

原子吸收法测定泡菜中铅含量的不确定度评定

董喆, 李梦怡, 张会亮, 项新华, 曹进*

(中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

摘要: **目的** 采用原子吸收法对泡菜中铅含量进行测定不确定度评定。**方法** 对泡菜中铅含量测定过程中各影响因素, 包括称量、标准溶液配制、微波消解过程、仪器、标准曲线拟合等进行分析评定。**结果** 该方法检测泡菜中铅的合成不确定度为 3.02%, 扩展不确定度为 6.04%。本实验测定的泡菜中铅含量结果为 (2.46 ± 0.15) mg/kg ($P=95\%$, $k=2$)。**结论** 本实验的不确定度主要由微波消解过程、标准曲线拟合和仪器允差引入。

关键词: 原子吸收; 不确定度评定; 铅

Uncertainty evaluation for determination of lead in pickled vegetables by atomic absorption spectrometry

DONG Zhe, LI Meng-Yi, ZHANG Hui-Liang, XIANG Xin-Hua, CAO Jin*

(National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty in determination of lead in pickled vegetables by atomic absorption spectrometry (AAS). **Methods** The uncertainty caused by various factors in the whole process of determination was analyzed, including weighing, solution preparation, microwave digestion, the apparatus and calibration fitting. **Results** The synthetic uncertainty in determination of lead in pickled vegetables was 3.02% and the expanded uncertainty was 6.04%. The content of lead in pickled vegetables was (2.46 ± 0.15) mg/kg ($P=95\%$, $k=2$). **Conclusion** The uncertainty of this method is mainly caused by microwave digestion, calibration fitting and AAS error.

KEY WORDS: atomic absorption spectrometry; uncertainty evaluation; lead

1 引言

(测量)不确定度 [uncertainty (measurement)]是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^[1]。任何测量都不可避免地引入一定的不确定度^[2], 而检测方法的不确定度大小表征了实验室的测量水平。对检测方法进行不确定度评估既是国家计量技术规范中的规定, 也是确定测量结果科学、有效性的保证^[3-5]。

铅是世界卫生组织明确要求严加控制的有毒金属, 具有生物蓄积性、持久性和不可逆性, 会对人体肝、肾功能造成一定危害^[6-9]。GB 5009.12-2010^[10]是我国食品中铅含量测定的标准检验方法。然而检测方法处于不同实验环境, 由于仪器设备、人员操作等因素影响, 会引入一定的不确定度^[11-13]。为保证测定的科学、有效性, 本实验对石墨炉原子吸收法测定泡菜中铅含量进行不确定度评定。

*通讯作者: 曹进, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: caojin@gmail.com

*Corresponding author: CAO Jin, Researcher, National Institutes for Food and Drug Control, No 2, Tiantanxili, Dongcheng District, Beijing 100050, China. E-mail: caojin@gmail.com

2 材料与方法

2.1 材料、仪器与试剂

测试样品泡菜为 APLAC 提供的国际实验室间能力验证样品, 泡菜经冷冻干燥、研磨后呈均匀的粉末状。

硝酸(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 30%双氧水(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 铅单元素标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 批号: 11032, 中国计量科学研究院)。

Thermo ICE 3500 原子吸收分光光度计(美国赛默飞科技有限公司); MARS-express 微波消解仪(美国 CEM 公司)。

2.2 样品处理过程

精密称取约 0.5 g 样品于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内, 然后加 7 mL 硝酸、1 mL 双氧水, 按推荐消解程序进行微波消解, 见表 1。消解完毕后, 取出消解罐放入赶酸器中, 125 $^{\circ}\text{C}$ 赶酸至近干。用超纯水定容至 25 mL, 溶液稀释 4 倍后, 用石墨炉原子吸收进行测定。

表 1 微波消解程序
Table 1 Microwave digestion program

步骤	功率(W)	升温时间(min)	温度($^{\circ}\text{C}$)	保持时间(min)
1	800	05:00	120	03:00
2	800	06:00	150	02:00
3	800	06:00	180	20:00

2.3 标准曲线的绘制

精密量取 1.0 mL 质量浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准溶液至 100 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol/L 硝酸定容, 作为铅标准储备使用液; 精密移取 0.20 mL 铅标准储备使用液至 100 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol/L 硝酸定容, 作为铅标准使用液。采用原子吸收分光光度计的单标液在线稀释功能, 自动配制浓度为 0、4、8、12、16、20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准曲线各浓度点。按仪器操作程序, 在扣除背景吸收下测定吸光度, 计算回归方程。

2.4 结果计算的数学模型

样品中铅含量计算公式为:

$$\omega_{(\text{Pb})} = \frac{\rho \times V \times f}{1000 \times m}$$

其中: $\omega_{(\text{Pb})}$ ——样品中铅的含量, $\mu\text{g}/\text{g}$;

ρ ——扣除空白后试样中铅的含量, $\mu\text{g}/\text{L}$;

V ——定容体积, mL;

m ——试样的质量, g;

f ——稀释倍数;

3 不确定度的评定

3.1 不确定度的来源

按检验步骤, 分步分析不确定度来源如下。

3.1.1 样品制备过程引入的不确定度

包括样品及称量过程中引入的不确定度; 定容过程引入的不确定度; 样品消化过程引入的不确定度。

3.1.2 标准溶液配制过程引入的不确定度

包括标准储备液的不确定度; 稀释过程引入的不确定度; 通过可调式移液器、容量瓶体积允差、定容时温度变化和多步稀释的合成不确定度。

3.1.3 标准曲线引入的不确定度

主要为最小二乘法拟合标准曲线, 用于检测样品浓度时引入的不确定度。

3.1.4 样品测试引入的不确定度

仪器检测时产生的不确定度。

3.2 各分量不确定度的分析及计算

3.2.1 样品制备过程引入的不确定度

3.2.1.1 称量

本实验称量准确至 0.0001 g, 使用天平为计量检定合格。由天平仪器厂商得知, 该准确级别天平的最大允差为 ± 0.0005 g, 按天平引起的不确定度呈均匀分布, 得:

$$u(m) = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 0.000289 \text{ g}$$

样品质量是由 2 次称量(去皮和称样)所得。称样量为 0.5000 g, 则在样品称量过程中, 由天平引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{\sqrt{2} \times u(m)}{0.5000} = 0.0816\%$$

3.2.1.2 定容

(1)容量允差引入的不确定度

20 $^{\circ}\text{C}$ 时, 25 mL A 级容量瓶的容量允差为 ± 0.03 mL^[14], 取均匀分布, 则 $K = \sqrt{3}$, 试液定容时引入的相对标准不确定度为:

$$u(25 \text{ mL}) = \frac{0.030}{\sqrt{3}} = 0.0173 \text{ mL}$$

(2) 温度引入的不确定度

水的膨胀系数为 2.1×10^{-4} , 由于实验室通过空调调节温度, 故可设温度变化在 ± 3 °C 以内。在此温度变化范围内, 可忽略容量瓶的膨胀系数, 仅考虑液体体积变化引起的不确定度。25 mL 容量瓶引起的体积变化为:

$$\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 25 \times 3) = \pm 0.0158 \text{ mL}$$

取 ± 3 °C 温度变化呈正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t1} = \frac{0.0158 \text{ mL}}{1.96} = 0.0081 \text{ mL}$$

测试溶液定容过程引入的合成标准不确定度为:

$$u(d_1) = \sqrt{u(25 \text{ mL})^2 + u_t^2} = \sqrt{0.0173^2 + 0.0081^2} = 0.0191 \text{ mL}$$

则相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(d_1) = \frac{u(d)}{V(25 \text{ mL})} = \frac{0.0191 \text{ mL}}{25 \text{ mL}} = 0.076\%$$

3.2.1.3 样品稀释引入的不确定度

(1) 可调移液器导致的不确定度

本实验使用 5 mL 可调移液器, 且经计量检定合格, 5 mL 量程的容量允差为 $\pm 1.0\%$ ^[15], 取溶液 2.50 mL, 定容至 10 mL 容量瓶中, 按均匀分布, 则移液器引入的不确定度为:

$$u(V_{移}) = \frac{2500 \text{ uL} \times 1.0\%}{\sqrt{3}} = 14.43 \text{ }\mu\text{L}$$

实验过程中, 温度变化在 ± 3 °C 以内, 则由 5 mL 移液器引起的体积变化为:

$$\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 2500 \times 3) = \pm 1.575 \text{ }\mu\text{L}$$

取正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t2} = \frac{1.575}{1.96} = 0.80 \text{ }\mu\text{L}$$

合成标准不确定度为:

$$u(2.5 \text{ mL}) = \sqrt{u(V_{移})^2 + u_{t2}^2} = \sqrt{14.43^2 + 0.80^2} = 14.45 \text{ }\mu\text{L}$$

相对合成标准不确定度为:

$$u_{rel}(2.5 \text{ mL}) = \frac{14.45 \text{ }\mu\text{L}}{2500 \text{ uL}} = 0.578\%$$

(2) 容量允差引入的不确定度

20 °C 时, 10 mL A 级容量瓶的容量允差为 ± 0.03 mL, 取均匀分布, 则 $K=\sqrt{3}$, 试液定容时引入的相对标准不确定度为:

$$u(10 \text{ mL}) = \frac{0.030}{\sqrt{3}} = 0.0173 \text{ mL}$$

水的膨胀系数为 2.1×10^{-4} , 由于实验室通过空调调节温度, 故可设温度变化在 ± 3 °C 以内, 不考虑容量瓶的膨胀系数, 只考虑液体体积变化引起的不确定度。10 mL 容量瓶引起的体积变化为: $\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 3) = \pm 0.0063 \text{ mL}$, 取 ± 3 °C 温度变化呈正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t1} = \frac{0.0063 \text{ mL}}{1.96} = 0.0032 \text{ mL}$$

样品稀释定容过程引入的合成标准不确定度为:

$$u(d_2) = \sqrt{u(100 \text{ mL})^2 + u_{t3}^2} = \sqrt{0.0173^2 + 0.0032^2} = 0.0179 \text{ mL}$$

则相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(d_2) = \frac{u(d_2)}{V(10 \text{ mL})} = \frac{0.0179 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} = 0.179\%$$

样品稀释引入的合成相对不确定度为:

$$u_{rel}(I_{稀}) = \sqrt{u_{rel}(2.5 \text{ mL})^2 + u_{rel}(d_2)^2} = \sqrt{0.578\%^2 + 0.179\%^2} = 0.605\%$$

3.2.1.4 样品消化过程引入的不确定度

样品在消解过程中由于消化不完全以及赶酸和定容的损失会造成样品中的铅不能 100% 进入到测定液中。本法测定铅的消解回收率在 92.8%~101.7% 之间, 标准不确定度采用平均值的标准差公式计算:

$$u(rec) = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{3.1\%}{\sqrt{6}} = 1.26\%$$

$$u_{rel}(rec) = \frac{u(rec)}{rec} = 1.30\%$$

精密称取约 0.5 g 样品, 于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内, 加入 5 mL 10 $\mu\text{g/L}$ 的铅标准溶液, 以下操作同 2.2。本次实验的加标回收率结果见表 2。

根据统计学 t 方法公式计算, 判断偏差是否显著:

$$t = \frac{|\overline{rec} - 1|}{u(rec)} = \frac{|0.973 - 1|}{0.0126} = 2.138$$

95% 置信度, $n-1=5$ (n 为平均回收率的测试次数) 自由度的双边临界值 t_c 为 2.571。本例中 $t < t_c$, 表明回收率 (rec) 与 1.0 没有显著性差异, 所以, 由消解不完全引入的不确定度, 不需进行修饰。

故样品制备过程中引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(I) = \sqrt{u_{rel}(m)^2 + u_{rel}(d)^2 + u_{rel}(I_{稀})^2 + u_{rel}(rec)^2} = \sqrt{0.0816\%^2 + 0.076\%^2 + 0.605\%^2 + 1.30\%^2} = 1.438\%$$

表2 加标回收率结果
Table 2 Results of recovery

序号	称量(g)	样品中铅含量(μg)	加标后铅的含量(μg)	加标量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)及标准偏差
1	0.5589	0.1079	0.1575	0.05	99.3	
2	0.5597	0.1080	0.1544	0.05	92.8	
3	0.5069	0.0978	0.1458	0.05	95.9	97.3
4	0.5585	0.1078	0.1568	0.05	98.0	$SD=3.1\%$
5	0.5075	0.0979	0.1459	0.05	96.0	
6	0.5756	0.1111	0.1620	0.05	101.7	

3.2.2 标准使用溶液配制过程引入的不确定度

3.2.2.1 标准溶液的不确定度

铅标准溶液(GBW08619)由中国计量科学研究院提供,质量浓度为 $1000 \mu\text{g/mL}$,标准证书给出的扩展不确定度($K=2$)为 $2 \mu\text{g/mL}$,则 $u(c)=1 \mu\text{g/mL}$,相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c) = \frac{1 \mu\text{g/mL}}{1000 \mu\text{g/mL}} = 0.1\%$$

3.2.2.2 稀释过程引入的不确定度

第一步稀释引入的不确定度:

(1)可调移液器导致的不确定度

本实验使用 1 mL 可调移液器,且经计量检定合格, 1 mL 量程的容量允差为 $\pm 1.0\%$,按均匀分布,则移液器引入的不确定度为:

$$u(V_{\text{移}}) = \frac{1000 \mu\text{L} \times 1.0\%}{\sqrt{3}} = 5.77 \mu\text{L}$$

温度变化在 $\pm 3^\circ\text{C}$ 以内, 1 mL 移液器引起的体积变化为: $\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 1000 \times 3) = \pm 0.63 \mu\text{L}$;

取正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t2} = \frac{0.63 \mu\text{L}}{1.96} = 0.32 \mu\text{L}$$

合成标准不确定度为:

$$u(1 \text{ mL}) = \sqrt{u(V_{\text{移}})^2 + u_{t2}^2} = \sqrt{5.77^2 + 0.32^2} = 5.78 \mu\text{L}$$

相对合成标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(1 \text{ mL}) = \frac{5.78 \mu\text{L}}{1000 \mu\text{L}} = 0.578\%$$

(2)定容引入的不确定度

20°C 时, 100 mL A 级容量瓶的容量允差为 $\pm 0.10 \text{ mL}$,取均匀分布,则 $K=\sqrt{3}$,试液定容时引入的相对标准不确定度为:

$$u(100 \text{ mL}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.0577 \text{ mL}$$

温度变化在 $\pm 3^\circ\text{C}$ 以内, 100 mL 容量瓶引起的体积变化为:

$$\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 100 \times 3) = \pm 0.063 \text{ mL}$$

取正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t3} = \frac{0.063 \text{ mL}}{1.96} = 0.0321 \text{ mL}$$

标准溶液第一步定容过程引入的合成标准不确定度为:

$$u(d_2) = \sqrt{u(100 \text{ mL})^2 + u_{t3}^2} = \sqrt{0.0577^2 + 0.0321^2} = 0.0660 \text{ mL}$$

则相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(d_2) = \frac{u(d_2)}{V(100 \text{ mL})} = \frac{0.0660 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} = 0.0660\%$$

第一步稀释引入的合成相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(1_{\text{稀}}) = \sqrt{u_{\text{rel}}(1 \text{ mL})^2 + u_{\text{rel}}(d_2)^2} = \sqrt{0.578\%^2 + 0.066\%^2} = 0.582\%$$

第二步稀释引入的不确定度:

(1)可调移液器导致的不确定度

本步操作所使用 $200 \mu\text{L}$ 可调移液器,经计量检定合格, $200 \mu\text{L}$ 量程的容量允差为 $\pm 1.5\%$,按均匀分布,则移液器引入的不确定度为:

$$u(V_{\text{移}2}) = \frac{200 \mu\text{L} \times 1.5\%}{\sqrt{3}} = 1.15 \mu\text{L}$$

温度变化在 $\pm 3^\circ\text{C}$ 以内, $200 \mu\text{L}$ 移液器引起的体积变化为:

$$\Delta V = \pm(2.1 \times 10^{-4} \times 200 \times 3) = \pm 0.13 \mu\text{L}$$

取正态分布, $P=0.95$, 则

$$u_{t4} = \frac{0.13 \mu\text{L}}{1.96} = 0.066 \mu\text{L}$$

合成标准不确定度为:

$$u(200 \mu\text{L}) = \sqrt{u(V_{\text{移}2})^2 + u_{t4}^2} = \sqrt{(1.15 \mu\text{L})^2 + (0.066 \mu\text{L})^2} = 1.33 \mu\text{L}$$

相对合成标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(200 \mu\text{L}) = \frac{1.33 \mu\text{L}}{200 \mu\text{L}} = 0.665\%$$

(2)定容引入的不确定度

本步定容采用 100 mL A 级容量瓶, 引入相对标准不确定度同第一步定容, 即 $u_{rel}(d_3)=0.0660\%$ 。

第二步稀释引入的合成相对不确定度为:

$$u_{rel}(2_{稀}) = \sqrt{0.665\%^2 + 0.0660\%^2} = 0.668\%$$

故标准溶液配制引入的合成不确定度为:

$$u_{rel}(2) = \sqrt{u_{rel}(c)^2 + u_{rel}(1_{稀})^2 + u_{rel}(2_{稀})^2} = \sqrt{0.1\%^2 + 0.582\%^2 + 0.668\%^2} = 0.892\%$$

3.2.3 标准曲线产生的不确定度

不同浓度水平的铅标准溶液, 分别测定 3 次, 得到相应的吸光值, 最小二乘法进行拟合, 得到直线方程和相关系数, 具体数据情况见表 3。

根据贝塞尔公式计算标准曲线的剩余标准偏差:

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a + bx_i)]^2}{n-2}} = 0.00276$$

本次实验对样品进行了 3 次测定, 平均浓度 $c=11.5675 \mu\text{g/L}$ 。根据贝塞尔方程进行计算, 本次实验的标准曲线不确定度为:

$$S(c) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{c} - x)^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}} = 0.2013$$

式中, n : 标准系列溶液的测量点数($n=18$);

p : 待测样品的重复测定数($p=3$);

\bar{c} : 标准系列溶液的平均浓度值($\bar{c}=10 \mu\text{g/L}$);

x : 测试样品的浓度平均值($x=11.5675 \mu\text{g/L}$);

c_i : 标准曲线各点的浓度值;

b : 拟合曲线的斜率。

标准曲线拟合带来的相对不确定度为:

$$u_{rel}(3) = \frac{S(c)}{x} = 0.0174 = 1.74\%$$

3.2.4 样品测试引入的不确定度

本次实验在重复性条件下对试液进行了 3 次铅的测定, 测的结果分别为 2.44、2.39、2.54 mg/kg, 平均值 $\bar{\omega} = 2.46 \text{ mg/kg}$ 。

单次测量的标准不确定度为:

$$S(\omega) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1}} = 0.076$$

算术平均值的标准不确定度为:

$$u(\bar{\omega}) = \frac{S(\omega)}{\sqrt{n}} = 0.044$$

因此, 铅含量算术平均值的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(4) = \frac{u(\bar{\omega})}{\bar{\omega}} = 1.79\%$$

3.3 相对标准不确定度的合成

石墨炉原子吸收检测泡菜中铅的各分量不确定度汇总见表 4。

由不确定度的来源及对各不确定度分量的计算分析得出本次实验的合成相对标准不确定度为:

$$U_{rel}(\omega) = \sqrt{1.438\%^2 + 0.892\%^2 + 1.74\%^2 + 1.79\%^2} = 3.02\%$$

合成标准不确定度为:

$$U(\omega) = \omega \times U_{rel}(\omega) = 2.46 \times 3.02\% = 0.074 \text{ mg/kg}$$

包含因子 $k=2$, 铅的扩展不确定度为:

$$U = k \times U(\omega) = 2 \times 0.074 = 0.15 \text{ mg/kg}$$

采用石墨炉原子吸收法测定泡菜中铅的含量为:

$$\omega_{(Pb)} = (2.46 \pm 0.15) \text{ mg/kg} \quad (k=2, \text{置信区间: } 95\%)$$

表 3 标准溶液浓度和吸光度 y_i 以及相关计算结果

Table 3 Concentration of lead standard solution, the absorbance y_i and relative calculation data

浓度($\mu\text{g/L}$)	标准曲线各点吸光度 y_i			吸光度回归拟合($a+bx_i$)	$y_i - (a+bx_i)$		
	1	2	3		1	2	3
0	0.002	0.002	0.004	0.00620	-0.00420	-0.00420	-0.00220
4	0.045	0.045	0.044	0.04072	0.00428	0.00428	0.00328
8	0.075	0.076	0.076	0.07524	-0.00024	0.00076	0.00076
12	0.112	0.111	0.108	0.10976	0.00224	0.00124	-0.00176
16	0.144	0.146	0.140	0.14428	-0.00028	0.00172	-0.00428
20	0.178	0.178	0.178	0.17880	-0.00080	-0.00080	-0.00080

表4 各分量不确定度
Table 4 The uncertainty values

不确定度来源	分量	相对标准不确定度(%)	合成标准不确定度(%)
样品制备的不确定度	称量	0.082	
	定容	0.076	1.438
	稀释	0.605	
	回收率	1.30	
标准溶液配制的不确定度	标准溶液	0.100	
	第一次稀释	0.582	0.892
	第二次稀释	0.668	
标准曲线计算的不确定度	/	1.74	1.74
仪器检测的不确定度	/	1.79	1.79

4 讨论

本实验中检测样品为 APLAC 提供的国际实验室间能力验证样品, 样品通过均一性和稳定性检验, 因此可以认为取样环节对于测量不确定度的贡献可以忽略不计。本次 APLAC 国际实验室间能力验证要求上报测定结果及相关不确定度评价, 采用 E_n 值判断结果是否满意, 本实验上报的结果为满意结果。

本实验的主要不确定度由微波消解、标准曲线拟合和仪器测定引入; 而由定容、稀释等前处理操作引入的不确定度相对较小, 均不到 1%。因此, 在使用石墨炉原子吸收法检测泡菜中铅含量的方法中, 必须严格控制好样品的消化过程, 尽可能降低由于消化不完全或消化、赶酸、转移过程中导致铅的损失或污染的程度, 同时提高分析者的操作技能, 增强仪器的稳定性。在本实验中, 对不确定度贡献较大的校准曲线配制, 由仪器自动完成。若采用玻璃量器人工配制不同浓度系列溶液制作校准曲线, 对不确定度的降低或可有一定效果。

石墨炉原子吸收法是测量金属元素的经典方法。在检测方法推陈出新之前, 遵守仪器操作规程、加强对仪器的维护是保证实验准确有效的保障之一。

参考文献

- [1] JJF1059-1999 测量不确定度评定与表示[S]. JJF1059-1999 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [2] 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002. Guide to the Evaluation of Uncertainty in Chemical Analysis [M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 2002.
- [3] JJF1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S]. JJF1135-2005 Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement [S].
- [4] 中国合格评定国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南 CNAS-GL06[S], 2006. China National Accreditation Service for Conformity Assessment. Guidance on evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis CNAS-GL06 [S], 2006.
- [5] 沙定国. 误差分析与测量不确定度评定[M]. 北京: 中国计量出版社, 2003. Sha DG. Error analysis and uncertainty evaluation of measurement [M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 2003.
- [6] Todd AC, Wetmur JG, Moline JM, *et al.* Unraveling the chronic toxicity of lead: an essential priority for environmental health [J]. Environ Health Perspec, 1996, (104): 141-146.
- [7] Sibergeld EK, Waalkes M, Rice JM. Lead as a carcinogen: experimental evidence and mechanisms of action [J]. Am J Ind Med, 2000, (38): 316-323.
- [8] Ikeda M, Zhang Z-W, Shimbo S, *et al.* General population exposure to lead via food and air in east and southeast Asia [J]. Am J Ind Med, 2000, (38): 271-280.
- [9] 蒋晓红. 铅的毒性和致癌性研究进展[J]. 职业卫生与应急救援, 2003, 21(3): 122-124. Jiang XH. Progress study on toxicity and carcinogenicity of lead [J]. Occup Health and Emerg Rescue, 2003, 21(3): 122-124.
- [10] GB 5009.12-2010 食品中铅的测定 [S]. GB 5009.12-2010 Determination of lead in foods [S].
- [11] 梁群珍, 王生, 肖国军, 等. 石墨炉原子吸收光谱法测定大米中镉含量不确定度的评定[J]. 微量元素与健康研究, 2013, 130(1): 53-58.

- Liang QZ, Wang S, Xiao GJ, *et al.* Uncertainty evaluate in determination of cadmium in rice sample by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. *Stud Trace Element Health*, 2013, 130(1): 52-58.
- [12] 卢海燕, 张琰. 原子荧光光度法测定水中砷的不确定度评定 [J]. *化学工程师*, 2013, 3: 32-35.
- Lu HY, Zhang Y. Uncertainty evaluation of measuring arsenic in water with atomic fluorometry [J]. *Chem Eng*, 2013, 3: 32-35.
- [13] 那斯琴高娃, 常建军, 宋晓东. 原子吸收光谱法测定乳品中铅的不确定度评定 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(2): 551-554.
- Na SQGW, Chang JJ, Song XD. Determination of lead uncertainty in dairy by atomic absorption spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(2): 551-554.
- [14] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程 [S].
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].

- [15] JJG 646-2006 移液器检定规程 [S].
JJG 646-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



董喆, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: dongzh2009@126.com



曹进, 博士, 研究员, 研究方向为食品安全检测。

E-mail: caojin@nifdc.org.cn