

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2020.02.014

HPLC-ICP-MS 法测定毛毛鱼中无机砷的不确定度评定

Evaluation of uncertainty in determination of inorganic arsenic in aquatic products of tassel filefish by high performance liquid chromatography-inductively coupled with plasma mass spectrometry

周探春 汪辉 崔晓娇 周鹏 黎瑛 邓楠

ZHOU Tan-chun WANG Hui CUI Xiao-jiao ZHOU Peng LI Ying DENG Nan

(长沙市食品药品检验所, 湖南长沙 410016)

(Changsha Institute for Food and Drug Control, Changsha, Hunan 410016, China)

摘要:采用 GB 5009.11—2014《食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定》中液相色谱—电感耦合等离子体质谱法测定毛毛鱼中的无机砷含量,参照 CNAS—GL006《化学分析中不确定度的评估指南》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度的评定与表示》建立数学模型,对毛毛鱼中 As(III)、As(V)的精密密度、回收率进行验证,同时对试验过程中带来的不确定度分量进行了来源分析和评定。试验结果表明:当毛毛鱼中无机砷含量为 0.096 mg/kg 时,无机砷 i-As 在 95% 的置信区间下扩展不确定度为 0.007,测量过程中的不确定度最主要来源为校准曲线拟合和样品加标回收率。

关键词:液相色谱—电感耦合等离子体质谱法;无机砷;不确定度

Abstract: The uncertainty evaluation in the determination of inorganic arsenic in tassel filefish by using High Performance Liquid Chromatography-Inductively Coupled with Plasma Mass Spectrometry was investigated, based on the GB 5009.11—2014 “national food safety standards on the determination of total arsenic and inorganic arsenic in food”. A mathematical model was established, referring to CNAS-GL006 Guidelines for “the Assessment of uncertainty in Chemical Analysis and JJF 1059.1—2012 Evaluation and Expression of Measurement Uncertainty”. The precision and recovery of As (III) and As (V) in maomile fish were verified. Meanwhile, the sources of uncertainty measurement of the experiment were analyzed and evaluated. The results showed that the

extended uncertainty of inorganic arsenic, i-As, was 0.007 with 95% confidence interval, when the content of inorganic arsenic in tassel filefish was 0.096 mg/kg. The main factors influencing this determination uncertainty were found to be the calibration curve and recovery rate.

Keywords: high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry; inorganic arsenic; uncertainty

毛毛鱼学名为龙须炮弹,一种生活在淡水里的小鱼,湖南人将其制成一种辣味小食,深受消费者喜爱。砷广泛分布于自然界中,在空气、土壤、沉积物和水中发现的主要砷化物有 As₂O₃ 或亚砷酸盐 (As III)、砷酸盐 (As V)、一甲基砷酸和二甲基砷酸^[1]。砷在不同的形态下,理化性质也不同,毒性也存在很大差异。一般情况下,As (III)、As(V)的毒性最大,过多摄入会引起中毒,一甲基砷酸和二甲基砷酸次之,而砷甜菜碱和砷胆碱则基本无毒^[2-6]。目前,关于检测食品中无机砷不确定度评定的文献较少,且大部分报道的是液相色谱—原子荧光光谱法^[4-5]。而关于液相色谱—电感耦合等离子体质谱法测定食品中无机砷的不确定度评定的报道甚少,研究对象也仅限于粮食及其制品中无机砷的不确定度评定^[3]。RH/T 214—2017《检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求》规定,检验检测机构可在检验检测出现临界值、内部质量控制或客户有要求时,需要报告测量不确定度。文章根据 GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中规定,水产动物鱼类及其制品中无机砷的限值为 0.1 mg/kg,采用液相色谱—电感耦合等离子体质谱法 (GB 5009.11—2014) 测定,并依据 CNAS—GL006《化学分析中不确定度的评估指南》和 JJF

基金项目:长沙市科技计划项目(编号:kq1801151)

作者简介:周探春,女,长沙市食品药品检验所工程师,硕士。

通信作者:汪辉(1983—),男,长沙市食品药品检验所高级工程师,硕士。E-mail: wanghui158@163.com

收稿日期:2019-12-11

1059.1—2012《测量不确定度的评定与表示》对其进行不确定度评定。

1 材料与amp;方法

1.1 试剂耗材与仪器设备

毛毛鱼:长沙市食品药品检验所抽检样;

As³⁺: (1 002±4) μg /mL,北京曼哈格生物科技有限公司;

As⁵⁺: (1 003±6) μg /mL,北京曼哈格生物科技有限公司;

浓硝酸:优级纯,德国默克生物科技有限公司;

正己烷:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

净化小柱:C₁₈柱,北京迪马科技有限公司;

电感耦合等离子体质谱仪:Agilent 7700x 型,安捷伦科技有限公司;

高效液相色谱仪:Agilent1260 型,安捷伦科技有限公司;

高速冷冻离心机:ST16R 型,赛默飞世尔科技公司;

纯水机:Milli-Q 型,美国密理博公司。

1.2 样品前处理方法

称取样品,置于 50 mL 塑料离心管中,加入 20 mL 0.15 mol/L 硝酸溶液,放置过夜,90 °C 恒温水浴中浸提 2.5 h,每 0.5 h 振荡 1 min,提取完毕,取出冷却至室温,8 000 r/min 离心 15 min。取 5 mL 上清液于离心管中,加入 5 mL 正己烷,振荡 1 min 后 8 000 r/min 离心 15 min,弃去上层正己烷,吸取下层清液,经 0.45 μm 有机滤膜过滤及 C₁₈ 小柱净化后,进样测定。按同一操作方法作空白试验。

1.3 检测条件

(1) 电感耦合等离子体质谱条件:射频功率 1 550 W; 等离子体气、辅助气、载气、补偿稀释气、氦气流量分别为 15.000, 0.800, 0.800, 0.800, 0.006 L/min; 雾化室温度 2 °C; 蠕动泵转速 0.1 r/s。

(2) 液相色谱条件:流动相(10 mmol/L 无水乙酸钠、3 mmol/L 硝酸钾、10 mmol/L 磷酸二氢钠、0.2 mmol/L 乙二醇四乙酸二钠缓冲液,氨水调 pH 为 10): 无水乙醇=99:1; 流速 1 mL/min; 进样体积 80 μL; 等度洗脱。

(3) 仪器环境温度 20 °C, 湿度 65%; 试验用水为超纯水。

1.4 数学模型

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000}, \quad (1)$$

式中:

X——样品中 As(Ⅲ)与 As(V)含量(以 As 计), mg/kg;

m——样品质量,g;

C——测定溶液中 As(Ⅲ)与 As(V)浓度,μg/L;

C₀——空白溶液中 As(Ⅲ)与 As(V)浓度,μg/L;

V——试样消化液体积,mL。

2 结果与分析

2.1 不确定度来源

参照 CNAS—GL006《化学分析中不确定度的评估指南》,经分析无机砷含量测定不确定度的来源主要有:

① 样品称量引入的不确定度;② 定容体积引入的不确定度;③ 标准物质引入的不确定度(标准储备液的不确定度和稀释所引入的不确定度);④ 标准曲线引入的不确定度;⑤ 测量重复性引入的不确定度;⑥ 样品回收率引入的不确定度。

2.2 标准不确定度的评定

2.2.1 样品称量引入的不确定度 试样质量(*m*)用电子天平扣除皮重法称量,不确定度来源主要有天平校准、分辨率、重复性变化,试样质量的不确定度可表示为:使用天平型号为 YQ038 的电子分析天平,使用的电子天平检定证书,查得称量在 5 g 及以下时,其最大允许误差 ±0.5 mg,包含因子 $k=\sqrt{3}$,即 $u(\text{校})=0.5 \text{ mg}$;电子天平分辨率为 0.1 mg,按 CNAS—GL006《化学分析中不确定度的评估指南》提供的不确定度评定方法计算。

$$u(\text{分})=0.5 \times 0.1 / \sqrt{3}=0.029;$$

$$u(\text{重})=0.5 \times 0.1=0.05;$$

$$\text{则 } u(m)=\sqrt{0.5^2+0.029^2+0.05^2}=0.50。$$

取样质量为:0.350 1 g,即 350.1 mg,则取样质量相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m)=u(m)/m=0.50/350.1=0.000\ 14。$$

2.2.2 定容体积引入的不确定度 此试验方法中,采用 20 mL 的单标线吸量管(A 级),吸取 20 mL 硝酸溶液作为样品提取溶液,JJG 196—2006《常用玻璃量器》规定,在 20 °C 时 20 mL 单标线吸量管(A 级)的容量允差为 ±0.030 mL,按矩形分布($k=\sqrt{3}$),则校准不确定度 $u(\text{校})$ 为:

$$u(V_{20})=0.030/\sqrt{3}=0.001\ 7。$$

$$u_{\text{rel}}(V_{20})=u(V_{20})/V=0.001\ 7/20=0.000\ 87。$$

2.2.3 标准物质引入的不确定度 采用的 As(Ⅲ)、As(V)标准储备液浓度为 1 002,1 003 mg/L,已知标准物质证书给出的 As(Ⅲ)的不确定度为 ±4 mg/L、As(V)的不确定度为 ±6 mg/L,按矩形分布($k=\sqrt{3}$),标准物质标准不确定度: $u_{\text{As(Ⅲ)}}=4/\sqrt{3}=2.31$, $u_{\text{As(V)}}=6/\sqrt{3}=3.46$ 。

$$u_{\text{rel}}\text{As(Ⅲ)}=2.31/1\ 002=0.002\ 3。$$

$$u_{\text{rel}}\text{As(V)}=3.46/1\ 003=0.003\ 4。$$

2.2.4 标准物质稀释引入的不确定度 稀释不确定度主

要包括稀释中所用量具的校准、重复性以及液体温度。50 mL 单标线容量瓶(A 级), 25 mL 单标线容量瓶(A 级), 稀释过程需要使用 10 mL 单标线吸量管(A 级), 5 mL 单标线吸量管(A 级)。20 °C 水的膨胀系数为 2.1×

10⁻⁴ °C (温度差异设为 ±5 °C), 依据 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》和 JJG 646—2006《移液器检定规程》的要求, 玻璃量器都有对应的最大允许误差, 因此各量具校准不确定度见表 1。

表 1 量具校准不确定度

Table 1 Calibration uncertainty of gauges

量具	容量允许误差/mL	不确定度	相对不确定度	受温度影响不确定度	合成标准不确定度
50 mL 单标线容量瓶	±0.050	0.028 9	5.78×10 ⁻⁴	0.030 3	0.030 2
25 mL 单标线容量瓶	±0.030	0.017 3	6.92×10 ⁻⁴	0.015 2	0.015 2
10 mL 单标线吸量管	±0.020	0.011 5	1.15×10 ⁻³	0.006 06	0.006 17
5 mL 单标线吸量管	±0.025	0.014 4	2.88×10 ⁻³	0.003 03	0.004 18

所以, 标准溶液稀释引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(\text{std}) =$$

$$\sqrt{0.030^2 + 0.015^2 + 0.006^2 + 0.004^2} = 0.001 2。$$

2.2.5 标准曲线引入的不确定度 由表 2 可知, 标准曲线所用无机砷标准溶液浓度分别为 0, 5, 10, 15, 20, 25 μg/L, 采用 5 个浓度水平标准系列, 重复读数 3 次, 测定 CPS 计数值, 标准曲线方程见式(2)。标准曲线方程用最小二乘法拟合后, As(Ⅲ): A=4 133.733×C+0, 曲线的平均相关系数 r=0.999 1, 平均截距 B₀=0、平均斜 B₁=4 133.733; As(V): A=4 485.770 9×C+0, 曲线的平均相关系数 r=0.999 6, 平均截距 B₀=0、平均斜 B₁=4 485.770 9。

$$A_j = C_i B_1 + B_0, \tag{2}$$

式中:

A_j——第 i 个校准标准溶液的第 j 次计数值;

C_i——第 i 个校准标准溶液的浓度, μg/L;

B₁——斜率;

B₀——截距。

残差标准差 S 为:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n [A_j - (B_0 + B_1 C_i)]^2}{n - 2}}。 \tag{3}$$

标准曲线拟合:

$$u(c) = \frac{S}{B} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C}_0)^2}{\sum_{i=0}^n (C_{0i} - \bar{C}_0)^2}}。 \tag{4}$$

标准曲线拟合引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(c) = \frac{u(c)}{C_0}。 \tag{5}$$

2.2.6 测量重复性引入的不确定度 在同一条件下, 样品同时测量 7 次, 通过计算平均值和标准偏差, 评定不确定度。样品测量重复性引入不确定度按 JJF 1059. 1—2012《测量不确定度评定与表示》中的贝塞尔公式计算。 $u(\overline{\text{rep}}) = S(x)/\sqrt{n}$, 样品测量重复性引入相对不确定度 $u_{rel}(\overline{\text{rep}}) = u(\overline{\text{rep}})/\bar{x}$, 结果见表 3。

表 2 校准曲线引入的不确定度

Table 2 Uncertainty introduced by calibration curve

标准溶液 质量浓度 c/ (μg · L ⁻¹)	As(Ⅲ)计数值			As(V)计数值		
	1	2	3	1	2	3
5.0	19 069	19 054	19 079	23 588	23 545	23 560
10.0	42 799	42 854	42 751	44 380	44 401	44 358
15.0	61 487	61 401	61 516	67 355	67 321	67 378
20.0	81 104	81 152	81 086	88 376	88 346	88 401
25.0	104 646	104 621	104 670	113 134	113 104	113 156
u(c)	0.228			0.149		
u _{rel} (c)	0.023			0.015		

表 3 重复性试验结果和引入的不确定度

Table 3 Repeatability test results and introduced uncertainty mg/kg

序号	As(Ⅲ) 试样	As(Ⅲ)	As(V)	As(V)
	加标值	含量	加标值	含量
1	0.000	未检出	0.000	未检出
2	0.000	未检出	0.000	未检出
3	0.000	未检出	0.000	未检出
4	0.050	0.048	0.050	0.047
5	0.050	0.046	0.050	0.047
6	0.050	0.051	0.050	0.051
7	0.050	0.048	0.050	0.046
8	0.050	0.046	0.050	0.048
9	0.050	0.047	0.050	0.051
10	0.050	0.051	0.050	0.046
\bar{x}	/	0.048	/	0.048
标准偏差为 S(x)	/	0.002 1	/	0.002 2
u(rep)	/	0.000 79	/	0.000 83
u _{rel} (rep)	/	0.001 6	/	0.001 7

2.2.7 样品加标回收率引入的不确定度 准确称取 9 份样品,分成 3 组,每组 3 份,分别加入 3 个浓度梯度标准溶液,检测计算回收率。样品回收率不确定度按 CNAS—GL006《化学分析中不确定度的评估指南》中示例 A. 4

计算。加标回收率不确定度 $u(\overline{\text{rec}}) = S(x)/\sqrt{n}$,用 t 检验来判断平均回收率 \overline{R} 是否与 100% 有显著性差异,如有显著差异,需进行回收率校正, $t = \frac{|1 - \overline{R}|}{u(\overline{\text{rec}})}$ 。

表 4 回收率试验结果和引入的不确定度

Table 4 The recovery test results and introduced uncertainty

序号	As(Ⅲ)加标值/ (mg·kg ⁻¹)	试样 As(Ⅲ)含量/ (mg·kg ⁻¹)	回收率/ %	As(V)加标值 (mg·kg ⁻¹)	As(V)含量/ (mg·kg ⁻¹)	回收率/ %
1	0.000	未检出	/	0.000	未检出	/
2	0.000	未检出	/	0.000	未检出	/
3	0.000	未检出	/	0.000	未检出	/
4	0.050	0.044	88.0	0.050	0.043	86.0
5	0.050	0.052	104.0	0.050	0.046	92.0
6	0.050	0.046	92.0	0.050	0.051	102.0
7	0.100	0.093	93.0	0.100	0.088	88.0
8	0.100	0.090	90.0	0.100	0.093	93.0
9	0.100	0.089	89.0	0.100	0.091	91.0
10	0.200	0.190	95.0	0.200	0.180	90.0
11	0.200	0.180	90.0	0.200	0.180	90.0
12	0.200	0.190	95.0	0.200	0.190	95.0
回收率平均值(\overline{R})	/	/	92.9	/	/	91.9
标准偏差为 $S(x)$	/	/	0.049	/	/	0.046
$u(\overline{\text{rec}})$	/	/	0.016	/	/	0.015
t			4.4			5.4

根据标准 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》附录 B 查表得出 95% 置信度, $n-1$ 自由度的双边临界值 $t_{\text{crit}} = 2.31$, $t_{\text{As(V)}} > t_{\text{As(Ⅲ)}} > t_{\text{crit}}$, 故 \overline{R} 与 100% 有显著性差异, 需要进行回收率校正。 $u_{\text{rel}}(\overline{\text{rec}}) = u(\overline{\text{rec}})/\overline{R}$ 。

$$u_{\text{relAs(Ⅲ)}}(\overline{\text{rec}}) = 0.016/0.929 = 0.017, u_{\text{relAs(V)}}(\overline{\text{rec}}) = 0.015/0.919 = 0.016。$$

2.3 合成标准不确定度

As(Ⅲ)的合成不确定度为:

$$u_{\text{relAs(Ⅲ)}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(v) + u_{\text{rel}}^2(b) + u_{\text{rel}}^2(\text{std}) + u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(\overline{\text{rep}}) + u_{\text{rel}}^2(\overline{\text{rec}})} = 0.029。$$

$$u_{\text{rel}} \omega_{\text{As(Ⅲ)}} = u_{\text{relAs(Ⅲ)}}(x) \times \overline{x} = 0.029 \times 0.048 = 0.0014。$$

As(Ⅲ)的合成不确定度为:

$$u_{\text{relAs(V)}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(v) + u_{\text{rel}}^2(b) + u_{\text{rel}}^2(\text{std}) + u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(\overline{\text{rep}}) + u_{\text{rel}}^2(\overline{\text{rec}})} = 0.022。$$

$$u_{\text{rel}} \omega_{\text{As(V)}} = u_{\text{relAs(V)}}(x) \times \overline{x} = 0.022 \times 0.048 = 0.0011。$$

无机砷为 As(Ⅲ)和 As(V)的总和,两个输入量采用同一台仪器测定,存在相关性。由于采用液相色谱—电感耦合等离子体质谱法测定无机砷时,As(Ⅲ)和 As(V)通过色谱柱进行了分离,分离度 > 1.5,分离效果良好,且两者定量的标准物质不同,因此两个输入量相关性较弱,即相关系数的绝对值较小,忽略其相关性^[8]。无机砷的合成不确定度为:

$$u_{\text{relAs}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2[\text{As(Ⅲ)}] + u_{\text{rel}}^2[\text{As(V)}]} = 0.036。$$

$$u_{\text{rel}} \omega_{\text{As}} = u_{\text{relAs}}(x) \times \overline{x} = 0.036 \times 0.096 = 0.0035。$$

2.4 扩展不确定度

该测量误差的分布类型属正态分布,在 95% 置信水平,包含因子 $k = 2$ 。无机砷 i -As 扩展不确定度 = $0.0035 \times 2 = 0.007$,该样品中无机砷含量检测结果可以表示为 (0.096 ± 0.007) mg/kg。

3 结论

采用液相色谱—电感耦合等离子体质谱法测定毛毛鱼中无机砷,试验测得 As(Ⅲ)为 0.048 mg/kg,As(V)为 0.048 mg/kg,As(Ⅲ)检测结果水平的回收率在 88.0%~

(下转第 164 页)

- exopolysaccharide extract from *Rhodotorula mucilaginosa* CICC 33013[J]. Carbohydrate Polymers, 2018, 181(1): 768-777.
- [12] KHALIKOVA T A, ZHANAEVA S Y, KOROLENKO T A, et al. Regulation of activity of cathepsins B, L, and D in murine lymphosarcoma model at a combined treatment with cyclophosphamide and yeast polysaccharide[J]. Cancer Letters, 2005, 223(1): 77-83.
- [13] KRIZKOVÁ L, DURACKOVÁ Z, SANDULA J, et al. Antioxidative and antimutagenic activity of yeast cell wall mannans *in vitro* [J]. Mutation Research/Genetic Toxicology & Environmental Mutagenesis, 2001, 497(1/2): 213-222.
- [14] 孙建新, 朱虎虎, 肖辉, 等. 4 种新疆植物提取物对人肝癌细胞生长抑制作用的研究[J]. 新疆医科大学学报, 2008, 31(7): 828-830.
- [15] LIN Yu-ching, LU Li-ting, CHEN Hsin-yi, et al. SCP phosphatases suppress renal cell carcinoma by stabilizing PML and inhibiting mTOR/HIF signaling[J]. Cancer Research, 2014, 74(23): 6 935-6 946.
- [16] WANG Yue, WANG Wen-liang, XIE Wen-li, et al. Puerarin stimulates proliferation and differentiation and protects against cell death in human osteoblastic MG-63 cells via ER-dependent MEK/ERK and PI3K/Akt activation[J]. Phyto-medicine, 2013, 20(10): 787-796.
- [17] 刘婷, 傅颖媛. 丰城鸡血藤 H-103 树脂提纯物体外抗肿瘤作用研究[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(6): 1 537-1 539.
- [18] 王惠国, 李雨桐, 蔡珂, 等. 青蒿素抑制人肝癌细胞 Huh7 和 SMMC-7721 增殖及其机制[J]. 华西药学杂志, 2019(6): 1-4.
- [19] 张华, 王振宇. 黑木耳多糖的羧甲基化及其对肝癌细胞 HePG2 的抑制作用[J]. 食品与机械, 2011, 27(3): 42-44.

(上接第 61 页)

- [4] 翁仕洋, 成露露, 查文, 等. 日本晚樱叶挥发油化学成分的 GC-MS 分析[J]. 安徽农业科学, 2013, 41(7): 3 111-3 112.
- [5] 吴练中, 顾维戎, 周秀云, 等. 樱花树叶总黄酮、微量元素的含量及毒性的测定和药理研究[J]. 上海医药, 1994(4): 45-46.
- [6] 严文芳, 高新华, 赵兴文, 等. 云南樱花鲜花营养成分及污染物含量分析与评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(21): 5 734-5 738.
- [7] 陆伟, 彭才锋. 樱花糕点及其制备方法: 中国, 103651688A[P]. 2014-03-26.
- [8] 陆伟, 彭才锋. 樱花口味麻糍及其制备方法: 中国, 103651687A[P]. 2014-03-26.
- [9] 陆伟, 彭才锋. 樱花慕斯及其制备方法: 中国, 103548964A[P]. 2014-02-05.
- [10] 陆伟, 彭才锋. 樱花裱花蛋糕及其制备方法: 中国, 103548963A[P]. 2014-02-05.
- [11] 杜丽娟, 苏秀芳, 梁翠君. 樱花叶总黄酮的超声波法提取工艺优化及其抗氧化能力的研究[J/OL]. 食品工业科技. [2019-12-17]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1759.TS.20191212.1522.004.htm>
- [12] 徐广新, 倪翊, 杨仁琴, 等. 樱花提取物对酸奶发酵特性的影响[J]. 食品工业, 2019, 40(1): 25-27.
- [13] 王瑞瑞, 陈苏, 金凤, 等. 朱樱花的抗氧化性及抗炎作用研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(15): 6 994-6 995.
- [14] WHO. Application of the principles of substantial equivalence to the safety evaluation of food components from plants derived by modern biotechnology[R]. Geneva: WHO, 1995: 11.
- [15] 魏月媛, 李理. 火麻仁油安全性的毒理学评价[J]. 食品与机械, 2016, 32(3): 4-11, 108.
- [16] 秦珩, 李世芬, 胡奇, 等. 梅花鹿茸冰冻干粉的安全性评价及缓解体力疲劳功能研究[J]. 食品与机械, 2019, 35(8): 161-166, 176.

(上接第 83 页)

104.0%;As(V)检测结果水平的回收率在 86.0%~102.0%;经分析测量过程中的不确定度主要来源为标准曲线拟合和样品加标回收率,其他分量影响相对较小,基本可以忽略不计。该样品无机砷 i-As 扩展不确定度为 0.007,无机砷含量检测结果可以表示为(0.096±0.007)mg/kg。因此在试验过程中要充分考虑各个分量对试验结果的影响,以确保试验结果的准确性。

参考文献

- [1] CAMPBELL Kate M, NORDSTROM D Kirk. Arsenic speciation and sorption in natural environments[J]. Reviews in mineralogy and geochemistry, 2014, 79(1): 185-216.
- [2] NORWOOD W P, BORGMANN U, DIXON D G. Chronic toxicity of arsenic, cobalt, chromium and manganese to *Hyalella azteca* in relation to exposure and bioaccumulation[J]. Environmental Pollution, 2007, 147(1): 262-272.
- [3] 苏祖俭, 胡曙光, 蔡文华, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定大米中无机砷的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(14): 61-68.
- [4] 苏美冬, 杨锐, 陈佳, 等. 液相色谱-原子荧光光谱法测定稻米中无机砷含量的不确定度评定[J]. 农产品加工, 2019(18): 43-45.
- [5] 刘付英, 邵志凌, 李彩霞. 液相色谱-原子荧光联用法测定粮食中无机砷含量的不确定度评定[J]. 粮油食品科技, 2018, 26(4): 45-49.
- [6] 王林裴, 郑亚哲, 彭新然. HPLC-ICP-MS 法测定水产动物及其制品中 5 种砷形态的含量[J]. 食品与机械, 2017, 33(11): 61-66.
- [7] 杨先颖. 不确定度评定中两个相关性的处理[J]. 品牌与标准化, 2014(12): 90.