

原子吸收光谱法测定乳及乳制品中铅含量的不确定度评定



宋鸽¹, 秦思文¹, 李晓波¹, 李慧娟^{1,*}, 逯刚², 张淑丽¹, 王海斌¹

¹ 蒙牛乳业(沈阳)有限责任公司, 辽宁沈阳 110122

² 内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司, 内蒙古呼和浩特 011517

摘要: 在食品安全检验中, 为保证结果的准确性, 应充分考虑测量不确定度带来的影响, 尤其在影响检测结果判定时更为重要, 本研究是建立不确定度的数学模型, 对各不确定度分量进行合成和扩展, 最终建立原子吸收光谱法测定乳及乳制品中铅的不确定度评定方法。以乳为例, 参考 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 对 GB5009.12-2017《食品安全国家标准食品中铅的测定》第一法石墨炉原子吸收光谱法的不确定度进行评定。乳中铅含量的加标结果为 0.095 mg/kg 时, 测定结果的合成标准不确定度为 0.0022 mg/kg, 取 $k=2$, 扩展不确定度为 0.005 mg/kg, 其结果可表示为 (0.095 ± 0.005) mg/kg。测量结果的不确定度主要是试样检测重复性和标准溶液浓度引入的不确定度分量贡献较大。因此在实际检测工作中, 通过增加标准工作液的测定次数, 使用精度更高的玻璃仪器, 增加平行样的测定次数等方面保证结果的准确可靠。

关键词: 乳; 铅; 不确定度; 原子吸收光谱法

DOI: 10.57237/j.wjfse.2022.01.003

Evaluation of Uncertainty in Determination of Lead in Milk and Dairy Products by Atomic Absorption Spectrometry

Qin Siwen¹, Song Ge¹, Li Xiaobo¹, Li Huijuan^{1,*}, Lu Gang², Zhang Shuli¹, Gao Junwei¹

¹ Mengniu Dairy (Shenyang) Co., LTD., Shenyang 110122, China

² Inner Mongolia Mengniu Dairy (Group) Co., LTD., Hohhot 011517, China

Abstract: In the field of food safety inspection, researchers should fully consider the impact of measurement uncertainty to ensure the accuracy of the results, Especially when it affects the determination of detection results. This study is to establish the mathematical model of uncertainty, Synthesize and expand each uncertainty component. Finally, the uncertainty evaluation method for the determination of lead in milk and dairy products by atomic absorption spectrometry was established. Take milk powder as an example, the uncertainty of graphite furnace atomic absorption spectrometry method 1 in GB 5009.12-2017 National Food Safety Standard Determination of Lead in Foods was evaluated by referring to JJF 1059.1-2012 Evaluation and Expression of Measurement Uncertainty. When the standard result of lead content in milk was 0.095 mg/kg, the synthetic standard uncertainty of the determination result was 0.0022 mg/kg, $k=2$, and the extended uncertainty was 0.005 mg/kg, and

*通信作者: 李慧娟, lihuijuan@mengniu.cn

the result could be expressed as (0.095 ± 0.005) mg/kg. The uncertainty of measurement results is mainly due to the uncertainty component introduced by test repeatability and standard solution concentration. Therefore, in the actual testing work, the accuracy and reliability of the results can be ensured by increasing the number of standard working fluid, using glass instruments with higher accuracy, and increasing the number of parallel samples.

Keywords: Milk; Lead; Uncertainty; Atomic Absorption Spectrometry

1 引言

测量不确定度的定义是“与测量结果相关联的参数，表征合理的赋予被测量值的量值分散程度”，重点在于分析人员相信能合理赋予被测量的值得范围，测量不确定度一词没有对测量的有效性怀疑的意思，而是表明对测量结果有效性的信心的增加[1]。不确定度的数值可以直接体现检测质量的高低，影响检测结果的可靠性。尤其是在实际工作中，当测量值出现在限定值附近时，为确保数据的可信度，对检测结果进行不确定度评价是不可或缺的。一份完整的定量分析结果应该由被测量值和被测量值分散性的值（即不确定度）组成，这既可增加检测方法和结果的可信度，又便于不同实验室分析结果进行对比，因此，食品检测工作离不开对不确定度的评定[2-4]。

现在国内实验室评定不确定度的方法有很多，JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、GB/T27418-2017《测量不确定度评定和表示》、CNAS-CL01-G003：2019《测量不确定度的要求》、CNAS-GL006：2019《化学分析中不确定度的评估指南》、JJF1135-2005《化学分析测量不确定度评定》、GB/T27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》、GB/Z22553-2010《利用重复性、再现性和正确度的估计值评估测量不确定度的指南》、GB/T27419-2018《测量不确定度评定和表示补充文件 1：基于蒙特卡洛方法的分布传播》、RB/T151-2016《食品微生物定量检测的测量不确定度评估指南》[5-12]等等。本次不确定度评定结合参考以上几种方法后，主要参照 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、GB/T8170-2008《数值修约规则与极限数值的表示和判定》[13]进行，测量不确定方法的一般步骤为分析不确定度来源和建立测量模型，其次评定标准不确定度，再次计算合成标准不确定度，确定扩展不确定度，最后报告测量结果。作为认可实验室执行 CNAS-CL01《检测和校准实验室能力认可准则》中要求开展检测的实验室应评定测量不确定度[14]。

GB2762-2017《食品安全国家标准食品中污染物限量》中乳及乳制品、饮料类、油脂及其制品、调味品等食用食品中的铅限量均有明确规定，其中乳及乳制品中生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳、发酵乳、调制乳的铅(以 Pb 计)限量标准为 0.05 mg/kg[15]。近年来国家对乳制品，尤其是婴幼儿乳制品质量管控极其严格，本实验就以纯牛奶为例，依据 GB 5009.12-2017《食品安全国家标准食品中铅的测定》[16]中第一法石墨炉原子吸收光谱法，建立测定乳制品中铅的不确定度评定方法是非常有必要的。此方法对检测结果出具、不确定度评定、限量结果判定具有一定的参考意义。

2 材料与方法

2.1 材料

2.1.1 试剂

纯牛奶购买生产日期为同批次的某品牌产品，市售；加标样品为实验室自行配制；

优级纯硝酸（北京）；优级纯磷酸二氢铵（天津）；高纯硝酸钡（天津）；铅标准溶液 1000 mg/L（北京）。

2.1.2 仪器与设备

BSA124S-CW 电子天平（赛多利斯）；iCE 3500 原子吸收分光光度计（美国）；TOPEX 微波消解仪（上海）。

2.1.3 耗材

容量瓶 100 mL、50 mL；刻度吸管 1 mL、10 mL。

2.2 方法

2.2.1 试液制备

本方法按照 GB 5009.12-2017 第一法，微波消解：

称取固体试样 0.2g~0.8g 或准确移取液体试样 0.500 mL~3.00 mL 于微波消解罐中, 加入 5 mL 硝酸, 按照微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐, 在电热板上于 140℃~160℃赶酸至 1 mL 左右。消解罐放冷后, 将消化液转移至 10 mL 容量瓶中, 用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次, 合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度, 混匀备用。同时做实验空白试验。

2.2.2 标准溶液的制备

使用从国家标准物质中心购买已配制好的 1.00 mg/mL 铅标准溶液。用 10 mL 刻度吸管吸取 1000 μ L/mL 铅标准溶液 10 mL, 于 100 mL 容量瓶中, 用(5+95)硝酸溶液定容至刻度, 制成 100 μ g/mL 铅标准储备液。再用 1 mL 刻度吸管吸取 1 mL 于 100 mL 容量瓶中用(5+95)硝酸溶液定容至刻度, 制成 1 μ g/mL 铅标准中间液, 分别吸取 0 mL、0.200 mL、0.400 mL、0.600 mL、0.800 mL、1.000 mL、1 μ g/mL 铅标准中间液于 50 mL 容量瓶中用(5+95)硝酸溶液定容至刻度, 配成 0ng/mL、4ng/mL、8ng/mL、12ng/mL、16ng/mL、20ng/mL 铅标准工作液。用石墨炉原子吸收分光光度法检测, 待测试样与标准工作液比较定量。

2.2.3 数学模型

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \times V}{m \times 1000}$$

X—试样中各元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C1—测定液中元素的浓度, 单位为微克每升 (μ g/L);

C2—测定空白液中元素的浓度, 单位为微克每升 (μ g/L);

V—样液体积, 单位为毫升 (mL);

m—试样的质量, 单位为克 (g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留两位有效数字。

3 结果与讨论

3.1 不确定度的来源分析

结合数学模型, 原子吸收光谱法测定铅含量的不确定度来源有以下 4 个部分

(1) 总重复性 $u_A(x)$;

(2) 铅标准溶液浓度引入的相对标准不确定度

$u_r(c)$;

(3) 样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V)$

(4) 称量质量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)$;

3.2 使用的标准物质、计量器具的相关参数

(1) 万分之一电子天平, 0g~120g, 精度 0.1 mg, 最大允许误差 ± 0.0005 g。

(2) 铅标准溶液, 1000 μ g/mL, $U=2$ μ g/mL ($k=2$)。

(3) 容量瓶, 100 mL, ± 0.10 mL。

(4) 容量瓶, 50 mL, ± 0.05 mL。

(5) 刻度吸管, 10 mL, ± 0.050 mL。

(6) 刻度吸管, 1 mL, ± 0.008 mL。

3.3 不确定度分量的量化

3.3.1 总重复性 $u_A(x)$

对乳中铅的加标含量进行 6 次重复测量, 测量值分别为 0.096 mg/kg、0.094 mg/kg、0.095 mg/kg、0.095 mg/kg、0.096 mg/kg、0.092 mg/kg, 平均值为 0.095 mg/kg, 用贝塞尔公式计算单次测量的标准偏差为

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.0015 \text{ mg/kg}$$

平均值的标准不确定度为

$$S(\bar{x}) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} = \frac{0.0015 \text{ mg/kg}}{\sqrt{2}} = 0.0011 \text{ mg/kg}$$

平均值的相对标准不确定度为

$$u_A(x) = \frac{0.0011 \text{ mg/kg}}{0.095 \text{ mg/kg}} = 0.012$$

3.3.2 铅标准溶液浓度引入的相对标准不确定度 $u_r(c)$

(i) 标准曲线拟合带来的标准不确定度 $u_r(c_1)$

铅标准工作液 6 个浓度点, 每个浓度点分别用石墨炉原子吸收分光光度计检测 1 次, 得到相应的吸光度 A, 拟合后获得直线方程 $y=0.00662x+0.0048$, 具体数值见表 1。

表 1 各浓度点的吸光度值。

c / μg/L	y _{ij} / Abs	y _i / Abs	(y _{ij} - y _i) ²
0	0.0046	0.0048	0.00000004
4	0.0317	0.0313	0.00000016
8	0.0585	0.0578	0.00000049
12	0.0836	0.0842	0.00000036
16	0.1097	0.1107	0.00000100
20	0.1381	0.1372	0.00000081

$$u = \frac{S_R}{B_0} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}}$$

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m (y_{ij} - y_i)^2}{mn - 2}}$$

式中： u —拟合曲线的不确定度；

p —样品的测量次数， $p=1$ ；

n —标品的个数， $n=6$ ；

m —标品的测量次数， $m=1$ ；

c_0 —被测的样品浓度， $c_0=7.4034\text{ ng/mL}$ ；

$\bar{c}$ —标品的平均浓度，

$$\bar{c} = \frac{0+4+8+12+16+20}{6} = 10\text{ ng/mL} ;$$

c_i ——每针标准品的浓度， ng/mL ；

B_0 ——曲线的斜率， $B_0=0.00662$ ；

S_R ——回归曲线的剩余标准差（残差的标准差）

y_{ij} ——仪器中显示的每针标品的吸光度，Abs；

y_i ——根据曲线公式计算得到的每针标准品的吸光度，Abs。

将相关数据代入公式求得：

$$S_R = 0.00085$$

$$u = 0.14\text{ ng/mL}$$

则标准曲线拟合的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c1)} = \frac{u}{c_0} = \frac{0.14}{7.4034} = 0.019$$

(ii) 标准物质纯度引入的不确定度 $u_{r(c2)}$

证书提供铅标准溶液的扩展不确定度为 $p=1000\mu\text{g/mL}$ ， $U=2\mu\text{g/mL}$ ($k=2$)，铅标准溶液的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c2)} = \frac{2}{2 \times 1000} = 0.001$$

(iii) 标准溶液配制引入的不确定度

(a) 标准储备液配制引入的不确定度

(1) 证书提供 10 mL 的 A 级刻度吸管的允许误差为 $\pm 0.050\text{ mL}$ ，服从三角分布， $k=\sqrt{6}$ ，10 mL 刻度吸管的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.1.1)} = \frac{0.050}{\sqrt{6} \times 10} = 0.0020$$

(2) 证书提供 100 mL 的 A 级容量瓶的允许误差为 $\pm 0.10\text{ mL}$ ，服从三角分布， $k=\sqrt{6}$ ，100 mL 容量瓶的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.1.2)} = \frac{0.10}{\sqrt{6} \times 100} = 0.00041$$

则标准储备液配制带来的相对不确定度：

$$u_{rel(c3.1)} = \sqrt{u_{rel(c3.1.1)}^2 + u_{rel(c3.1.2)}^2} = \sqrt{0.0020^2 + 0.00041^2} = 0.0020$$

(b) 标准中间液配制引入的不确定度

(1) 证书提供 1 mL 的 A 级刻度吸管的允许误差为 $\pm 0.008\text{ mL}$ ，服从三角分布， $k=\sqrt{6}$ ，1 mL 刻度吸管的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.2.1)} = \frac{0.008}{\sqrt{6} \times 1} = 0.0033$$

(2) 证书提供 50 mL 的 A 级容量瓶的允许误差为 $\pm 0.05\text{ mL}$ ，服从三角分布， $k=\sqrt{6}$ ，50 mL 容量瓶的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.1.2)} = \frac{0.05}{\sqrt{6} \times 50} = 0.00041$$

则中间液配置带来的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.2)} = \sqrt{u_{rel(c3.2.1)}^2 + u_{rel(c3.2.2)}^2} = \sqrt{0.0033^2 + 0.00041^2} = 0.0033$$

(c) 标准工作液配制引入的不确定度

(1) 证书提供 1 mL 的 A 级刻度吸管的允许误差为 $\pm 0.008\text{ mL}$ ，服从三角分布， $k=\sqrt{6}$ ，1 mL 刻度吸管的相对标准不确定度：

$$u_{rel(c3.3.1)} = \frac{0.008}{\sqrt{6} \times 1} = 0.0033$$

(2) 证书提供 50 mL 的 A 级容量瓶的允许误差为 ± 0.05 mL, 服从三角分布, $k=\sqrt{6}$, 50 mL 容量瓶的相对标准不确定度:

$$u_{rel(c3.3.2)} = \frac{0.05}{\sqrt{6} \times 50} = 0.00041$$

则工作液配置带来的相对标准不确定度:

$$u_{rel(c3.3)} = \sqrt{u_{rel(c3.3.1)}^2 + u_{rel(c3.3.2)}^2} = \sqrt{0.0033^2 + 0.00041^2} = 0.0033$$

则标准溶液配置带来的不确定度由上述三部分组成, 其相对不确定度为:

$$u_{rel(c3)} = \sqrt{u_{rel(c3.1)}^2 + u_{rel(c3.2)}^2 + u_{rel(c3.3)}^2} = \sqrt{0.0020^2 + 0.0033^2 + 0.0033^2} = 0.0051$$

铅标准溶液浓度的标准不确定度由上述三部分组成, 其相对标准不确定度为:

$$u_{rel(c)} = \sqrt{u_{rel(c1)}^2 + u_{rel(c2)}^2 + u_{rel(c3)}^2} = \sqrt{0.019^2 + 0.001^2 + 0.0051^2} = 0.020$$

3.3.3 样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V)$

(1) 证书提供 25 mL 的 A 级容量瓶的允许误差为 ± 0.03 mL, 服从三角分布, $k=\sqrt{6}$, 25 mL 容量瓶的相对标准不确定度:

$$u_{r(V1)} = \frac{U}{k \times 25} = \frac{0.03}{\sqrt{6} \times 25} = 0.00049$$

(2) 定容时容量瓶及溶液的温度与校准温度 (20°C) 不同 (与液体相比, 容量瓶的体积变化可忽略), 实验室全年温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 属于矩形分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 温度影响的相对标准不确定度:

$$u_{r(V2)} = \frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 25}{\sqrt{3} \times 25} = 0.00061$$

则样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V)$:

$$u_{r(V)} = \sqrt{0.00049^2 + 0.00061^2} = 0.00078$$

3.3.4 称量质量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)$

称量样品时取平均质量 $m = 1.9550$ g, 称量质量在 $0 \text{ g} \leq m \leq 50 \text{ g}$ 时, 根据检定证书中电子天平的允差为

± 0.0005 g, 假设其符合均匀分布 $k=\sqrt{3}$

$$u_{r(m)} = \frac{0.0005}{\sqrt{3} \times 1.9550} = 0.00015$$

3.3.5 合成标准不确定度 $u_c(y)$

实验中乳中铅含量的测定的各个不确定分量汇总见表 2。

表 2 不确定度分量汇总。

来源	相对标准不确定度
总重复性 $u_A(x)$	0.012
铅标准溶液浓度引入的相对标准不确定度 $u_r(c)$	0.020
样液体积引入的相对标准不确定度 $u_r(V)$	0.00078
称量质量引入的相对标准不确定度 $u_r(m)$	0.00015

合成以上相对标准不确定度为

$$u_{r(\bar{X})} = \sqrt{u_{r(r)}^2 + u_{r(c)}^2 + u_{r(V)}^2 + u_{r(m)}^2} \\ = \sqrt{0.012^2 + 0.020^2 + 0.00078^2 + 0.00015^2} = 0.023$$

合成标准不确定度 $u_c(y)$:

$$u_c(y) = u_{r(\bar{X})} \times \bar{X} = 0.023 \times 0.095 \text{ mg/kg} = 0.0022 \text{ mg/kg}$$

3.3.6 扩展不确定度 U

假定包含概率为 95%, 取包含因子 $k=2$ [6], 则测量结果的扩展不确定度

$$U_{rel} = k \times u_c(y) = 2 \times 0.0022 \approx 0.005 \text{ mg/kg}。$$

3.3.7 结果报告 Y

该乳中铅含量的结果是 0.095 mg/kg , 因此其结果报告可表示为 $Y = (0.095 \pm 0.005) \text{ mg/kg}$, $k=2$ 。

3.3.8 各分量的相对贡献

各分量引入不确定度如表 2 所示, 由表 2 可见, 样品检测总重复性和铅标准溶液浓度引入相对标准不确定度是此测量结果不确定度的主要分量, 样液体积和称量质量引入的不确定度较小。其中铅标准溶液浓度的不确定度又主要是由标准曲线拟合引入的。

3.3.9 评定结果的对比分析

通过对乳及乳制品中铅含量的不确定度评定分析,

本次评定各个不确定度量值均低于文献报道[17-21]，尤其是样品前处理的贡献度显著低于文献报道，这表明前处理过程采用微波消解相对于干法消解可明显减少不确定度的引入。为最大程度地减少检测过程引入的不确定度，原子吸收光谱-微波消解法检测乳及乳制品中铅含量的不确定度评定，具有一定的参考价值。

4 结论

测量不确定度的评定对检验结果的准确性提供可靠的判定依据。本次试验通过不确定度分析,采用GB5009.17-2016 第一法石墨炉原子吸收光谱法,测量结果的不确定度主要来源从主到次依次是试样检测重复性和标准溶液浓度引入的不确定度分量贡献较大。

针对检验重复性可以根据增加平行样的测定次数,应根据实验室需求制定每一种检测方法的关键控制点,如果条件允许应经常使用质控样品或加标验证来指导检验人员的规范操作,提高检测的精准性。亦能在较大程度上减少标准曲线拟合引入的不确定度。同时对于标准品纯度、标准溶液的配制和前处理过程中的量取、定容等因素对不确定度的影响亦不能忽视。仪器稳定性是影响不确定度的另一个主要因素,实验室应及时做好仪器的检定校准、期间核查和维护保养工作,使仪器维持在一个良好稳定的工作状态,从而保证结果的准确可靠。

本实验中,标准溶液配制的不确定度主要由 1 mL 刻度吸管吸取标准溶液时引入,为减少该部分不确定度,在实际检测工作中,可选择更加精密的玻璃量器并应定期校准和维护,同时通过增加标准工作液的测定次数。建议采用重量法配制标准溶液[22],相比体积法,准确度有所提高,且在一定程度上可减少污染。具有条件的实验室也可选择全自动标液配制设备,或使用机器人、机械臂进行标准化、智能化、大样本量的检测,以期减少人工检测造成的误差,这也将成为未来智能实验室尝试的一个新方向。

致谢

国家重点研发计划食品安全关键技术研发-食品安全监测与控制技术的全链条区域综合示范-食品安全全程监测控制技术保障体系构建方法研究(2019YFC1606503)。

参考文献

- [1] CNAS-CL01-G003: 2019 测量不确定度的要求 [S]. 北京: 中国合格评定国家认可委员会, 2019.
- [2] 翟洪稳, 范素芳, 王娟, 曹梅荣, 马俊美, 任晓伟, 李强, 张岩 测量不确定度在食品检验中的应用及进展 [J]. 食品科学, 2021, 42 (05): 314-320.
- [3] KRISTIANSEN J. The guide to expression of uncertainty in measurement approach for estimating uncertainty an appraisal [J]. Clinical Chemistry, 2003, 49 (11): 1822-1829. DOI: 10.1373/clinchem.2003.021469.
- [4] OHSEKI T, LEE K, ISHIKAWA H, et al. An introduction to uncertainty in measurement using the GUM (guide to the expression of uncertainty in measurement) [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 51-52. DOI: 10.1017/CBO9780511755538.
- [5] JJF1059.1-2012 测量不确定度评定与表示指南 [S]. 2013.
- [6] GB/T27418-2017 测量不确定评定和表示 [S]. 2018.
- [7] CNAS-GL006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S]. 2019.
- [8] JJF1135-2005 《化学分析测量不确定度评定》[S]. 2005.
- [9] GB/T27411-2012 《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》[S]. 2013.
- [10] GB/Z22553-2010 《利用重复性、再现性和正确度的估计值评估测量不确定度的指南》[S]. 2010.
- [11] GB/T27419-2018 《测量不确定度评定和表示补充文件 1: 基于蒙特卡洛方法的分布传播》[S]. 2018.
- [12] RB/T151-2016 《食品微生物定量检测的测量不确定度评估指南》[S]. 2017.
- [13] GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定 [S]. 2009.
- [14] CNAS-CL01: 检测和校准实验室能力认可准则 [S]. 2019.
- [15] GB2762-2017 食品安全国家标准食品中污染物限量 [S]. 2017.
- [16] GB5009.12-2017 食品安全国家标准食品中铅的测定 [S]. 2017.
- [17] 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 (02): 551-554. DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.2014.02.039.
- [18] 王冬初. 石墨炉原子吸收法测定奶粉中铅含量的不确定度评定 [J]. 中国检验检测, 2017, 25 (01): 29-31. DOI: 10.16428/j.cnki.cn10-1469/tb.2017.01.010.

- [19] 何霜, 李姗, 叶嘉荣. 微波消解—石墨炉原子吸收测定乳粉中铅的不确定度评定 [J]. 广东化工, 2015, 42 (20): 121-122.
- [20] 陈静, 薛红玮, 赵建飞, 张耀广, 朱宏. 原子荧光光度法测定牛乳中铅质量分数不确定度的评估 [J]. 中国乳品工业, 2012, 40 (06): 62-64.
- [21] 郝秋月, 李巧玲, 张巧玲. 原子吸收石墨炉法检测乳中重金属铅检测不确定度评定 [J]. 食品界, 2019 (02): 100-102.
- [22] 韩梦莎, 田佳鑫, 杜英伟, 吴建霞, 林琳, 王莉. 电感耦合等离子体质谱测定白酒中铅及其不确定度评定 [J]. 食品与发酵工业, 2021, 47 (06): 247-252. DOI: 10.13995/j.cnki.11-1802/ts.025263.

作者简介

宋鸽

1983 年生, 工程师, 硕士研究生, 研究方向为食品安全检测研究.

E-mail: songge@mengniu.cn

李慧娟

1978 年生, 高级工程师, 硕士研究生, 研究方向为食品质量安全及检测研究.

E-mail: lihuijuan@mengniu.cn