

电感耦合等离子体质谱法测定草鱼中20种元素的不确定度评定

彭珍华*, 任新军, 谭建林, 马雪涛, 张雪媛, 杨凡, 刘秋平, 吴飞, 胡赠彬

云南省产品质量监督检验研究院/国家热带农副产品监督检验中心, 云南 昆明
Email: *179653767@qq.com

收稿日期: 2021年4月14日; 录用日期: 2021年5月14日; 发布日期: 2021年5月21日

摘要

评定电感耦合等离子质谱法测定草鱼中20种元素的不确定度。根据实验过程中变量因素并结合JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的有关规定, 分析影响各元素结果的不确定度因素, 结合分析样品称量、样品消解、溶液制备、工作曲线拟合、测量重复性等因素对不确定度分量的影响建立模型, 并对不确定度进行了评估。各元素的相对扩展不确定度在0.011~0.213 mg/kg之间, 满足正常的工作需求。不确定度主要来源于标准曲线拟合和样品重复性测定两方面。

关键词

电感耦合等离子质谱法, 草鱼, 元素, 不确定度

Uncertainty Evaluation of Determination of 20 Elements in Grass Carp by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

Zhenhua Peng*, Xinjun Ren, Jianlin Tan, Xuetao Ma, Xueyuan Zhang, Fan Yang, Qiuping Liu, Fei Wu, Zengbin Hu

Yunnan Institute of Product Quality Supervision & Inspection, National Agricultural and Sideline Products Quality Supervision and Inspection Center, Kunming Yunnan
Email: *179653767@qq.com

Received: Apr. 14th, 2021; accepted: May 14th, 2021; published: May 21st, 2021

*通讯作者。

文章引用: 彭珍华, 任新军, 谭建林, 马雪涛, 张雪媛, 杨凡, 刘秋平, 吴飞, 胡赠彬. 电感耦合等离子体质谱法测定草鱼中 20 种元素的不确定度评定[J]. 食品与营养科学, 2021, 10(2): 93-100. DOI: 10.12677/hjfn.2021.102013

Abstract

To evaluate the uncertainty of 20 elements in grass carp by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). According to the actual situation and JJF 1059.1-2012 measurement uncertainty evaluation and representation, the uncertainty factors affecting the results of each element were analyzed. The model was established and the uncertainty was evaluated by combining the influence of sample weighing, sample digestion, solution preparation, working curve fitting, measurement repeatability and other factors. The relative expanded uncertainty of each element is in the range of 0.011~0.213 mg/kg, which meets the requirements of normal work. The uncertainty mainly comes from the standard curve fitting and sample repeatability measurement.

Keywords

Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, Grass Carp, Elements, Uncertainty

Copyright © 2021 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

水产品有着丰富的营养价值和良好的口感,深受人们的喜爱。然而重金属是典型的累积性污染物,近年来重金属污染使河流水体遭到破坏[1][2],重金属污染具有持久性,被水产动物摄食后,经食物链逐级传递、富集,可与有机物结合成毒性更大的化合物危害人体健康[3][4][5][6],逐步引起食品安全监管部门的高度重视。随着对水产品需求与日俱增,如何快速准确的检测水产品中的各种无机元素含量,降低食用风险逐步提上日程[7]。

世界各国及各级组织的法规均制定金属元素的限量标准,我国国家标准 GB 4764-2016 和中国药典 2015 均严格限定了食品和药品中重金属元素的最大浓度[8]。

目前,水产品金属元素的测定主要包括原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、原子荧光光谱法和电感耦合等离子体质谱法。电感耦合等离子体质谱法所拥有的高灵敏度、低检出限以及多元素的快速分析功能,完全可以取代其他无机元素分析技术,已成为痕量元素的最有效手段[9]。

本文依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》[10]和 CNAL/AG06 2003《测量不确定度政策实施指南》[11],按照 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》[12]规定的方法,建立电感耦合等离子体质谱法对鲜草鱼肉中钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、锶、镉、锡、锑、钡和铅等元素的含量的不确定度评定方法[13]-[19],为开展食品中多种元素的同时测定奠定了基础,以期进一步优化检测方法、提高实验室检测水平和出具准确公正的检测报告提供依据。

2. 材料与方

2.1. 材料与仪器

草鱼:本地农贸市场。

钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、锶、镉、锡、锑、钡和铅元素标准溶液(1000 μg/mL,国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院),测定元素时内标元素分别是 ^{72}Ge : Na, Mg,

Al, K, Fe; ^{115}In : Co, Ni, Cu, Zn, As, Sr, Cd, Sn, Sb, Ba; ^{209}Bi : Hg, Tl, Pb。其中铅的计算采用元素干扰校正方程: $^{208}\text{Pb} = 206 + 207 + 208$; 硝酸(优级纯, 德国默克集团)。

Milli-Q 超纯水仪(德国默克集团); Bruker 820-MS ICP-MS(德国 Bruker 集团); CEM 微波消解仪(美国 CEM 公司)。

2.2. 实验方法

2.2.1. 仪器工作条件

等离子体气流速: 16.5 L/min; 载气流速: 1.8 L/min; 射频功率: 1400 W; 雾化室温度: 2°C; 采样深度: 8.0 mm; 测点数: 3; 扫描时间: 0.85 s; 重复次数: 3; 氦气碰撞, 截取锥气体流量: 115 mL/min。

2.2.2. 标准溶液制备

精密吸取适量各元素标准溶液至 100 mL 容量瓶, 用 2% 硝酸溶液定容, 各元素浓度如 GB 5009.268 表 A.1。

2.2.3. 内标溶液制备

精密量取浓度 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合内标标准溶液 1 mL, 2% 硝酸溶液定容至 100 mL, 得到 100 $\mu\text{g/L}$ 的混合内标溶液。

2.2.4. 供试样品溶液制备

取鱼肉匀浆, 聚四氟乙烯微波消解罐称取约 1.0 g, 加硝酸 10.0 mL, 浸泡过夜。置微波消解仪内, 设置微波消解程序升温程序, 升温 10 分钟至 120°C 保持 10 分钟, 升温至 150°C 保持 10 分钟, 升温至 180°C 保持 30 分钟。消解程序结束待冷却完成后, 取出消解罐, 置赶酸仪内, 100°C 赶酸 60 分钟。将赶完酸的消解液转移至 100 mL 容量瓶中, 超纯水定容至刻度, 摇匀。同时制备样品试剂空白溶液及样品加标溶液。

3. 结果与分析

3.1. 工作曲线绘制

以仪器信号值与标液浓度建立线性回归方程, 各种元素的工作曲线线性关系良好, 相关系数均在 0.999 以上。

$$\text{Na: } c/s = 1248.0 + 595.7 + 35280 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

$$\text{Mg: } c/s = 63.0 + 1298 + 17830 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99995;$$

$$\text{Al: } c/s = 8673.7 + 59270 + 1037000 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99977;$$

$$\text{K: } c/s = 5043.0 + 2309 + 12950 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99986;$$

$$\text{Ca: } c/s = 2270.3 + 5553 + 40530 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99992;$$

$$\text{Ti: } c/s = 20.0 + 48.90 + 126.0 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

$$\text{Cr: } c/s = 634.3 - 111.2 + 3005 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

$$\text{Mn: } c/s = 2045.3 + 7357 + 2739 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99993;$$

$$\text{Fe: } c/s = 1366.7 + 1249 + 75200 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99996;$$

$$\text{Co: } c/s = 5.7 + 58.84 + 4371 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

$$\text{Ni: } c/s = 1471.0 - 104.0 + 1034 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99994;$$

$$\text{Cu: } c/s = 211.0 + 411.6 + 12.9 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99995;$$

$$\text{Zn: } c/s = 930.0 - 434.5 + 352.8 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

$$\text{As: } c/s = 70.0 + 4.762 + 246.0 \times \text{浓度}, \quad r = 0.99999;$$

Sr: $c/s = 320.0 + 3857 + 2188 \times \text{浓度}$, $r = 0.99996$;
 Cd: $c/s = 155.2 + 177.8 + 1170 \times \text{浓度}$, $r = 0.99998$;
 Sn: $c/s = 105.3 + 46.13 + 1395 \times \text{浓度}$, $r = 0.99968$;
 Sb: $c/s = 18.7 - 46.75 + 1156 \times \text{浓度}$, $r = 0.99983$;
 Ba: $c/s = 1376.7 - 942.2 + 565.4 \times \text{浓度}$, $r = 0.99996$;
 Pb: $c/s = 4679.0 - 2352 + 11210 \times \text{浓度}$, $r = 0.99990$;

3.2. 仪器精密度

取最高点标准溶液, 连续进样 6 次, 各元素 RSD 分别介于 0.4233%~0.5468%之间, 均小于 2%, 说明仪器精密度良好。

3.3. 样品重复性及回收率

取草鱼样品 6 份, 各约 1.0 g, 3 份样品加标, 按“1.3.4”项前处理, 上机进行测定, 由各元素工作曲线计算出含量。Na: 376 mg/kg; 镁: 371mg/kg; 铝: <2 mg/kg; 钾: 5198 mg/kg; 钙: 1162 mg/kg; 钛: 0.259 mg/kg; 铬: <0.2 mg/kg; 锰: 0.839 mg/kg; 铁: 26.3 mg/kg; 钴: 0.0153 mg/kg; 镍: 0.536 mg/kg; 铜: 0.265 mg/kg; 锌: 5.28 mg/kg; 砷: 0.112 mg/kg; 锶: 2.06 mg/kg; 镉: 0.108 mg/kg; 锡: <0.03 mg/kg; 锑: <0.03 mg/kg; 钡: 0.604 mg/kg; 铅: 0.106 mg/kg。各元素回收率在 73%~118%之间。

4. 不确定度的来源识别和评定

4.1. 测量模型

根据测试过程和计算方法, 测量不确定度主要来源为: 1) 取样产生的不确定度; 2) 样品前处理消解过程产生的不确定度; 3) 标准溶液配制产生的不确定度; 4) 样品定容产生的不确定度; 5) 工作曲线拟合产生的不确定度。计算公式:

$$X = \frac{C \times V}{M}$$

其中: X 为样品中各元素的含量(mg/kg); C 为通过工作曲线计算出来的浓度($\mu\text{g/L}$); V 为样品定容体积(mL); M 为样品质量(g)。

4.2. 取样产生的不确定度

称样的天平分辨率(天平检定证书提供)为 0.1 mg, 按照均匀分布($k = \sqrt{3}$), 其相对标准不确定度 $u_{m(1)} = \frac{0.1/2}{\sqrt{3}} = 0.029 \text{ mg}$, 天平最大允许误差为 0.0005g, 按照均匀分布($k = \sqrt{3}$), 相对标准不确定度 $u_{m(2)} = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.29 \text{ mg}$

重复 10 次称重草鱼样品约 1.0 g, 标准偏差为 0.0001779 g, 样品称量产生的相对不确定度为:

$$u_{(1),rel} = \frac{\sqrt{0.029^2 + 0.029^2 + 0.1779^2}}{0.5 \times 1000} = 3.65 \times 10^{-4}$$

4.3. 样品前处理消解过程产生的不确定度

由于消解过程极为复杂, 会存在样品中待测元素损失和污染等问题, 可通过计算样品的加标回收率对样品消解过程的不确定度进行评估。平样加标回收测得各元素的回收率介乎一个范围, 如表 1。按照

正态分布($k = \sqrt{3}$), 样品前处理的消解过程产生的不确定度计算如下:

$$u_{(2),rel} = \frac{\alpha}{100\% \times K} = \frac{\alpha_+ - \alpha_-}{100\% \times K \times 2}$$

样品消解不确定度结果见表 1。

Table 1. Uncertainty

表 1. 不确定度

元素	$\alpha_+/\%$	$\alpha_-/\%$	$u_{(2),rel}$	$u_{(5),rel}$	u_{rel}	u	U
Na	112	96	0.0464	0.082	0.095	35.7	71.4
Mg	102	93	0.0261	0.157	0.16	59.4	118.8
Al	87	73	0.0406	0.088	0.0975	/	/
K	92	84	0.0232	0.189	0.19	988	1986
Ca	98	79	0.0551	0.0374	0.0677	78.7	157.4
Ti	111	92	0.0551	0.059	0.082	0.021	0.042
Cr	104	86	0.0522	0.007	0.054	/	/
Mn	95	88	0.0203	0.0495	0.011	0.009	0.018
Fe	102	81	0.0609	0.021	0.0237	0.62	1.24
Co	113	93	0.0580	0.010	0.059	0.001	0.002
Ni	116	86	0.0871	0.007	0.088	0.047	0.094
Cu	112	82	0.0396	0.018	0.102	0.027	0.054
Zn	94	76	0.0522	0.061	0.081	0.43	0.86
As	101	80	0.0609	0.002	0.062	0.0069	0.013
Sr	105	81	0.0696	0.201	0.213	0.44	0.88
Cd	115	92	0.0667	0.007	0.068	0.0073	0.0146
Sn	102	90	0.0348	0.001	0.037	/	/
Sb	100	87	0.0377	0.001	0.039	/	/
Ba	96	85	0.0319	0.076	0.083	0.050	0.10
Pb	118	102	0.0464	0.006	0.048	0.005	0.010

注: $\alpha_+/\%$: 回收率最高值; $\alpha_-/\%$: 回收率最低值; 样品消解引入的不确定度: $u_{r,rel}$; 工作曲线拟合标准偏差: u_c ; 总不确定度: u_{rel} ; 合成标准不确定度: u ; 扩展不确定度: U 。

4.4. 样品定容产生的不确定度

按“2.2.4”项前处理, 样品消解、消解液转移、超纯水定容至刻度。其不确定度包括: 容量瓶容量允差产生的不确定度、温差产生的不确定度和定容体积重复性产生的不确定度[20]。

100 mL 级容量瓶容量允差为 ± 0.10 mL, 按照三角分布($k = \sqrt{6}$), 其相对标准不确定度分量:

$$u_{v(1)} = \frac{0.10}{\sqrt{6}} = 0.041 \text{ mL}$$

容量瓶校准温度为 20°C , 定容在室温变化 $\pm 3^\circ\text{C}$, 水体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1}$, 其相对标准不确定度分量:

$$u_{v(2)} = \frac{100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.036 \text{ mL}$$

用水对 A 级 100 mL 容量瓶定容 10 次, 并称量重量, 计算其标准偏差为 0.1399 mL。样品定容产生的相对不确定度为:

$$u_{(3),rel} = \frac{\sqrt{0.1399^2 + 0.041^2 + 0.036^2}}{100} = 1.50 \times 10^{-3}$$

4.5. 标准溶液配制产生的不确定度

4.5.1. 购买的标准物质的不确定度

标准物质证书查得, 在 $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 的条件下, 20 个各金属元素标准溶液 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 包装的扩展不确定度全部是 4 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 则由标准物质浓度产生的相对标准不确定度为:

$$u_{c,rel} = \frac{4}{1000} = 4.0 \times 10^{-3}$$

4.5.2. 标准溶液逐级稀释体积引入的不确定度

1) 100 mL A 级容量瓶的不确定度

100 mL A 级容量瓶容量允差为 ± 0.10 mL, 按照三角分布 ($k = \sqrt{6}$), 其相对标准不确定度分量:

$$u_{v(1)} = \frac{0.10}{\sqrt{6}} = 0.041 \text{ mL}$$

温差相对标准不确定度分量:

$$u_{100(2)} = \frac{100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.036 \text{ mL}$$

重复性产生的相对标准不确定度分量: 用水对 100 mL A 级容量瓶进行 10 次定容称重, 得到其标准偏差为 0.1399 mL。则 100 mL A 级容量瓶稀释定容引入的相对不确定度为:

$$u_{v(100),rel} = \frac{\sqrt{0.1399^2 + 0.041^2 + 0.036^2}}{100} = 1.50 \times 10^{-3}$$

2) 2 mL A 级大肚移液管的不确定度

2 mL A 级大肚移液管容量允差为 ± 0.010 mL, 按照三角分布 ($k = \sqrt{6}$), 其相对标准不确定度分量:

$$u_{2(1)} = \frac{0.010}{\sqrt{6}} = 0.0041 \text{ mL}$$

温差相对标准不确定度分量:

$$u_{v(2)} = \frac{2 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.00072 \text{ mL}$$

重复性吸取产生的相对标准不确定度分量: 2 mL A 级大肚移液管连续 10 次吸取水并称重, 得到其标准偏差为 0.0031 mL。则 2 mL A 级大肚移液管稀释定容产生的相对不确定度为:

$$u_{v(2),rel} = \frac{\sqrt{0.0041^2 + 0.00072^2 + 0.0031^2}}{2} = 5.19 \times 10^{-3}$$

3) 1 mL A 级大肚移液管的不确定度

2 mL A 级大肚移液管容量允差为 ± 0.010 mL, 吸水重复称量 10 次, 得到其标准偏差为 0.0022 mL。参照 3.5.2.2 计算, 则 1 mL A 级大肚移液管稀释定容引入的相对不确定度为:

$$u_{v(1),rel} = \frac{\sqrt{0.0033^2 + 0.00036^2 + 0.0022^2}}{1} = 3.98 \times 10^{-3}$$

4) 标准工作溶液配制过程逐级稀释产生的不确定度

标准溶液配制过程中使用 100 mL 容量瓶 7 次, 1 mL 大肚移液管 6 次, 2 mL 大肚移液管 4 次, 则相对不确定度为:

$$\begin{aligned} U_{m,rel} &= \sqrt{7 \times u_{v(100),rel}^2 + 6 \times u_{v(1),rel}^2 + 4 \times u_{v(2),rel}^2} \\ &= \sqrt{7 \times (1.50 \times 10^{-3})^2 + 6 \times (3.98 \times 10^{-3})^2 + 4 \times (5.19 \times 10^{-3})^2} \\ &= 7.42 \times 10^{-3} \end{aligned}$$

4.5.3. 标准溶液配制产生的不确定度

$$u_{(4),rel} = \sqrt{(4.0 \times 10^{-3})^2 + (7.42 \times 10^{-3})^2} = 8.42 \times 10^{-3}$$

4.6. 标准曲线拟合产生的不确定度

由标准曲线拟合产生的不确定度可由下式表示:

$$u_{(5),rel} = \frac{S_y}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c - c_0)^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - c_0)^2}} \quad \text{其中: } S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a + bc_i)]^2}{N - 2}}$$

n 为回归曲线的点数等于 4, p 为标准溶液总测量次数等于 12, y_i 标准溶液的信号值, c_0 标准溶液各点浓度的平均值, c 待测样品浓度的平均值, c_i 各标准溶液浓度值, b 为工作曲线斜率, a 工作曲线截距, S_y 工作曲线变动性标准偏差。计算结果见表 1。

4.7. 合成标准不确定度评定

各个不确定度分量见表 1, 各个不确定度分量相互独立, 各个分量合成, 得到总不确定度为:

$$U_{rel} = \sqrt{u_{(1),rel}^2 + u_{(2),rel}^2 + u_{(3),rel}^2 + u_{(4),rel}^2 + u_{(5),rel}^2}$$

样品合成标准不确定度 $u = U_{rel} * C$, 结果见表 1。

4.8. 扩展不确定度评定

当置信区间概率为 95% 时, 包含因子 $k = 2$, 样品扩展不确定度 $U = k * u$, 结果见表 1。

5. 讨论

使用 ICP-MS 法测定草鱼中多种无机元素含量时, 不确定度来源主要为样品消解、标准溶液配制和工作曲线拟合。样品消解过程较为复杂, 主要是待测元素损失和样品污染, 设置合理的消解升温程序使样品消解完全, 赶酸时尽量减少待测元素损失, 消解过程中使用的聚四氟乙烯消解管尽可能保持清洁, 可以有效提高样品回收率。标准溶液配制过程中, 尽量减少稀释步骤, 使用计量检定合格的容器, 熟练掌握移取的操作步骤, 可以降低标准溶液配制带来的不确定度。仪器状态稳定时开始测定工作曲线和绘制标准工作曲线时选择适当的浓度范围可降低工作曲线拟合产生的不确定度。

参考文献

- [1] 丁灵英. 松花粉药典[J]. 知识经济, 2006, 7(7): 44-46.

- [2] Wu, X.L., Hu, J.W., Qi, J.M., *et al.* (2020) Graphene-Supported Ordered Mesoporous Composites Used for Environmental Remediation: A Review. *Separation and Purification Technology*, **239**, 116511. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116511>
- [3] Wang, W.X. (2006) Trace Metal Marine Ecotoxicology: History and Perspective. *Journal of Xiamen University (Natural Science)*, **45**, 136-140.
- [4] 唐建勋, 刘忠良, 张婕. 水产动物重金属离子蓄积及毒性试验研究进展[J]. 金华职业技术学院学报, 2011, 11(6): 65-68.
- [5] 姚清华, 颜孙安, 林虬, 等. 水产品重金属富集规律与风险评估[J]. 福建农业学报, 2014, 29(5): 498-504.
- [6] 孙德文, 詹勇, 许梓文. 重金属对鱼类危害作用的研究[J]. 水利渔业, 2003, 23(2): 426-426.
- [7] 赵一霖, 李娜, 何霜, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定水产品中 16 种元素的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(10): 4156-4162.
- [8] Fu, L., Shi, S. and Chen, X. (2018) Accurate Quantification of Toxic Elements in Medicine Food Homologous Plants Using ICP-MS/MS. *Food Chemistry*, **245**, 692-697. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.10.136>
- [9] 李爱阳, 伍素云, 刘宁, 等. 电感耦合等离子体串联质谱测定水产品中的痕量重金属元素[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(9): 260-264.
- [10] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 国家质量监督检验检疫总局, 2012.
- [11] CNAL/AG06 2003 测量不确定度政策实施指南[S]. 北京: 中国实验室国家认可委员会, 2003.
- [12] GB 5009.268-2016 食品安全国家标准食品中多元素的测定[S]. 北京: 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局, 2016.
- [13] 赵静, 王环, 臧秀珍, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定饲料中 8 种元素含量的不确定度分析[J]. 饲料研究, 2021, 44(1): 83-87.
- [14] 闫顺华, 王秀霞, 严娅, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定高钙片中铅、砷、铬和镉含量的不确定度评定[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(16):118-123.
- [15] 李赵平. 电感耦合等离子体质谱法测定食用植物中铅、总砷含量不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2020, 29(2): 118-122.
- [16] 巩佳第, 孙玉梅, 葛磊, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定饲料标准物质中总砷、铅、镉及其不确定度评定[J]. 农产品质量与开发, 2020(2): 42-48.
- [17] 陈璐, 丁敏, 李霞, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定小麦粉中 6 种重金属的不确定度评定[J]. 分析仪器, 2020(4): 72-79.
- [18] 颜复张, 刘倩, 黄缘, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿配方乳粉中镉的不确定度分析评定[J]. 中国乳品工业, 2021, 49(2): 47-51.
- [19] 郭小岩, 李凡, 徐杨, 等. 电感耦合等离子体质谱仪测量结果的不确定度评定[J]. 品牌与标准化, 2020(5): 25-27.
- [20] JJG 196-2006 常用玻璃量器[S]. 北京: 国家质量监督检验检疫总局, 2006.