

氢化物原子荧光法测定大米中总砷含量的 不确定度评定

黄赤忠, 李枝明*, 刘贤标

[国家油茶产品质量监督检验中心(江西), 赣州 341000]

摘要: **目的** 评定氢化物原子荧光法测定大米中总砷含量的不确定度。**方法** 依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度的评定与表示》和 CNAS—GL006: 2019《化学分析中不确定度的评估指南》, 样品经硝酸-高氯酸-硫酸消解, 硫脲-抗坏血酸还原测定总砷含量。同时分析检测过程中的不确定度来源, 计算相对标准合成不确定度, 最终得到大米中总砷的扩展不确定度。**结果** 当大米中总砷含量为 0.144 mg/kg 时, 在 95% 的置信区间下, 扩展不确定度为 0.012 mg/kg ($k=2$)。**结论** 采用氢化物原子荧光法测定时, 不确定度的主要来源为样品消解、标准溶液的配制及测量重复性所产生的不确定度。

关键词: 大米; 总砷; 氢化物原子荧光法; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of total arsenic content in rice by hydride atomic fluorescence method

HUANG Chi-Zhong, LI Zhi-Ming*, LIU Xian-Biao

[The State Center of Quality Supervision and Inspection for Camellia Oil Products (Jiangxi), Ganzhou 341000, China]

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for determination of total arsenic content in rice by hydride atomic fluorescence method. **Methods** According to JJF 1059.1—2012 *Measurement uncertainty evaluation and expression* and CNAS—GL 006: 2019 *Evaluation guide for uncertainty in chemical analysis*, the sample was digested by nitric acid-perchloric acid-sulfuric acid, reduced by thiourea-ascorbic acid, and then determined the total arsenic content. The uncertainty source in the detection process was analyzed, the relative standard synthetic uncertainty was calculated, and finally the expanded uncertainty of total arsenic in rice was obtained. **Results** When the total arsenic content in rice was 0.144 mg/kg, and the expanded uncertainty was 0.012 mg/kg ($k=2$) at the 95% confidence interval. **Conclusion** The uncertainty measured by hydride atomic fluorescence method mainly comes from sample digestion, standard solution preparation and measurement repeatability.

KEY WORDS: rice; total arsenic; hydride atomic fluorescence method; uncertainty

0 引言

砷是一种广泛存在于自然界的类金属元素, 有研究表明, 砷在土壤无机污染物中居第三位^[1]。在大气沉降、

微生物代谢等作用下, 砷在自然环境中参与整个地球内部循环, 尤其是农药使用、矿产开采等人类生产活动, 更是加剧了整个循环过程。土壤中的砷元素很容易被生物富集, 尤其是对于水稻来说。水稻根部对砷元素很敏感, 在受污

*通信作者: 李枝明, 助理工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: 895826568@qq.com

*Corresponding author: LI Zhi-Ming, Assistant Engineer, the State Center of Quality Supervision and Inspection for Camellia Oil Products (Jiangxi), Ganzhou 341000, China. E-mail: 895826568@qq.com

染的土壤中极容易吸收土壤中的砷^[2-3]。大米作为我国主要的粮食之一,砷含量超标对人体将产生巨大影响。砷在进入人体后将影响细胞中酶的活性,进而影响人的新陈代谢,在人体积蓄后会起不同程度的砷中毒现象,轻者表现为皮肤干燥、角质化严重等皮肤损害,重者表现为肾脏、肝脏、神经系统、消化系统等功能的受损^[3-5]。因此对大米中总砷含量进行准确检测具有重要意义。

目前,测定总砷的常用方法有氢化物原子荧光法^[6]、电感耦合等离子体质谱法^[7]、X 荧光光谱法^[8]、紫外可见分光光谱法^[9]、电化学法^[10]、化学发光法^[11]、原子吸收光谱法^[12]、电感耦合等离子体发射光谱法^[13]等。氢化物原子荧光法相对电感耦合等离子体质谱法成本低廉,抗干扰程度强^[14],同时克服了传统方法的高检出限、操作烦琐的缺点,成为了快速的痕量分析技术。微波消解前处理技术虽然成熟但是无法满足大批量的检测需求,湿法消解作为经典的前处理方法,结合氢化物原子荧光可以有效地对大批量样品进行筛查。

测量不确定度是根据所用到的信息,表征赋予被测量量值分散性的非负参数^[15]。测量不确定度对实验室检测质量提升具有重大的意义,评定测量结果的不确定度一方面可以识别日常检测工作存在的差错,另一方面可以减轻检验人员与检测机构的风险性,尤其是当检测结果处于临界值时。在日常能力验证及实验室间比对时,不确定度使不同众多测量数据具有可比性^[16]。对于同一个被检测的样品,不同实验室、不同人员之间的不确定度大小,体现了不同实验室、不同人员的检验水平,测量结果的不确定度越小,人员及实验室检测水平则越强,检测结果的认可度越高^[17]。

本研究依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度的评定与表示》^[15]和 CNAS—GL006: 2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[18]中测量不确定度的评定步骤,以鱼骨图分析整个检测过程,得到影响不确定度结果的各个分量。采用湿法消解对大米样品进行处理,同时利用大米标准物质对检测过程进行质量控制,分析整个检测过程后,对检测结果进行不确定度评定。该不确定度评定研究可以保证检测结果的有效性,以期在日常检测工作中得到更好的应用,同时可以为氢化物原子荧光法测定大米中总砷含量的不确定度评定提供参考。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

LC-AFS 9561 液相原子荧光联用仪(北京海光仪器有限公司); AR224CN 电子天平(奥豪斯仪器有限公司); EDA-600 石墨电热板(成都雷恩普创仪器有限公司); Milli-Q 超纯水机(美国 Millipore 公司); 砷标准溶液(GSB

04-1714-2004, 1000 $\mu\text{g/mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 硼氢化钾、硫脲(分析纯)、氢氧化钾、盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸、抗坏血酸(优级纯)(国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品消解

称取大米样品 1.0000 g, 置于 100 mL 锥形瓶中。加入硝酸-高氯酸(9:1, V:V)20 mL, 硫酸 1.25 mL, 室温放置过夜。次日从低温开始加热, 若消化过程出现棕褐色, 再补加少量硝酸, 直至消化液呈无色或微黄色。持续加热蒸发至高氯酸的白烟散尽, 硫酸的白烟开始冒出。冷却, 加水 25 mL, 再蒸发至冒硫酸白烟。冷却, 用水将样品溶液转入 25 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 硫脲+抗坏血酸溶液(100 g/L), 补加水至刻度, 混匀, 放置 30 min 后测量。按照同一方法做 2 份空白实验^[19]。

1.2.2 标准溶液的配制

采用单标线移液管吸取 10 mL(V_1)砷标准溶液 1000 $\mu\text{g/mL}$ (C_0)于 100 mL(V_2)容量瓶, 加入 5 mL 盐酸, 用超纯水定容至刻度, 配制成 100 $\mu\text{g/mL}$ 砷标准溶液。吸取 10 mL(V_3)砷标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)于 100 mL(V_4)容量瓶, 加入 5 mL 盐酸, 用超纯水定容至刻度, 配制成 10 $\mu\text{g/mL}$ 砷标准溶液。吸取 10 mL(V_5)砷标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$)于 100 mL(V_6)容量瓶, 加入 5 mL 盐酸, 用超纯水定容至刻度, 配制成 1 $\mu\text{g/mL}$ 砷标准溶液。吸取 10 mL(V_7)砷标准溶液(1 $\mu\text{g/mL}$)于 100 mL(V_8)容量瓶, 加入 5 mL 盐酸, 用超纯水定容至刻度, 配制成 100 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液。吸取 10 mL(V_9)砷标准溶液(100 $\mu\text{g/L}$)于 100 mL(V_{10})容量瓶, 加入 5 mL 盐酸, 加入 8 mL 硫脲-抗坏血酸溶液, 用超纯水定容至刻度, 配制成 10 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液。测定样品中总砷含量用标准溶液浓度为 0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 $\mu\text{g/L}$, 绘制工作曲线时仪器自动进样器从 10 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液中稀释。

1.2.3 仪器工作参数

液相原子荧光联用仪工作参数见表 1。

表 1 液相原子荧光联用仪工作参数
Table 1 Parameters of liquid phase atomic fluorescence spectrometer

参数名称	液相原子荧光联用仪参数	参数名称	液相原子荧光联用仪参数
灯电流	60 mA	负高压	290 V
原子化器高度	8 mm	载气流量	400 mL/min
屏蔽器流量	800 mL/min	读数时间	9 s
延迟时间	3 s	进样方式	自动

1.2.4 样品检测结果

按 1.2.1 对 6 个平行样消解后测定总砷含量, 结果见表 2。

表 2 样品测量值
Table 2 Detection values of sample

元素	测量值/(mg/kg)						平均值
砷(As)	0.1486	0.1431	0.1428	0.1437	0.1397	0.1493	0.1445

2 结果与分析

2.1 不确定度的数学模型及来源分析

大米中总砷含量的不确定度评定数学模型见公式(1)。

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

式中 X —大米中总砷测量结果, mg/kg;

C —扣除样品空白后待测溶液中总砷的浓度, $\mu\text{g/L}$;

V —待测溶液的定容体积, mL;

m —称取样品的质量, g。

依据 JJF 1059.1—2012^[15], 全面分析整个检测过程, 得到总砷来源因果图, 由图 1 可知, 大米中总砷含量的不确定度分量主要有称量样品、测量重复性、样品定容、样品消解、标准曲线拟合及标准溶液配制等, 以上 6 个分量

互不相关。

2.2 不确定度分量的评定与分析

2.2.1 称量样品带来的不确定度

电子天平经检定后使用, 检定证书给出其最大允许误差为 $\pm 0.5 \text{ mg}$, 以均匀分布计, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 则其标准不确定度为:

$$u(m) = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 0.0002887 \text{ g}.$$

相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{0.0002887}{1.0000} = 0.0002887.$$

2.2.2 样品消解引入的不确定度

称取 6 份编号为 GBW 10043 的大米国家标准物质, 按照 1.2.1 步骤消解后测定。样品前处理过程中可能带来污染或损失等, 使得样品中砷不完全或超量进入到待测液中。样品消解带来的不确定度按照 JJF 1059.1—2012^[15]计算。回收率的计算公式为式(2)。

$$R_i = \frac{X_i}{X_s} \times 100\% \quad (2)$$

其中: X_i —大米标准物质各次总砷测量值;

X_s —大米标准物质总砷含量标准值, $X_s = 0.114 \text{ mg/kg}$ 。

大米标准物质测量值和回收率见表 3。

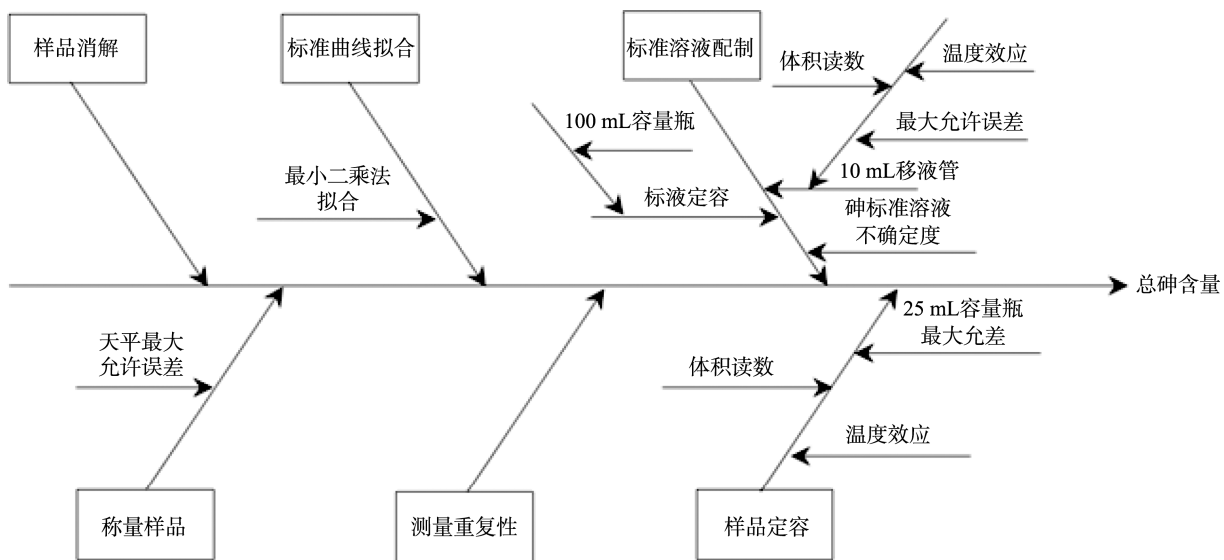


图 1 总砷含量测量不确定度来源

Fig.1 Source of uncertainty in measurement of total arsenic content

表 3 标准物质测量值和回收率
Table 3 Measurements and recoveries of reference materials

项目	测量值/(mg/kg)						平均值
As	0.1153	0.1121	0.1093	0.1195	0.1067	0.1117	0.1124
回收率/%	102.5497	99.7035	97.2132	106.2852	94.9007	99.3478	98.6257

按照均匀分布计, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 样品消解引入的标准不确定度为:

$$u(p) = \frac{[\max(R_i) - \min(R_i)]/2}{\sqrt{3}} = 3.2413\%。$$

其相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(p) = \frac{u(p)}{R} = 0.03286。$$

2.2.3 标准溶液配制引入的不确定度

标准溶液的配制过程见 1.2.2。

①砷标准溶液的相对标准不确定度

砷标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)证书中给出其相对扩展不确定度 U 为 0.7%($k=2$), 即砷标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c_0) = \frac{U}{k} = 0.0035。$$

②10 mL 单标线移液管的相对标准不确定度

移液管最大允差引入的不确定度: 根据 JJG 196—2006《常用玻璃仪器》^[20], 10 mL A 级单标线移液管的允差为 ± 0.020 mL, 以均匀分布计, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 其标准不确定度为:

$$u(V_{10 \text{ mL}}) = \frac{0.020}{\sqrt{3}} = 0.01155 \text{ mL}。$$

温度引起的不确定度: 已知水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 设移液管中水温为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 因此由读数误差引起的容量最大误差为: $2.1 \times 10^{-4} \times (25 - 20) \times 10 = 0.0105$ mL, 按均匀分布进行 B 类评定, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 则温度引起的标准不确定度为:

$$u(V_{\text{水 } 10 \text{ mL}}) = \frac{0.0105}{\sqrt{3}} = 0.006062 \text{ mL}。$$

体积读数引入的不确定度: 用 10 mL 单标线移液管移取超纯水 10 次, 并用天平称量, 得出读数引起的体积的标准偏差为 0.0087 mL。

因此 10 mL 单标线移液管的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{10 \text{ mL}}) = u_{\text{rel}}(V_1) = u_{\text{rel}}(V_3) = u_{\text{rel}}(V_5) = u_{\text{rel}}(V_7) = u_{\text{rel}}(V_9) = \frac{\sqrt{0.01155^2 + 0.006062^2 + 0.0087^2}}{10} = 0.001568。$$

③100 mL 容量瓶的相对标准不确定度

容量瓶最大允差引入的不确定度: 根据 JJG 196—2006^[20], 100 mL A 级容量瓶的允差为 ± 0.10 mL, 以均匀分布计, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 其标准不确定度为:

$$u(V_{100 \text{ mL}}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.05774 \text{ mL}。$$

温度引起的不确定度: 水温在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下, 已知水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 读数误差引起的容量最大误差为: $2.1 \times 10^{-4} \times (25 - 20) \times 100 = 0.105$ mL, 按均匀分布进行 B 类评定, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 则温度引起的标准不确定度为:

$$u(V_{\text{水 } 100 \text{ mL}}) = \frac{0.105}{\sqrt{3}} = 0.06062 \text{ mL}。$$

体积读数引入的不确定度: 用超纯水定容 100 mL 容量瓶 10 次, 并用天平称量, 得出读数引起的体积的标准偏差为 0.012 mL。

因此 100 mL 容量瓶的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{100 \text{ mL}}) = u_{\text{rel}}(V_2) = u_{\text{rel}}(V_4) = u_{\text{rel}}(V_6) = u_{\text{rel}}(V_8) = u_{\text{rel}}(V_{10}) = \frac{\sqrt{0.05774^2 + 0.06062^2 + 0.012^2}}{100} = 0.0008457。$$

④配制 0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液的相对标准不确定度

砷标准溶液浓度为 0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 $\mu\text{g/L}$, 绘制工作曲线时仪器自动进样器从 10 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液中稀释。因仪器说明书中未给出自动进样器的不确定度, 该配制标准溶液过程的相对标准不确定度无法评定。

根据 2.2.3 中①~④, 配制砷标准溶液引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c_1) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c_0) + \sum_{i=1}^{10} u_{\text{rel}}^2(V_i)} = 0.01764。$$

2.2.4 标准曲线的非线性引入的不确定度

样品中砷浓度引入的不确定度 $u(c_2)$ 由标准曲线的最小二乘法拟合求得, 对每个标准点进行 3 次测定后得到对应的仪器响应值, 利用仪器软件得到标准曲线的线性回归方程 $Y=aC+b$, 以及标准曲线的相关系数 r , 结果见表 4。

表 4 标准溶液测定结果
Table 4 Standard solution test results

荧光值 Y	标准溶液浓度/ $(\mu\text{g/L})$					
	0.0	1.0	2.0	4.0	8.0	10.0
Y_1	0	311.458	705.902	1487.351	2943.823	3822.365
Y_2	0	318.361	710.632	1493.308	2957.128	3814.887
Y_3	0	323.075	714.668	1502.308	2978.128	3862.887
平均值	0	317.631	710.401	1494.322	2959.693	3833.380
结果			$Y=382.43C-40.871$		$r=0.99965$	

按仪器作业指导书对处理好的大米样品进行 6 次测量, 样品溶液中砷浓度见表 5。

表 5 样品溶液砷浓度
Table 5 Arsenic concentration in sample solution

测量次数	1	2	3	4	5	6	平均值 \bar{C}
浓度/ $(\mu\text{g/L})$	5.9442	5.7241	5.712	5.7483	5.5882	5.9724	5.7815

大米样品中砷浓度由标准曲线求得, 其浓度引入的不确定度计算过程如公式(3)。

标准溶液响应值残差的标准偏差:

$$S(Y) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [Y_j - (aC_j + b)]^2}{n-2}} = 41.39 \quad (3)$$

其中: n ——标准溶液总的测定次数, $n=18$;

a ——标准曲线斜率, $a=382.43$;

b ——标准曲线截距, $b=-40.871$;

Y_j ——标准溶液响应值测得值;

C_j ——标准溶液浓度值。

标准溶液的平均浓度

$$\bar{C}_{\text{标}} = \frac{\sum_{j=1}^n C_j}{n} = 4.1667 \mu\text{g/L}。$$

标准溶液浓度残差的平方和:

$$S_C = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C}_{\text{标}})^2 = 242.5。$$

从标准曲线上得到大米样品砷浓度过程引入的标准不确定度:

$$u(c_2) = \frac{S(Y)}{a} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{c} - \bar{C}_{\text{标}})^2}{S_C}} = 0.05224 \mu\text{g/L}。$$

其中大米样品总测量次数 $p=6$, 标准溶液总的测定次数 $n=18$, 样品砷浓度平均值 $\bar{c}=5.7815 \mu\text{g/L}$ 。

其相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c_2) = \frac{u(c_2)}{\bar{c}} = 0.009036。$$

2.2.5 测量重复性引入的不确定度

对 6 个平行样消解后测定总砷含量, 结果见表 2。其重复性引入的不确定度按照 A 类进行评定, 即单次测量的标准偏差为:

$$S_X = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = 0.003698 \text{ mg/kg}。$$

则 6 次测量结果的标准不确定度为:

$$u(S) = \frac{S_X}{\sqrt{n}} = 0.001510 \text{ mg/kg}。$$

6 次测量结果的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(S) = \frac{u(S)}{\bar{X}} = 0.01045。$$

2.2.6 样品定容体积引入的不确定度

①容量瓶准确性引入的不确定度

样品进行处理后定容至 25 mL A 级容量瓶, 根据 JJG 196—2006^[20], 25 mL A 级容量瓶(V)的允差为 ± 0.03 mL, 以均匀分布计, 取 k 值 $\sqrt{3}$, 其标准不确定度为:

$$u(V) = \frac{0.03}{\sqrt{3}} = 0.01732 \text{ mL}。$$

②温度引起的不确定度

水温在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下, 已知水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 读数误差引起的容量最大误差为: $2.1 \times 10^{-4} \times (25-20) \times 25 = 0.02625$ mL, 按均匀分布进行 B 类评定, 则温度引起的标准不确定度为:

$$u(V) = \frac{0.02625}{\sqrt{3}} = 0.01516 \text{ mL}。$$

③体积读数引入的不确定度

用天平称量超纯水定容的 25 mL 容量瓶 10 次, 得出读数引起的体积的标准偏差为 0.0096 mL。

根据 2.2.6 中①~③, 样品定容体积引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \frac{\sqrt{0.01732^2 + 0.01516^2 + 0.0096^2}}{25} = 0.0009976。$$

2.3 相对合成标准不确定度

根据 2.2 中各不确定度分量, 得到各不确定度分量的相对标准不确定度, 结果见表 6。

表 6 相对标准不确定度汇总

Table 6 Summary of relative standard uncertainty

不确定度分量	相对标准不确定度 u_{rel}
称量样品	0.0002887
样品消解	0.03286
标准溶液配制	0.01764
标准曲线拟合	0.009036
测量重复性	0.001045
样品定容	0.0009976

各不确定度分量之间互不相关, 则大米中总砷含量的相对合成标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(p) + u_{\text{rel}}^2(c_1) + u_{\text{rel}}^2(c_2) + u_{\text{rel}}^2(S) + u_{\text{rel}}^2(V)} = 0.03979。$$

大米样品中总砷含量的合成标准不确定度:

$$u(X) = u_{\text{rel}}(X) \times \bar{X} = 0.005749 \text{ mg/kg}。$$

2.4 扩展不确定度及结果表示

在 95% 的置信概率下, 包含因子 $k=2$, 则有扩展不确定度为:

$$U = k \times u(X) = 0.012 \text{ mg/kg}。$$

因此, 该方法测定大米中总砷的含量为:

$$X = (0.144 \pm 0.012) \text{ mg/kg}。$$

3 结论

本次大米样品中总砷含量为 0.144 mg/kg, 其扩展不确定度为 0.012 mg/kg ($k=2$)。在实验过程中, 称量、消解、定容、测定等步骤均会有不确定度的引入。通过计算发现, 本研究中样品消解引入的不确定度最大, 其次为标准曲线的配制及测量重复性。因此, 在日常的检测过程中需要注意优化前处理方法, 以便有更好的样品消解效果, 同时提升检测人员的实验操作技能, 减少因重复性较差带来的不确定度, 从而使测量结果更加准确。

参考文献

- [1] 陈强. 砷的危害及其污染治理技术[J]. 福建农业科技, 2017, (6): 67-69.
CHEN Q. Arsenic hazards and its pollution control technology [J]. Fujian Agric Sci Technol, 2017, (6): 67-69.
- [2] 侯双迪, 王鑫, 邵娟娟, 等. 食品中重金属砷的危害及其检测方法[J]. 农产品加工, 2017, (7): 39-40, 43.
HOU SD, WANG X, SHAO JJ, et al. Heavy metal arsenic harmfulness in food and detection methods [J]. Farm Prod Process, 2017, (7): 39-40, 43.
- [3] ZHU YG, YOSHINAGA M, ZHAO FJ, et al. Earth abides arsenic biotransformations [J]. Annu Rev Earth Planet Sci, 2014, 42(1): 443-467.
- [4] WU C, WANG QL, XUE SG, et al. Do aeration conditions affect arsenic and phosphate accumulation and phosphate transporter expression in rice

- (*Oryza sativa* L.)? [J]. *Environ Sci Pollut Res*, 2018, 25(1): 43–51.
- [5] 黄秋婵, 韦友欢, 吴颖珍. 砷污染对人体健康的危害效应研究[J]. *微量元素与健康研究*, 2009, 26(4): 65–67.
HUANG QC, WEI YH, WU YZ. Study on the health of the human body of arsenic pollution [J]. *Stud Trace Elem Health*, 2009, 26(4): 65–67.
- [6] 李逸纯, 伍莹, 续颖, 等. 氢化物发生原子荧光光谱法测定食品中总砷[J]. *现代食品*, 2020, (11): 218–220.
LI YC, WU Y, XU Y, *et al.* Determination of total arsenic in food by hydride generation atomic fluorescence spectrometry [J]. *Mod Food*, 2020, (11): 218–220.
- [7] GB 5009.268—2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定[S].
GB 5009.268—2016 National food safety standard-Determination of multiple elements in food [S].
- [8] 周衡刚, 朱克卫, 徐正华, 等. 悬浮液进样-全反射 X 射线荧光光谱法测定进口鱼粉中的铬、砷、汞、铅含量[J]. *饲料研究*, 2020, 43(10): 98–100.
ZHOU HG, ZHU KW, XU ZH, *et al.* Determination of chromium, arsenic, mercury and lead in imported fish meals by total reflection X-Ray fluorescence spectrometry using suspension sampling [J]. *Feed Res*, 2020, 43(10): 98–100.
- [9] GB/T 5750.6—2006 生活饮用水标准检验方法 金属指标[S].
GB/T 5750.6—2006 Standard examination methods for drinking water-Metal parameters [S].
- [10] 段玉林, 张少梅, 温韬, 等. 阳极溶出伏安法测定饮用水中镉、铅、铜、砷[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(12): 4110–4114.
DUAN YL, ZHANG SM, WEN T, *et al.* Determination of cadmium, lead, copper and arsenic in drinking water by anodic stripping voltammetry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(12): 4110–4114.
- [11] 曹姝萍. 新型电致化学发光探针用于汞/砷离子检测研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2020.
CAO SP. Study on novel electrochemiluminescence probe for mercury/arsenic ion detection [D]. Nanchang: Nanchang University, 2020.
- [12] 邓锐. 粮食检测中重金属检测技术研究进展[J]. *现代食品*, 2019, (1): 20–21, 25.
DENG R. Research progress of heavy metals detection technology in food detection [J]. *Mod Food*, 2019, (1): 20–21, 25.
- [13] SN/T 3827—2014 进出口化妆品中铅、镉、砷、汞、锑、铬、镍、钡、锶含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法[S].
SN/T 3827—2014 Determination of lead, cadmium, arsenic, mercury, antimony, chrome, nickel, barium and strontium in cosmetics for import export-ICP-OES method [S].
- [14] 李冰, 周剑雄, 詹秀春. 无机多元素现代仪器分析技术[J]. *地质学报*, 2011, 85(11): 1878–1916.
LI B, ZHOU JX, ZHAN XC. Modern instrumental analysis technology of inorganic multi-elements [J]. *Acta Geol Sin*, 2011, 85(11): 1878–1916.
- [15] 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].
- [16] 臧慕文. 分析测试不确定度的评定与表示(I)[J]. *分析实验室*, 2005, (11): 79–84.
ZANG MW. Evaluation and expression of uncertainty for chemical analysis and measurement [J]. *Chin J Anal Lab*, 2005, (11): 79–84.
- [17] 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.
- [18] CNAS—GL006: 2019 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2019.
CNAS—GL006: 2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [M]. Beijing: China Metrology Press, 2019.
- [19] 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 standard-Determination of total arsenic and inorganic arsenic in food [S].
- [20] JJG 196—2006 常用玻璃仪器[S].
JJG 196—2006 Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



黄赤忠, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 1042264539@qq.com



李枝明, 助理工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 895826568@qq.com