

微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中总镉、铅、铬含量的不确定度评定

胡春¹, 孙永兴¹, 许凯歌¹, 常立群², 张静^{3*}

(1. 北方民族大学宁夏分析测试中心, 银川 750020; 2. 宁夏农业勘查设计院, 银川 750002;
3. 宁夏农产品质量标准与检测技术研究所, 银川 750002)

摘要: **目的** 评估微波消解-电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定土壤中总镉(Cd)、铅(Pb)、铬(Cr)含量时的不确定度。**方法** 为确保检测结果准确可靠, 采用微波消解-电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定土壤中总镉(Cd)、铅(Pb)、铬(Cr)含量的不确定度, 并依据JJF1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》, 计算合成不确定度, 得出扩展不确定度。**结果** 影响检测结果的不确定度来源主要有标准溶液配制过程、样品重复测量和标准曲线拟合, 对Cd、Pb、Cr含量不确定度的贡献率分别为50.4%~60.3%、18.7%~26.1%、12.1%~20.4%, 样品称量和消解定容对不确定度的影响很小, 贡献率在1.5%~2%之间, 可忽略不计。**结论** 提出了有效控制不确定度的措施, 保证实验数据的可靠性, 为准确表述土壤样品中重金属含量提供了参考。

关键词: 不确定度; 电感耦合等离子体质谱法; 微波消解; 土壤

Uncertainty evaluation of the determination of Cd, Pb and Cr in soil by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

HU Chun¹, SUN Yong-Xing¹, XU Kai-Ge¹, CHANG Li-Qun², ZHANG Jing^{3*}

(1. The Analysis and Test Center of Ningxia of North Minzu University, Yinchuan 750020, China; 2. Ningxia Agricultural Institute of Survey and Design, Yinchuan 750002, China; 3. Quality Standards and Testing Institute of Agricultural Technology, Yinchuan 750002, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of total cadmium (Cd), lead (Pb) and chromium (Cr) in soil by microwave digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** To ensure the accuracy and reliability of the detection results, the uncertainty of total cadmium (Cd), lead (Pb) and chromium (Cr) in soil was determined by microwave digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) and according to JJF1059.1-2012 *Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement* the synthetic uncertainty was calculated and the extended uncertainty was obtained. **Results** The main sources of uncertainty were the standard curve preparation the repeatability measurement of samples and the standard curve fitting the contribution rates to the uncertainty of Cd, Pb and Cr were 50.4%~60.3%, 18.7%~26.1% and 12.1%~20.4%. The influence of sample weighing and resolution volume for the uncertainty was small and the contribution rate was between 1.5%~2%, which could be ignored. **Conclusion** The effective measures to control uncertainty were put forward, which ensured the reliability of the experimental data and provided the reference for the accurate representation of the heavy metal content in soil

KEY WORDS: uncertainty; inductively coupled plasma mass spectrometry; microwave digestion; soil

基金项目: 宁夏农林科学院科技创新引导基金项目(NKYG-24-13)

Fund: Supported by Science and Technology Innovation Guidance Fund Project of NingXia Academy of Agriculture and Forestry Sciences (NKYG-24-13)

*通信作者: 张静, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 农产品及产地环境质量安全风险评估。E-mail: 943370148@qq.com

*Corresponding author: ZHANG Jing, Master, Assistant Researcher, Quality Standards and Testing Institute of Agricultural Technology, Yinchuan 750002, China. E-mail: 943370148@qq.com

0 引言

随着人们生活水平和环保意识的提高,人们越来越重视土壤中重金属污染的问题。在实际生活过程中,各类农业活动产生的废水、肥料以及农膜等农业投入品的施用,均会造成农田土壤重金属的累积。由于重金属元素具有不可降解、隐蔽性、滞后性和累积性等特点,极有可能通过食物链在人体内进行富集而危害健康。为了对土壤质量实施有效的监管,保障生态环境和人居环境的安全^[1],分析土壤中有害金属元素显得尤为重要。

GB 15618—2018《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准(试行)》^[2]明确规定了土壤中镉、铅、铬的风险管制值。电感耦合等离子体质谱法具有高灵敏度、低检出限、干扰少、检测时间短等特点,适合无机痕量元素的分析检测^[3]。根据省级土壤检测指标数据阈值,并结合以往大量检测数据,发现个别土壤样品中铅镉铬含量接近阈值上限,因此,有必要针对性地对接近我省土壤污染风险管控值的重金属污染物项目镉铅铬的测定含量进行不确定度评定。虽然已有相关报道有关电感耦合等离子体质谱法和光谱法测定土壤中的微量元素的不确定度评定^[4-8],测定项目主要为铬铜砷铅、铅、铅镉等,但暂未发现有关于微波消解-电感耦合等离子体质谱法对土壤中铅镉铬 3 种含量的不确定度同时报道的文章。本文依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》^[9]中的相关规定,结合实际,有针对性地建立了微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中总镉、铅、铬的含量的不确定度的评定方法,以期对土壤环境质量监测、土壤污染风险管控提供科学依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪: NexION 1000G 型, 珀金埃尔默公司。

微波消解仪: Multiwave 3000 型, 奥地利安东帕公司。

电子分析天平: ME614S 型, 德国赛多利斯公司。

镉、铅、铬单元素标准储备溶液: 浓度均为 1000 μg/mL, 钢研纳克检测技术服务有限公司。

铊内标储备溶液: 浓度为 1000 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心。

硝酸: 优级纯, 北京化学试剂研究所有限责任公司。

氢氟酸、30% 双氧水: 优级纯, 国药集团化学试剂有限公司。

土壤标准物质: GBW07408 (GSS8), 中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所。

实验室用水由北京普析纯水机制得, 符合二级水的技术要求。

根据元素分析要求, 所有器皿均需经 20% 的硝酸溶液浸泡过夜, 清洗后备用。

1.2 标准溶液配制

1.2.1 标准中间液

准确吸取 1.00 mL 的 1000 μg/mL 镉标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(硝酸: 水 = 1: 99, 体积比, 下同)定容至刻度, 混匀, 即质量浓度为 10.00 μg/mL 的镉标准溶液, 编号为 BY0413001。再分别吸取 1.00 mL 镉标准溶液(10.00 μg/mL)、1.00 mL 铅标准溶液(1000 μg/mL)、2.00 mL 铬标准溶液

(1000 μg/mL) 于同一支 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(1: 99)定容至刻度, 混匀, 即质量浓度为 0.10 μg/mL 镉、10.00 μg/mL 铅、20.00 μg/mL 铬混合标准溶液, 编号为 BY0413002。

1.2.2 曲线系列标准工作溶液

准确吸取编号为 BY0413002 的混合标准溶液 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL, 分别置于 7 支 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(1: 99)定容至刻度, 混匀, 得到系列浓标准工作溶液, 浓度见表 1。

表 1 各元素标准工作溶液系列浓度

Table 1 Standard working solution series concentration of each element

元素	标准溶液浓度(μg/L)						
镉(Cd)	0.00	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
铅(Pb)	0.00	10.0	20.0	40.0	60.0	80.0	100
铬(Cr)	0.00	20.0	40.0	80.0	120.0	160	200

1.2.3 内标标准使用液

准确吸取 0.50 mL 的 1000 μg/mL 铊标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(1: 99)定容至刻度, 混匀, 即质量浓度为 5.00 μg/mL 的铊标准溶液, 编号为 BY0413003。再吸取 1.00 mL 铊标准溶液(5.00 μg/mL)于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(1: 99)定容至刻度, 混匀, 即质量浓度为 50.0 μg/L 铊内标标准使用液。

1.3 试样制备

称取 0.1 g (精确至 0.0001 g) 土壤样品于微波消解罐中, 加入 6.0 mL 硝酸在赶酸仪中预消解 20 min 后, 取下冷却后加入 2.5 mL 氢氟酸和 0.5 mL 双氧水, 按程序(见表 2)进行微波消解。消解程序结束后, 将消化液赶酸浓缩至 0.5 mL 左右, 滴加少量硝酸溶液(1: 99)加热溶解后转移至 50 mL 容量瓶中, 并用硝酸溶液(1: 99)少量多次反复洗涤消解管, 合并洗液并定容至刻度, 混匀, 待测; 同时做全程程序空白。每个样品做 10 次室内平行。

表 2 微波消解程序

Table 2 Microwave digestion program

步骤	温度(°C)	升温时间(min)	保持时间(min)
1	120	5	5
2	150	5	5
3	180	5	20

1.4 仪器分析条件

利用 ICP-MS 进行土壤样品测定, 测定条件见表 3。

表 3 ICP-MS 工作条件

Table 3 The working parameters of the ICP-MS instrument

序号	参数	设定条件
1	RF 功率	1500 W
2	等离子体气流量	15.0 L/min
3	雾化器流量	0.85 L/min
4	辅助气流量	1.20 L/min
5	反应池工作模式	KED
6	测定同位素	¹¹¹ Cd、 ²⁰⁸ Pb、 ⁵² Cr
7	内标元素	¹⁰³ Rh, 在线加入
8	重复次数	3 次

2 结果与分析

2.1 数学模型建立

土壤中各元素含量 (mg/kg) 的计算公式:

$$X = \frac{c \times V \times f}{m \times 1000} \quad (1)$$

其中, X ——样品中各元素的含量 (mg/kg);

c ——待测样品中各元素的含量 ($\mu\text{g/L}$), 已扣除空白;

V ——为样品消解液定容体积 (mL);

f ——稀释倍数;

m ——样品称样质量 (g)。

2.2 不确定度的来源分析

分析上述实验过程, 总结出本实验各标准不确定度的主要来源及评定方式见表 4。

表 4 标准不确定度分量表
Table 4 Standard uncertainty components

分量	来源	评定方式
U_{rel1}	样品称量过程	B 类
U_{rel2}	样品消解定容	B 类
U_{rel3}	标准溶液配制	B 类
U_{rel4}	标准曲线拟合	A 类
U_{rel5}	样品重复测定	A 类

2.3 不确定度分量来源的计算

2.3.1 样品称取质量 m 引入的不确定度 U_{rel1}

称样的不确定度包括天平称量误差和称量重复性引入的不确定度两个分量。依据 JJG 1036—2008《电子天平计量检定规程》^[10], 本实验室使用的经检定合格的万分之一电子天平的可读性为 0.1 mg, 考虑矩形分布, 取 $K = \sqrt{3}$, $U_{\text{可读}} = 0.1 / K = 0.0577 \text{ mg}$ 。称量过程包括清零和称样, 故 $U_{\text{称量}} = \sqrt{2 \times 0.0577^2} = 0.0816 \text{ mg}$, 本次实验称取的土壤样品的平均质量约 0.1000 g, 得出样品称样质量 m 引入的相对标准不确定度 U_{rel1} 。

$$U_{\text{rel1}} = \frac{U_{\text{称量}}}{m} = 0.000816 \quad (2)$$

2.3.2 样品消解定容体积 V 引入的不确定度 U_{rel2}

样品消解定容的不确定度包括定容误差和温度引入的不确定度两个分量。依据 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[11], 本实验室使用的经检定合格的 A 级 50 mL 容量瓶在 20°C 的最大允许误差为 $\pm 0.05 \text{ mL}$, 考虑三角分布, 取 $K = \sqrt{6}$, 标准不确定度 $U(V) = 0.0204 \text{ mL}$, 相对标准不确定度为 $U_{\text{rel}}(V) = 0.000408$ 。实验室的温度一般都控制在 $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ 范围内, 按照矩形分布, $K = \sqrt{3}$, 查 20°C 水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, 故由温度造成的标准不确定度 $U(T) = (2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 50) / K = 0.0303 \text{ mL}$, 相对标准不确定度 $U_{\text{rel}}(T) = 0.000606$ 。合并两个分量得到定容体积 V 的相对标准不确定度 U_{rel2} 。

$$U_{\text{rel2}} = \sqrt{[U_{\text{rel}}(V)]^2 + [U_{\text{rel}}(T)]^2} = 0.000731 \quad (3)$$

2.3.3 标准工作溶液配制引入的不确定度 U_{rel3}

工作液配制引入的不确定度包括标准储备液本身和逐级稀释配制过程引入的不确定度两个分量。

(1) 标准储备液的不确定度

查标准物质证书, 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的 Cd、Pb、Cr 单元素标准储备液的相对扩展不确定度为 0.7% ($K=2$), 则其相对标准不确定度 $U_{\text{储备液}} = 0.7\% / K = 0.0035$ 。

(2) 逐级稀释配制引入的不确定度

逐级稀释配制引入的不确定度主要包括分度吸量管、容量瓶和温度变化引入的不确定度三个分量。

Cd、Pb、Cr 3 种元素混合标准液系列的配制过程中, 所用到的 A 级分度吸量管和 A 级容量瓶引入的不确定度所使用的量具按照 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[11] 的要求, 得出量具的最大允许误差, 参照 A 级 50 mL 容量瓶引入的相对不确定度进行计算, 各量具对应的相对不确定分量见表 5。

由于配制的室内温度与检定证书提供的温度均为 20.0°C, 因此可忽略由温度引起的不确定度。由分度吸量管和容量瓶引起的合成不确定度见表 6。

因此, 3 种元素混合标准溶液系列配制过程中, 所用的量器校准引入的合成的相对标准不确定度 $U_{\text{配制}}$ 为:

$$U_{\text{配制}}(\text{Cd}) = \sqrt{U_1^2 \times 2 + U_3^2 + U_4^2 + U_5^2 + U_6^2 + U_7^2 + U_8^2 + U_9^2} = 0.0251 \quad (4)$$

$$U_{\text{配制}}(\text{Pb}) = \sqrt{U_1^2 + U_3^2 + U_4^2 + U_5^2 + U_6^2 + U_7^2 + U_8^2 + U_9^2} = 0.0249 \quad (5)$$

$$U_{\text{配制}}(\text{Cr}) = \sqrt{U_2^2 + U_3^2 + U_4^2 + U_5^2 + U_6^2 + U_7^2 + U_8^2 + U_9^2} = 0.0248 \quad (6)$$

则由标准工作溶液配制引入的不确定度 U_{rel3} 为:

$$U_{\text{rel3}}(\text{Cd}) = \sqrt{[U_{\text{配制}}(\text{Cd})]^2 + U_{\text{储备液}}^2} = 0.00251 \quad (7)$$

同理得出, $U_{\text{rel3}}(\text{Pb}) = 0.0249$, $U_{\text{rel3}}(\text{Cr}) = 0.0248$

2.3.4 标准溶液浓度 c 的不确定度 (即标准曲线产生的 A 类不确定度) U_{rel4}

相同仪器条件下, 采用内标法测定 7 个不同浓度的混合标准系列工作溶液, 每个浓度点测量 3 次, 得到所测元素 Cd、Pb、Cr 的质谱强度与内标 Rh 的质谱强度二者的比率 y , 以 y 为纵坐标, 标准溶液质量浓度为横坐标 x , 采用最小二乘法进行拟合, 得出线性方程 $y = bx + a$ (b 为标准曲线的斜率, a 为标准曲线的截距) 及其线性相关系数 r , 结果见表 7。

表 5 量具校准引入的不确定度

Table 5 The uncertainty of measuring tool calibration

移取/定容 体积(mL)	量具(A级)	最大允差 (mL)	K	标准不确定 度(mL)	相对 不确定度
0.10	0.5 mL 分度吸量管	± 0.005	$\sqrt{6}$	0.00204	0.0204
0.20	0.5 mL 分度吸量管	± 0.005	$\sqrt{6}$	0.00204	0.0102
0.40	0.5 mL 分度吸量管	± 0.005	$\sqrt{6}$	0.00204	0.0051
0.50	0.5 mL 分度吸量管	± 0.005	$\sqrt{6}$	0.00204	0.00408
0.60	1.0 mL 分度吸量管	± 0.008	$\sqrt{6}$	0.00327	0.00545
0.80	1.0 mL 分度吸量管	± 0.008	$\sqrt{6}$	0.00327	0.00409
1.00	1.0 mL 分度吸量管	± 0.008	$\sqrt{6}$	0.00327	0.00327
2.00	2.0 mL 分度吸量管	± 0.012	$\sqrt{6}$	0.0049	0.00245
100.00	100 mL 容量瓶	± 0.10	$\sqrt{6}$	0.0408	0.000408

表 6 标准系列配制过程中量具校准引入的不确定度

Table 6 The uncertainty of measuring tool calibration during the preparation of standard

不确定度分量	移取体积(mL)	定容体积(mL)	使用的量具	相对标准不确定度
U_1	1.00	100.00	1.0 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00330
U_2	2.00	100.00	2.0 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00248
U_3	0.00	100.00	100 mL 容量瓶	0.000408
U_4	0.10	100.00	0.5 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.0204
U_5	0.20	100.00	0.5 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.0102
U_6	0.40	100.00	0.5 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00512
U_7	0.50	100.00	0.5 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00410
U_8	0.60	100.00	1.0 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00547
U_9	0.80	100.00	1.0 mL 分度吸量管, 100 mL 容量瓶	0.00411

表 7 标准曲线拟合引入的不确定度

Table 7 Uncertainty introduced by standard curve fitting

	$y=bx+a$	r	b	s	Sxx	$c_0(\mu\text{g/L})$	$\bar{c}(\mu\text{g/L})$	$u_{\text{曲线}}$	U_{rel4}
Cd	$y=0.003x+0.000$	0.9998	0.003	0.000155	0.6083	0.261	0.517	0.00265	0.0102
Pb	$y=0.021x+0.000$	0.99997	0.021	0.010499	6083	40.9	51.7	0.209	0.00511
Cr	$y=0.010x+0.000$	0.99999	0.010	0.0216	24333	135.6	103.3	0.961	0.00709

利用贝塞尔公式计算残差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i)^2}{n-2}} \quad (8)$$

式中: y_i ——第 i 个校准标准溶液所测的离子计数; x_i ——第 i 个校准标准溶液的浓度; a ——截距; b ——斜率; n ——为标准溶液的总测量次数, $n=18$;

$$Sxx = \sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2 \quad (9)$$

$$u_{\text{曲线}} = \frac{s}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{Sxx}} \quad (10)$$

p 为待测样品的测量次数, $p=10$; c_0 样品消解液平均浓度 ($\mu\text{g/L}$); \bar{c} 为标准溶液的平均浓度 ($\mu\text{g/L}$)。

相对不确定度 $U_{\text{rel4}}=u_{\text{曲线}}/c_0$

2.3.5 重复测量引入的不确定度 U_{rel5}

相同实验条件下对样品进行 10 次重复测定 ($n=10$), 测定结果的均值 \bar{X} 、标准偏差 S 、标准不确定度 U_5 、相对标准不确定度 U_{rel5} 见表 8。

$$U_5 = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (11)$$

$$U_{\text{rel5}} = \frac{U_5}{\bar{X}} \quad (12)$$

2.4 合成标准不确定度 $U_{\text{rel合成}}$ 及扩展不确定度 U 的计算

本次实验测定为正态分布, 取包含因子 $K=2(95\%$ 置信水平), 利用以下公式得出, 用微波消解-电感耦合等离子体质谱仪测

定土壤中 Cd、Pb、Cr 含量的扩展不确定度及最终结果的表示形式, 具体见表 9。

$$U_{\text{rel}} = \sqrt{\sum_{i=1}^n U_{\text{rel}i}^2} \quad (13)$$

$$U_{\text{rel合成}} = 2 \times \bar{X} \times U_{\text{rel}} \quad (14)$$

$$U = 2 \times U_{\text{rel合成}} \quad (15)$$

表 8 样品重复性测定结果

Table 8 Repeatability determination results of sample

测定次数	Cd(mg/kg)	Pb(mg/kg)	Cr(mg/kg)
1	0.138	19.5	65.4
2	0.135	19.7	65.1
3	0.136	19.5	66.9
4	0.134	21.3	68.1
5	0.125	20.6	67.7
6	0.130	21.4	68.4
7	0.124	20.4	70.2
8	0.132	20.5	67.4
9	0.125	20.9	68.2
10	0.125	20.7	69.8
均值 \bar{X} (mg/kg)	0.130	20.4	67.7
标准偏差 S	0.00533	0.692	1.64
标准不确定度 U_5	0.00169	0.219	0.52
相对标准不确定度 U_{rel5}	0.0130	0.0107	0.00768

表 9 不确定度分量统计一览表

Table 9 Table of uncertainty degree component list

类别	元素	U_{rel1}	U_{rel2}	U_{rel3}	U_{rel4}	U_{rel5}
相对不确定度	Cd	0.000816	0.000731	0.0251	0.0102	0.0130
	Pb	0.000816	0.000731	0.0249	0.00511	0.0107
	Cr	0.000816	0.000731	0.0248	0.00709	0.00768
贡献率(%)	Cd	1.6	1.5	50.4	20.4	26.1
	Pb	1.9	1.8	58.9	12.1	25.3
	Cr	2.0	1.8	60.3	17.2	18.7
合成不确定度 $U_{\text{rel合成}}$ (mg/kg)	Cd			0.0078		
	Pb			0.563		
	Cr			1.82		

续表

类别	元素	U_{rel1}	U_{rel2}	U_{rel3}	U_{rel4}	U_{rel5}
扩展不确定度 U (mg/kg)	Cd	0.00782		最终结果表示 (mg/kg)		0.130±0.0078
	Pb	1.13				20.4±1.13
	Cr	3.64				67.7±3.64

3 讨论与结论

通过分析不确定来源,评估了微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中Cd、Pb、Cr含量的5个方面的不确定度。结果显示,影响检测结果的不确定度来源主要有标准溶液配制过程、样品重复测量、标准曲线拟合。其中对不确定度的贡献最大的是标准溶液配制过程,贡献率达50%以上;其次是样品重复测量和标准曲线拟合,贡献率分别为18.7%~26.1%、12.1%~20.4%;样品称量及消解定容对不确定度的影响很小,贡献率在1.5%~2%之间,可以忽略不计。樊霞、葛福玲等人^[12-15]研究结果显示,标准溶液配制过程为不确定度的主要来源。对于电感耦合等离子体质谱法分析检测中标准溶液曲线拟合、标准工作溶液配制、测量重复性为不确定度的主要来源,而样品称量和消解液的定容的影响可忽略不计,相关文献均有报道^[16-19]。

为最大程度减小实际测量过程中的不确定度,可通过选择合适的分度吸量管,规范准确配制系列标准工作溶液,减少标准曲线配制和拟合引入的误差。可以采用称量法提高系列标准工作溶液配制的准确度,所得标准曲线的不确定度比使用容量法配制时更小^[19]。本试验中,Cd测定的平均质量浓度为0.261 μg/L,系列标准工作溶液的浓度为0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μg/L,处于标准曲线低浓度点附近,可通过根据样品的实际含量选择合适的标准工作溶液浓度的范围,使样品浓度尽可能处于曲线系列浓度的中间范围,可大大降低测量结果的不确定度。同样,测量重复性产生的不确定度可通过选择合适的消解程序和增加仪器的扫描次数等方法进行合理控制,提高检测数据的准确性。

参考文献

- [1] 陈灿,刘慧娟,曾俊,等.响应面法优化土壤和沉积物中多种金属元素测定及其不确定度评定[J].环境污染与防治,2022,44(09):1142-1147.
- [2] 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准(试行):GB 15618—2018[S].北京:生态环境部,2018.
- [3] 胡文辉,钱非,朱洪亮,等.微波消解电感耦合等离子体质谱法测定大米中镉的不确定度评定[J].化学分析计量,2023,32(09):106-110.
- [4] 王攀峰,邵文亮,薛志伟,等.电感耦合等离子体质谱法测量土壤样品中钷和镉的不确定度评定[J].化学分析计量,2023,32(07):100-103.
- [5] 张辰凌,刘佳,韩梅,等.电感耦合等离子体光谱法测定土壤中镍的不确定度评定[J].化学分析计量,2023,32(01):88-91.
- [6] 穆琳,柳玲,张静,等.电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中金属元素含量的不确定度评定[J].四川环境,2022,41(01):7-12.
- [7] 刘卫,段路路,翟帅,等.微波消解-电感耦合等离子体质谱法

测定土壤样品中重金属含量的不确定度评定[J].肥料与健康,2021,48(01):67-74.

- [8] 杜玉杰,汪宏杰,王丽娜,等.电感耦合等离子体质谱法测定土壤样品中铅含量的不确定度评定[J].河南化工,2019,36(05):50-54.
- [9] 国家市场监督管理总局.测量不确定度评定与表示:JJF 1059.1—2012[S].北京:中国质检出版社,2012.
- [10] 国家市场监督管理总局.电子天平检定规程:JJG 1036—2008[S].北京:中国计量出版社,2008.
- [11] 国家市场监督管理总局.常用玻璃量器检定规程:JJG 196—2006[S].北京:中国计量出版社,2006.
- [12] 樊霞,彭强,徐思远,等.火焰原子吸收光谱法测定饲料中铜含量的不确定度评定[J].农产品质量与安全,2016,(05):47-51.
- [13] 葛福玲,褚琳琳,王丽霞.全自动消解-ICP-MS法测定土壤镉铅的不确定度评定[J].河北环境工程学院学报,2022,32(06):72-77.
- [14] 曹慧.分光光度法测定甲醛吸收液中二氧化硫的不确定度评定[J].实验室检测,2024,2(07):145-148.
- [15] 陈成瑶,张泾凯.离子色谱法测定饮用水中高氯酸盐不确定度评定[J].实验室检测,2024,2(07):157-160.
- [16] 饶琛,张维波,陈翔,等.微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定香菇中总砷含量的不确定度评定[J].广州化工,2022,50(16):109-111,127.
- [17] 巩佳孙,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].农产品质量与安全,2020,(02):42-48.
- [18] 刘松,周富强,黄凤红.微波消解ICP-MS测定大米中铅和镉的不确定度评定[J].中国口岸科学技术,2020,(11):48-52.
- [19] 卢秋,姚苏芝,梁晓曦,等.电感耦合等离子体质谱法测定固体废物中镉的不确定度评定[J].化学分析计量,2024,33(03):115-120.

作者简介



胡春, 硕士, 农业工程师, 研究方向: 农产品及产地环境质量安全分析。



张静, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 农产品及产地环境质量安全风险评估。