}) + u_{\text{rel}}^2(\text{曲线拟合}) + u_{\text{rel}}^2(\text{仪器})} \\ = \sqrt{0.00182^2 + 0.0173^2 + 0.00121^2 + 0.0175^2 + 0.0257^2 + 0.0005^2} \\ = 0.0357$$

合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(X) = 0.17 \times 0.0357 = 0.00607 \text{ mg/kg}$$

取包含概率 $P=95\%$, 包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U = k \times u_{\text{rel}}(X) = 2 \times 0.00607 = 0.012 \text{ mg/kg}$$

全自动石墨加热消解-石墨炉原子吸收法测定麦苗粉中铅含量的测量结果表示为:

$$(0.17 \pm 0.01) \text{ mg/kg}, k=2。$$

3 结论与讨论

本研究对 6 个不确定度来源进行了评定, 比较其对总不确定度的相对贡献, 依次为: 曲线拟合 > 曲线配制 > 样品前处理(回收率) > 样品称量 > 前处理液定容 > 仪器校准。其中仪器校准引入的不确定度最小, 基本可忽略不计; 对总不确定度贡献最大的是: 曲线拟合、曲线配制、样品前处理(回收率)。

因此, 在检测过程中, 为提高数据准确性应重点关注以下方面: (1) 按要求计量设备, 确保检测设备的稳定性和准确性; (2) 在配制工作曲线时, 使用精度较高的移液管容量瓶, 以及提高操作技能; (3) 样品前处理要根据不同产品特点, 适当调整消解过程和添加试剂量, 确保目标物损失, 提高回收率。

随着检测技术、检测设备、检测要求的逐渐提高, 不确定度也将不断被深入研究, 不确定的评定和应用将会更加受到重视。同时, 不确定的评定和应用也将使检测数据更加准确可靠, 对实验室开展质量控制和提高实验室检测数据准确性具有重要意义。

参考文献

- [1] 曹秀珍, 曾婧. 我国食品中铅污染状况及其危害[J]. 公共卫生与预防医学, 2014, 25(6): 77-79.
- CAO XZ, ZENG J. The pollution situation and harm of lead in food in China [J]. J Publ Health Prev Med, 2014, 25(6): 77-79.
- [2] BEHBAHANI M, HASSANLOU PG, AMINI MM, et al. Application of solvent-assisted dispersive solid phase extraction as a new, fast, simple and reliable preconcentration and trace detection of lead and cadmium ions in fruit and water samples [J]. Food Chem, 2015, (187): 82-88.
- [3] LI XL. Determination of lead and cadmium in soil by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. World Nonferrous Metals, 2018, (1): 245-247.
- [4] 游勇, 鞠荣. 重金属对食品的污染及其危害[J]. 环境, 2007, (2): 102-103.

- YOU Y, JU R. The pollution and harm of food by heavy metals [J]. Environment, 2007, (2): 102–103.
- [5] 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–Maximum levels of contaminants in foods [S].
- [6] CNAS–GL06: 2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS–GL 006: 2019 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [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] 李倩. 浅谈测量不确定度的意义及其在实验室质量管理中的应用[J]. 科技创新与应用, 2015, (14): 176–177.
LI Q. The significance of measurement uncertainty and its application in laboratory quality management [J]. Technol Innov Appl, 2015, (14): 176–177.
- [9] GB 5009. 12–2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定[S].
GB 5009. 12–2017 National food safety standard–Determination of lead in foods [S].
- [10] 冯文燕, 王淞, 全亚男. 原子吸收光谱法测定食品接触用纸中的铅不确定度评定[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(19): 158–161.
FENG WY, WANG S, TONG YN. Uncertainty analysis of plumbum determination in food contact paper by atomic absorption spectrometry [J]. Food Res Dev, 2018, 39(19): 158–161.
- [11] 辜忠春, 姚胜海, 杨柳, 等. 原子吸收法测定金银花中铜的不确定度分析[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(7): 110–114.
GU ZC, YAO SH, YANG L, *et al.* Evaluation of uncertainty for determination of copper in *Lonicera japonica* flos by FAAS [J]. Food Res Dev, 2017, 38(7): 110–114.
- [12] 李海星, 段亚军, 马海军, 等. 原子吸收光谱法检测含乳饮料中铜的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(1): 286–289.
LI HX, DUAN YJ, MA HJ, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of copper in milk beverage by atomic absorption spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(1): 286–289.
- [13] 赵全东, 王文兰, 郭军. 微波消解–石墨炉原子吸收光谱法测定水产品中铅的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(15): 3927–3931.
ZHAO QD, WANG WL, GUO J. Uncertainty evaluation for the determination of lead content in aquatic products by microwave digestion–graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(15): 3927–3931.
- [14] JJG 1036–2008 电子天平[S].
JJG 1036–2008 Electronic balance [S].
- [15] JJG 196–2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196–2006 Working glass container [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介

翟硕莉, 讲师, 主要研究方向为食品
质量营养与食品安全。
E-mail: zsl811210@163.com