

微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定食用植物油中痕量铅的不确定度评定

熊巍林^{1,2}, 邹燕娣², 周青燕², 周双全², 董慧², 王燕²

(1. 湖南农业大学 食品科技学院, 长沙 410128; 2. 道道全粮油股份有限公司
国家油菜籽加工技术研发中心, 湖南 岳阳 414000)

摘要:研究了微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定食用植物油中痕量铅的不确定度来源, 并对其不确定度分量进行了定量评定, 确定了相对标准不确定度和扩展不确定度。结果表明:微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定食用植物油中痕量铅的不确定度主要来源为计量器具校准、标准曲线拟合、实验人员读数和仪器测定重复性, 其相对标准不确定度分别为0.048、0.022、0.016和0.013。当称样量为0.500 1 g时, 铅含量为0.024 mg/kg, $k=2$ (95%置信度), 扩展不确定度为0.003 mg/kg, 测量结果可表示为 (0.024 ± 0.003) mg/kg。

关键词:食用植物油; 痕量铅; 微波消解; 不确定度评定; 石墨炉原子吸收光谱法

中图分类号: TS225.1; TQ646 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-7969(2021)12-0136-05

Evaluation of uncertainty in determination of lead in edible vegetable oils by microwave digestion – graphite furnace atomic absorption spectroscopy

XIONG Weilin^{1,2}, ZOU Yandi², ZHOU Qingyan², ZHOU Shuangquan²,
DONG Hui², WANG Yan²

(1. College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China;

2. National R & D Center for Rapeseed Processing, Daodaoquan Grain & Oil

Shares Co., Ltd., Yueyang 414000, Hunan, China)

Abstract: The uncertainty source was determined by microwave digestion – graphite furnace atomic absorption spectrometry in the determination of trace lead in edible vegetable oil, and the uncertainty component was quantitatively evaluated to determine the relative standard uncertainty and expanded uncertainty. The results showed that the uncertainty in the determination of trace lead in edible vegetable oil by microwave digestion – graphite furnace atomic absorption spectrometry mainly came from three aspects: the calibration of measuring instruments, the fitting of standard curve, reading of the laboratory technicians and the repeatability of instrument measurement, and their relative standard uncertainties were 0.048, 0.022, 0.016 and 0.013 respectively. When the sample mass was 0.500 1 g, the lead content was 0.024 mg/kg, $k=2$ (confidence of 95%), the expanded uncertainty was 0.003 mg/kg, the measurement result could be expressed as (0.024 ± 0.003) mg/kg.

Key words: edible vegetable oil; trace lead; microwave digestion; evaluation of uncertainty; graphite furnace atomic absorption spectroscopy

收稿日期: 2020-07-09; 修回日期: 2021-03-24

作者简介: 熊巍林(1968), 男, 高级工程师, 主要从事植物油脂产品开发、工艺研究和质量管理工作(E-mail) 2621127917@qq.com。

通信作者: 邹燕娣, 工程师(E-mail) 527488691@qq.com。

在食用植物油的日常检验中, 铅含量的测定是评定油脂质量标准之一。铅是一种具有蓄积性、多亲和性的重金属类环境污染物, 进入机体中的铅有部分残留于体内长期积累造成慢性中毒^[1-9]。因此, 铅一直被列为强污染物。GB 2716—2018《食品

安全国家标准《植物油》中要求铅含量小于等于0.1 mg/kg。在铅含量的检测中,GB 5009.12—2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》将石墨炉原子吸收光谱法定为第一检测方法,但由于各检测机构的检测条件可能不同,检测结果有可能存在较大的差异。采用测量不确定度评定准则^[10]对测量的结果和质量进行评定,不仅能够给出测量结果的可信程度,而且还可以对测量结果的质量进行定量评定,使测量结果可以在国内外不同检测机构间进行量值比对和实验室间数据共享。

本文从不确定度来源和量化不确定度分量方面,对GB 5009.12—2017第一法微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定植物油中痕量铅的过程进行不确定度评定,根据JJF 1059.1—2012测量不确定度评定和表示的要求,建立数学模型,分析了该检测过程中的测量不确定度来源,并对测量不确定度的各分量进行计算,引入不确定度的关键因素,最后求出标准不确定度和扩展不确定度,运用统计学分析方法评定了测量结果的不确定度,以期为实验室实施质量管理体系管理和客观公正的检验提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

一级菜籽油,本公司自给;硝酸(优级纯),上海国药;铅元素标准储备液(1 000 μg/mL),中国计量科学研究院;所用试剂皆用超纯水配制;实验玻璃仪器使用10%硝酸溶液冲洗4~5遍,并用超纯水冲洗干净。

1.1.2 仪器与设备

6F-990石墨炉、TAS-990原子吸收分光光度计(配铅特制空心阴极灯),北京普析通用仪器有限公司;Jupiter-B多通道微波消解/萃取系统、ECH-II型微机控温加热板,上海新仪微波化学科技有限公司;10 mL容量瓶、100 mL容量瓶、移液枪(量程5~50 μL)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

10 mg/L铅标准中间液1的配制:用量程为1 mL的移液管取1 mL质量浓度为1 000 μg/mL铅标准储备液至100 mL容量瓶中,用1%硝酸定容,配制成质量浓度为10 mg/L的铅标准中间液1。

1 mg/L铅标准中间液2的配制:用量程为10 mL的移液管取10 mL质量浓度为10 mg/L铅标准中间液1至100 mL容量瓶中,用1%硝酸定容,配

制成质量浓度为1 mg/L的铅标准中间液2。

铅标准使用液的配制:取6支10 mL容量瓶,然后用量程为1 mL的移液管依次量取0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 mL质量浓度为1 mg/L铅标准中间液2,用1%硝酸定容,摇匀,得到质量浓度分别为0、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0 μg/L的铅标准使用液。

1.2.2 菜籽油中痕量铅的测定

称取0.5 g(精确至0.000 1 g)油样于微波消解罐中,加入5 mL硝酸,按照消解的操作步骤消解试样,微波消解条件如表1所示。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2~3次,合并洗涤液于容量瓶中并用水定容,混匀备用。同时做试剂空白实验,按GB 5009.12—2017利用石墨炉-原子吸收光谱仪测定样品铅原子的吸光度,采用标准曲线计算铅含量。

表1 微波消解条件

步骤	设定温度/℃	升温时间/min	恒温时间/min
1	120	5	5
2	160	5	10
3	180	5	10

样品中铅含量的计算按式(1)进行。

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

式中: X 为试样中铅的含量,mg/kg; C 为试样溶液中铅的质量浓度,μg/L; C_0 为空白溶液中铅的质量浓度,μg/L; V 为试样消化液的定容体积,mL; m 为试样质量,g。

2 结果与分析

2.1 不确定度来源

因采用国标方法,故不考虑方法本身误差,只考虑与实验室操作有关的不确定度分量,即样品称量、样品前处理、标准曲线拟合、仪器分析测定等过程中引入的不确定度。具体考察影响测定结果相对标准不确定度的因素有:①由标准曲线计算待测液中铅含量引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(c)_0$,包括标准品纯度引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(c)_1$ 、标准曲线拟合产生的相对标准不确定度 $u_{rel}(c)_2$ 、仪器测定重复性引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(c)_3$;②样品称量引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(m)_0$;③由体积因素引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(v)_0$,包括计量器具体积校准因素引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(v)_1$ 、温度变化对体积的影响 $u_{rel}(v)_2$ 、实验人员读数引入的

相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(v)_3$;④提取效率引入的相对标准不确定度,由样品加标回收率的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(r)$ 表示。

2.2 不确定度来源的计算

2.2.1 由标准曲线计算待测液中铅含量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c)_0$

2.2.1.1 标准品纯度引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c)_1$

根据标准品证书提供的信息,本实验所用铅标准品的质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$,不确定度为 $\pm 2 \mu\text{g/mL}$,相对扩展不确定度为 0.2% ($k=2$),则相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(c)_1 = \frac{0.2\%}{2} = 0.001$ 。

2.2.1.2 由标准曲线拟合产生的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c)_2$

采用 6 个标准溶液质量浓度点建立标准曲线,每个标准点重复测定 3 次,计算平均值,并用平均值拟合标准曲线,结果见表 2。

表 2 不同质量浓度标准溶液的吸光度

质量浓度/ ($\mu\text{g/L}$)	吸光度			
	A_1	A_2	A_3	平均值
0	0.019	0.021	0.024	0.021
10	0.078	0.075	0.076	0.076
20	0.134	0.132	0.138	0.135
40	0.225	0.230	0.221	0.225
60	0.338	0.342	0.339	0.340
80	0.434	0.430	0.435	0.433

由表 2 得到标准曲线方程为 $A = C \times 0.005 1 + 0.025 1$, $R^2 = 0.998 9$ 。

应用最小二乘法标准偏差公式 s

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=18} [A_i - (B_1 C_i + B_0)]^2}{n-2}} \quad (\text{式中: } s \text{ 为标准偏差; } n \text{ 为标准溶液测定次数, 18 次; } A_i \text{ 为标样测定的吸光度; } C_i \text{ 为标样质量浓度; } B_1 \text{ 为斜率 } 0.005 1; B_0 \text{ 为截距 } 0.025 1) \text{ 对标准曲线相对标准偏差进行计算, 得到 } s = 6.0 \times 10^{-3}。$$

对一级菜籽油样品重复测定 7 次,由标准曲线方程得到铅的平均含量(\bar{C}_2)为 24 $\mu\text{g/kg}$,则测定结果的标准不确定度为:

$$u(c)_2 = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{C}_2 - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^{n=18} (\bar{C}_i - \bar{C})^2}}$$

$$= \frac{6.0 \times 10^{-3}}{0.005 1} \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{18} + \frac{(24 - 35)^2}{14 250}} = 0.53$$

$$\text{相对标准不确定度为: } u_{\text{rel}}(c)_2 = \frac{u(c)_2}{\bar{C}_2} = \frac{0.53}{24}$$

= 0.022

式中: p 为样品测定次数 7 次; n 为标准溶液测定次数,18 次; \bar{C}_2 为样品测定的平均值,24 $\mu\text{g/kg}$; \bar{C} 为不同标准溶液质量浓度的平均值,35 $\mu\text{g/L}$; C_i 为标准溶液质量浓度;标准溶液质量浓度的残差平方和 $\sum_{i=1}^{n=18} (C_i - \bar{C})^2 = 14 250$ 。

2.2.1.3 仪器测定重复性引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c)_3$

对一级菜籽油样品进行 6 次重复测定,根据标准曲线方程计算出菜籽油中铅含量为 23.5、24.6、24.1、23.2、24.3、25.3 $\mu\text{g/kg}$,平均含量为 24.2 $\mu\text{g/kg}$ 。根据贝塞尔公式,测定结果的标准偏差为

$$s(\bar{X}) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{2.88}{5}} = 0.76 \quad (\text{式中: } s \text{ 为标准偏差; } n \text{ 为样品重复测定次数, 6 次; } X_j \text{ 为样品第 } j \text{ 次测定的铅含量; } \bar{X} \text{ 为样品 6 次测定的铅含量平均值})。$$

$$\text{测定结果的标准不确定度为: } u(c)_3 = \frac{s(\bar{X})}{\sqrt{n}}$$

$$= \frac{0.76}{\sqrt{6}} = 0.31$$

$$\text{相对标准不确定度为: } u_{\text{rel}}(c)_3 = \frac{u(c)_3}{\bar{X}} = \frac{0.31}{24.2}$$

= 0.013

综上所述,由标准曲线计算待测液中铅含量引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c)_0 = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c)_1 + u_{\text{rel}}^2(c)_2 + u_{\text{rel}}^2(c)_3}$$

$$= \sqrt{0.001^2 + 0.022^2 + 0.013^2} = 0.026$$

2.2.2 样品称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(m)_0$

样品取样量(m)为 0.500 1 g,即 500.1 mg。本实验使用的天平分辨率为 0.1 mg,说明书给出 Mettler-Toledo AL204 最大允许误差为 $\pm 0.2 \text{ mg}$ 。电子天平带来的不确定度 $u(m)$ 视为均匀分布,取 $k = \sqrt{3}$,天平称量 3 次(一次空盘回零、一次放消解罐、一次称样),由于使用同一电子天平,3 次称量之间具有较大相关性,此处保守估计相关系数为 1,则称量引起的标准不确定度为 $u(m)_0 = \frac{0.2}{\sqrt{3}} \times 3 = 0.35$

$$(\text{mg}), \text{ 相对标准不确定度为 } u_{\text{rel}}(m)_0 = \frac{u(m)_0}{m}$$

$$= \frac{0.35 \text{ mg}}{500.1 \text{ mg}} = 0.000 70。$$

2.2.3 由体积因素引入的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(v)_0$$

2.2.3.1 计量器具校准引入的相对标准不确定度

$$u_{\text{rel}}(v)_1$$

本实验所使用的所有玻璃器具对应的最大允许

误差依据 JJG 196—2006《常用玻璃量器》检定规程,所用移液器的误差依据 JJG 646—2006《移液器》检定规程,都按均匀分布 $k = \sqrt{3}$ 转化,不确定度计算结果见表3。

表3 计量器具校准引入的不确定度

过程	计算器具	最大允许误差	相对标准不确定度
标样稀释过程	100 mL A 级容量瓶(使用2次)	$\pm 0.1 \text{ mL}$	$u(1) = \frac{0.1}{\sqrt{3} \times 100} = 5.774 \times 10^{-4}$
	10 mL A 级容量瓶(使用6次)	$\pm 0.02 \text{ mL}$	$u(2) = \frac{0.02}{\sqrt{3} \times 10} = 1.155 \times 10^{-3}$
	1 mL A 级吹出式移液管(使用6次)	$\pm 0.008 \text{ mL}$	$u(3) = \frac{0.008}{\sqrt{3}} = 4.619 \times 10^{-3}$
	10 mL A 级吹出式移液管(使用1次)	$\pm 0.05 \text{ mL}$	$u(4) = \frac{0.05}{\sqrt{3} \times 10} = 2.887 \times 10^{-3}$
样品定容过程	10 mL A 级容量瓶(使用1次)	$\pm 0.02 \text{ mL}$	$u(5) = \frac{0.02}{\sqrt{3} \times 10} = 1.155 \times 10^{-3}$
样品上机检测过程	5~50 μL 量程的移液器移取 10 μL 样品进样	$\pm 8\%$	$u(6) = \frac{0.08}{\sqrt{3}} = 4.619 \times 10^{-2}$

计量器具校准引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(v)_1 = \frac{u(v)_1}{v_1} = \sqrt{u^2(1) \times 2 + u^2(2) \times 6 + u^2(3) \times 6 + u^2(4) + u^2(5) + u^2(6)}$$

$$= \sqrt{2.280 \times 10^{-3}} = 0.048$$

2.2.3.2 温度变化对体积的影响引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(v)_2$

在标样配制过程、样品定容过程和样品上机检测过程中所使用的器具校准时,温度不同会带来不确定度。温差导致的膨胀有溶液膨胀和玻璃膨胀,

控制室温温度在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$,由于器具在 20°C 校准,水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1}$,远大于硼硅玻璃的体积膨胀系数 $1.0 \times 10^{-5}^\circ\text{C}^{-1}$,因此产生的体积变化主要由水体积变化产生,按均匀分布 $k = \sqrt{3}$ 转化,则相对标准不确定度见表4。

表4 温度变化对体积的影响而引入的不确定度

过程	计算器具	相对标准不确定度
标样稀释过程	100 mL A 级容量瓶(使用2次)	$u(7) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$
	10 mL A 级容量瓶(使用6次)	$u(8) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$
	1 mL A 级吹出式移液管(使用6次)	$u(9) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$
	10 mL A 级吹出式移液管(使用1次)	$u(10) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$
样品定容过程	10 mL A 级容量瓶(使用1次)	$u(11) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$
样品检测过程	5~50 μL 量程的移液器移取 10 μL 样品进样	$u(12) = \frac{2.1 \times 10^{-4}^\circ\text{C}^{-1} \times 5^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 6.062 \times 10^{-4}$

温度变化对体积的影响产生的合成相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(v)_2 = \frac{u(v)_2}{v_2} = \sqrt{u^2(7) \times 2 + u^2(8) \times 6 + u^2(9) \times 6 + u^2(10) + u^2(11) + u^2(12)}$$

$$= \sqrt{6.25 \times 10^{-6}} = 0.0025$$

2.2.3.3 实验人员读数引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(v)_3$

本实验使用 100 mL A 级容量瓶 2 次, 10 mL A 级容量瓶 7 次, 10 mL 移液管 1 次, 1 mL 移液管 6 次, 共计 16 次。根据《化学分析中不确定度评估指南》, 在数据读数时, 允许有 1% 的不确定度, 按照三角分布 $k = \sqrt{6}$ 转化, 此分量因素产生的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(v)_3 = \frac{u(v)_3}{v_3} = \sqrt{\left(\frac{1\%}{\sqrt{6}}\right)^2 \times 16} = 0.016$$

综上所述, 体积因素引入的相对标准不确定度为: $u_{\text{rel}}(v) = \frac{u(v)}{v} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(v_1) + u_{\text{rel}}^2(v_2) + u_{\text{rel}}^2(v_3)}$
 $= \sqrt{0.048^2 + 0.0025^2 + 0.016^2} = 0.051$ 。

2.2.4 样品加标回收率的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(r)$

称取样品后, 经过微波消解赶酸, 消解和赶酸对铅的回收率产生一定的影响, 因此需对铅做样品加标回收率实验。植物油样品加标量为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 6 次回收率结果分别为 101.0%、99.5%、97.6%、98.8%、97.5%、96.8%, 平均回收率(r)为 98.5%,

$$\text{标准偏差为 } s(\bar{X}) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n-1}} = 1.55\% \text{ (式}$$

中: s 为标准偏差; n 为样品加标次数, 6 次; X_j 为第 j 次样品的加标回收率; \bar{X} 为样品加标回收率的平均值), 按均匀分布, 标准不确定度为 $u(r) = \frac{1.55\%}{\sqrt{3}}$
 $= 0.0090$, 则相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(r) = \frac{u(r)}{r}$
 $= \frac{0.0090}{98.5\%} = 0.0091$ 。

对平均回收率进行 t 检验, 检查测量体系是否发生偏移, 以确定检测结果是否需用回收率修正, $t = |(1-r)| / \frac{u(r)}{r} = |(1-98.5\%)| / 0.0091 = 1.62$, 小于双边临界值 $t(0.95, 5) = 2.57$, 检测结果与回收率相关性较小, 不需要用回收率进行修正。

2.2.5 合成相对标准不确定度及相对扩展不确定度

将各分量进行合成, 合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c)_0 + u_{\text{rel}}^2(m)_0 + u_{\text{rel}}^2(v)_0 + u_{\text{rel}}^2(r)}$$

$$= \sqrt{0.026^2 + 0.00070^2 + 0.051^2 + 0.0091^2} = 0.058$$

取置信区间 $p = 95\%$, $k = 2$, 则扩展不确定度为 $U = 24 \mu\text{g}/\text{kg} \times 0.058 \times 2 = 3 \mu\text{g}/\text{kg}$; 则相对扩展不确定度为 $U_{\text{rel}} = \frac{U}{24} \times 100\% = 12.5\%$ 。

2.2.6 测量不确定度报告

实验测定一级菜籽油中铅含量为 $X = (24 \pm 3) \mu\text{g}/\text{kg} = (0.024 \pm 0.003) \text{mg}/\text{kg}$ 。

3 结论

微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定食用植物油中的痕量铅的测量不确定度来源主要为计量器具校准、标准曲线拟合、实验人员读数和仪器测定重复性, 其相对标准不确定度分别为 0.048、0.022、0.016 和 0.013。本实验测定铅的扩展不确定度为 3 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 一级菜籽油中铅含量的测定结果为 $(0.024 \pm 0.003) \text{mg}/\text{kg}$ 。

参考文献:

- [1] 周玉文, 赵生国, 马宏祥, 等. 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定植物油中铅的方法研究[J]. 甘肃科技, 2018, 34(1): 17-18.
- [2] 李优琴, 童宇, 周黎, 等. 食用油中铅快速测定方法研究[J]. 江西农业学报, 2009, 21(11): 99-101.
- [3] 李安, 赵彤, 王立娜. 食用植物油中铅的测定: 电感耦合等离子体质谱法[J]. 粮油加工, 2009(12): 87-88.
- [4] 孙建刚. 微波灰化-氢化物发生原子荧光光谱法测定植物油中微量铅[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(4): 793-796.
- [5] 蒋丽, 姚浔平, 孔令威. 石墨炉原子吸收法测定食用油中铅含量前处理方法比较[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(5): 1127-1128.
- [6] 孙林超. 微波消解-原子吸收光谱法在食用油铅含量测定中的应用[J]. 中国酿造, 2008(22): 89-91.
- [7] 何兵兵, 乔晴, 王向军, 等. 超级微波消解-ICP-MS法测定食用油中铅、砷、铜[J]. 中国油脂, 2018, 43(11): 133-136.
- [8] 李韬, 蔡晶, 曹丽军. 石墨炉原子吸收光谱法直接测定植物油中的铅[J]. 实用预防医学, 2014, 21(1): 105-106.
- [9] 孙通, 刘木华, 李晓珍, 等. 一种食用油中重金属铅含量的快速高精度检测方法: CN 201510334204.3 [P]. 2017-09-19.
- [10] 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[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.