

## 原子荧光光谱法测定食品中汞含量的不确定度初探

阎军 徐超一 金雨琴

(北京出入境检验检疫局技术中心 北京 100029)

**摘要** 本文在应用原子荧光光谱法测定食品中汞含量,对逐级稀释配制的单元素标准溶液测量过程等进行全面分析,从不确定度来源和量化不确定度分量等方面进行研究。

**关键词** 原子荧光光谱法 食品 汞 不确定度

人们在实际的分析中往往不能得到真值,而只能对其作出相对准确的估计。如何正确表达这种含有误差的分析结果?如何评价结果的可靠程度?这在理化检验及分析测试工作中是十分重要的问题。已往习惯用误差、准确度的概念来描述测量的准确程度。而使用不确定度概念,它是用定量的数据来描述的,因而,它较好的表达测定结果分散程度。

本文应用原子荧光光谱法测定食品中汞含量,本实验室的工作环境温度19℃~25℃,相对湿度≤85%,单元素标准溶液通过逐级稀释配制成标准系列等因素,并对其测量过程进行全面分析,从不确定度来源和量化不确定度分量等方面进行研究。

### 1 方法及原理

称取固体样品0.20~2.00g,液体样品2.00~10.00g(或mL),置于50~100mL消化容器中(锥形瓶),然后加入硝酸十高氯酸(4+1)混合酸5~10mL摇匀浸泡,盖上表面皿,放置过夜。次日置于电热板上加热消解,至消化液呈淡黄色或无色(如消解过程色泽较深,稍冷补加少量硝酸,继续消解),至消解液0.5~1.0mL止,冷却后用少量水转入25mL容量瓶中,摇匀。同时做试剂空白。样品经酸热消化后,在酸性介质中,样品中的汞与硼氢化钠(NaBH<sub>4</sub>)或硼氢化钾(KBH<sub>4</sub>)反应生成挥发性汞。以氩气为载气,将其导入电热石英原子化器中原子化,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态;在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,根据标准系列进行定量。

### 2 数学模型

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times d \times f_{\text{均}} \times f_{\text{容器}} \times f_{\text{仪}} \times f_{\text{天}} \quad (1)$$

式中,X——样品中汞的含量,mg·kg<sup>-1</sup>(或mg·L<sup>-1</sup>)

$C$ ——样品消化液测定浓度,ng·mL<sup>-1</sup>  
 $C_0$ ——试剂空白液测定浓度,ng·mL<sup>-1</sup>  
 $V$ ——样品消化液总体积,mL  
 $m$ ——样品质量(体积),g(或mL)  
 $d$ ——量值为1的样品被稀释的因子(不稀释时可忽略)  
 $f_{\text{均}}$ ——被分析样品的均匀性因子  
 $f_{\text{容器}}$ ——分析过程所用吸管、容量瓶及比色管因子  
 $f_{\text{仪}}$ ——仪器因子  
 $f_{\text{天}}$ ——天平因子

### 3 不确定度的分量来源分析和计算

X的不确定度由二个部分构成,1.由5种标准溶液的浓度-荧光强度拟合的直线求得X时测量所产生的不确定度;2.由标准储备液配制成5种浓度标准溶液时所产生的不确定度。

用原子荧光光谱法测定X,为了校准原子荧光光谱仪,采用标准储备液1000±1μg·mL<sup>-1</sup>配制5种标准溶液,其浓度分别为0.0050、0.010、0.020、0.030、0.040μg·mL<sup>-1</sup>。用原子荧光光谱法对上述6种标准溶液测定荧光强度(I<sub>f</sub>),每个浓度测定3次(见表1)。在测量过程中的不确定度因素包括:

- (1) 回归曲线产生的不确定度  $U_1 = U(y/x)$
- (2) 测量标准产生的不确定度  $U_2$
- (3) 仪器产生的不确定度  $U_3$
- (4) 重复测量产生的不确定度  $U_4$

各种浓度下荧光强度的测量值见表1。

表1 各浓度下荧光强度测量值

浓度 /μg·mL <sup>-1</sup>	荧光强度 / I <sub>f</sub>				平均值
	1	2	3		
0.0050	505.1	506.5	505.9		505.8
0.010	1054.2	1062.3	1057.5		1058.0
0.020	2321.6	2323.7	2325.9		2323.7
0.030	3421.9	3437.7	3426.6		3428.7
0.040	4587.5	4590.3	4589.4		4589.1

### 3.1 来源于回归曲线产生的不确定度 $U_1$

建立回归工作曲线:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^s X_i}{m} = 21.0 \text{ } (\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$$

式中,  $m$  为标准溶液浓度水平的个数。

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^{15} Y_i}{m \times n} = 2381.7 \text{ (If)}$$

式中,  $n$  为每个标准溶液浓度水平的个数。

$$r = \frac{\sum (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\left[ \left( \sum_i (X_i - \bar{X})^2 \right) \left( \sum_i (Y_i - \bar{Y})^2 \right) \right]^{1/2}} = 0.9998$$

$$b = \frac{\sum (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_i (X_i - \bar{X})^2} = 117.1$$

$$a = \bar{Y} - b\bar{X} = 2381.7 - 117.1 \times 21.0 = -77.4$$

由表 1 中数据进行线性拟合得如下直线方程:

$$A = 117.1 C - 77.4 \quad (2)$$

$$\text{记 } B_1 = 117.1 \quad B_0 = -77.4$$

其中  $C$ ——溶液浓度

$A$ ——溶液的荧光强度

对  $C_{20.0}$  进行 2 次原子荧光光谱法测量, 由荧光强度通过直线方程求得  $C_{20.0} = 21.0 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 则  $C_{20.0}$  的标准不确定度为:

$$U_{(c_{20.0})} = \frac{s_R}{B_1} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{\sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2}} \quad (3)$$

式中,  $B_1 = 117.1$

$$s_R = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B_0 + B_1 C_j)]^2}{n-2}} = 38.38$$

$P=2$  (对  $C$  进行 2 次测量)

$n=15$  (每个浓度进行 3 次测量共  $3 \times 5=15$ )

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^{15} C_i}{15} = 21.0 \text{ } (\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$$

$$\sum_{j=1}^{15} (C_j - \bar{C})^2 = 2.5 \times 10^8$$

将上述各值代入 (2) 式得出:

$$u(C) = 0.207 \text{ } (\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$$

相对标准不确定度为

$$u(C)/C = 0.0095$$

将上述值放入表 1 标准溶液为例。中间计算结果一览表(见表 2)。

表 2 中间计算结果一览表

A	C	B+BC	[A-(B+BC)]
505.1	5.0	511.1	36
506.5	5.0	511.1	21.16
505.9	5.0	511.1	27.04
1054.2	10.0	1099.6	2061.16
1062.3	10.0	1099.6	1391.29
1057.5	10.0	1099.6	1772.41
2321.6	20.0	2276.6	2025
2323.7	20.0	2276.6	2218.41
2325.9	20.0	2276.6	2430.49
3421.9	30.0	3453.6	1004.89
3437.7	30.0	3453.6	252.81
3426.6	30.0	3453.6	729
4587.5	40.0	4630.6*	1857.61
4590.3	40.0	4630.6	1624.09
4589.4	40.0	4630.6	1697.44

### 3.2 来源于标准储备液配制标准溶液产生的不确定度 $U_2$

以  $20.0 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$  标准液为例, 阐述不确定度的大小。

将储备液  $1000 \pm 1 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  按  $1:10$ , 再  $1:10$  然后  $1:10$  分三次最终稀释得到  $20.0 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$  标准溶液。故

$$C_{20.0} = C_{\text{储备}} / (f_{10} \times f_{10} \times f_{10} \times f_5 \times f_{25}) \quad (4)$$

其中,  $C_{20.0}$ —— $20.0 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$  溶液浓度

$C_{\text{储备}}$ ——储备液浓度

$$f = V_f / V_I$$

$f$ ——稀释因子

$V_f$ ——稀释前体积

$V_I$ ——稀释后体积

在配制标准使用液的过程中,  $1:10$  稀释是采用  $10\text{mL}$  移液管和  $100\text{mL}$  容量瓶来完成的;  $1:10$  稀释是采用  $1\text{mL}$  移液管和  $100\text{mL}$  容量瓶来完成的; 故

$$f_{10} = V_{100} / V_{10} = 10 \quad (5)$$

$$f_{10} = V_{100} / V_I = 100 \quad (6)$$

在配制标准系列的过程中,  $1:5$  稀释是采用  $5\text{mL}$  吸移液管和  $25\text{mL}$  比色管来完成的;  $1:2.5$  稀释是采用  $10\text{mL}$  吸移液管和  $25\text{mL}$  比色管来完成的; 故

$$f_5 = V_{25} / V_5 = 5 \quad (7)$$

$$f_{25} = V_{25} / V_{10} = 2.5 \quad (8)$$

对 10mL、1mL 移液管、100mL 容量瓶、5mL、10mL 吸移液管和 25mL 比色管进行不确定度分析, 由标定、刻度充满及校准和使用温度三个不确定度来源合成给出  $V_{100}$ 、 $V_5$ 、 $V_{10}$ 、 $V_5$ 、 $V_1$  的不确定度列表 3。

表 3 移液管、吸移液管、比色管和容量瓶的不确定的

项目	描述	$u(V_i)/\text{mL}$	相对标准不确定度 $u(V_i)/V_i$
$V_1$	1mL 移液管	0.0059	0.00059
$V_5$	5mL 吸移液管	0.026	0.0026
$V_{10}$ 吸	10mL 吸移液管	0.051	0.0051
$V_{10}$	10mL 移液管	0.050	0.0050
$V_{25}$	25mL 比色管	0.16	0.0064
$V_{100}$	100mL 容量瓶	0.50	0.0050

(1) 10mL 移液管的标准不确定度  $u(V_{10})$

该不确定度包括三个部分: 1) 溶液体积的不确定度, 由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%, 此不确定度为 B 类, 按正态分布换算成标准偏差为  $10 \times 1\% / 2 = 0.05\text{mL}$ 。2) 在定容体积至移液管刻度的变动性, 通过重复性称量进行统计, 重复 10 次统计出标准偏差为  $0.0055\text{mL}$ 。3) 移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度, 温度相差  $3^\circ\text{C}$ , 对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ , 则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.0063\text{mL}$ , 转换成标准偏差为  $0.0063 / 1.96 = 0.0032\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_{10}) = \sqrt{(0.05)^2 + (0.0055)^2 + (0.0032)^2} = 0.050\text{mL}$$

(2) 1mL 移液管的标准不确定度  $u(V_1)$

该不确定度包括三个部分: 1) 溶液体积的不确定度, 由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%, 此不确定度为 B 类, 按正态分布换算成标准偏差为  $1 \times 1\% / 2 = 0.0050\text{mL}$ 。2) 在定容体积至移液管刻度的变动性, 通过重复性称量进行统计, 重复 10 次统计出标准偏差为  $0.0032\text{mL}$ 。3) 移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度, 温度相差  $3^\circ\text{C}$ , 对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ , 则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 1 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.00063\text{mL}$ , 转换成标准偏差为  $0.00063 / 1.96 = 0.00030\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_1) = \sqrt{(0.0050)^2 + (0.0032)^2 + (0.00030)^2} = 0.0059\text{mL}$$

(3) 5mL 吸移液管的标准不确定度  $u(V_5)$

该不确定度包括三个部分(1)溶液体积的不确定度, 由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%, 此不确定度为 B 类, 按正态分布换算成标准偏差为  $5 \times 1\% / 2 = 0.025\text{mL}$ 。(2)在定容体积至移液管刻度的变动性, 通过重复性称量进行统计, 重复 10 次统计出标准偏差为  $0.0055\text{mL}$ 。(3)移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度, 温度相差  $3^\circ\text{C}$ , 对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ , 则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 5 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.0032\text{mL}$ , 转换成标准偏差为  $0.0032 / 1.96 = 0.0016\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_5) = \sqrt{(0.025)^2 + (0.0055)^2 + (0.0016)^2} = 0.026\text{mL}$$

(4) 10mL 吸移液管的标准不确定度  $u(V_{10})$

该不确定度包括三个部分: (1) 溶液体积的不确定度, 由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%, 此不确定度为 B 类, 按正态分布换算成标准偏差为  $10 \times 1\% / 2 = 0.05\text{mL}$ 。(2) 在定容体积至移液管刻度的变动性, 通过重复性称量进行统计, 重复 10 次统计出标准偏差为  $0.0086\text{mL}$ 。(3) 移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度, 温度相差  $3^\circ\text{C}$ , 对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ , 则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 10 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.0063\text{mL}$ , 转换成标准偏差为  $0.0063 / 1.96 = 0.0032\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_{10}) = \sqrt{(0.05)^2 + (0.0086)^2 + (0.0032)^2} = 0.051\text{mL}$$

(5) 100mL 容量瓶的标准不确定度  $u(V_{100})$

该不确定度包括三个部分: 1) 容量瓶体积的不确定度, 由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%, 此不确定度为 B 类, 按正态分布换算成标准偏差为  $0.50\text{mL}$ 。2) 在定容体积至移液管刻度的变动性, 通过重复性称量进行统计, 重复 10 次统计出标准偏差为  $0.025\text{mL}$ 。3) 移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度, 温度相差  $3^\circ\text{C}$ , 对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ , 则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 100 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.063\text{mL}$ , 转换成标准偏差为  $0.063 / 1.96 = 0.032\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_{100}) = \sqrt{(0.50)^2 + (0.025)^2 + (0.0032)^2} = 0.50\text{mL}$$

(6) 25mL 比色管的标准不确定度  $u(V_{25})$

该不确定度包括三个部分:1) 比色管体积的不确定度,由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 1%,此不确定度为 B 类,按正态分布换算成标准偏差为  $0.13\text{mL}$ 。2) 在定容体积至移液管刻度的变动性,通过重复性称量进行统计,重复 10 统计出标准偏差为  $0.097\text{mL}$ 。3) 移液管和溶液的温度与校正时温度不同引起的体积不确定度,温度相差  $3^\circ\text{C}$ ,对水体积膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ ,则 95% 置信概率下体积的变化区间为  $\pm 25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.016\text{mL}$ ,转换成标准偏差为  $0.016 / 1.96 = 0.0082\text{mL}$ 。

以上三项总合得出:

$$u(V_{25}) = \sqrt{(0.13)^2 + (0.097)^2 + (0.0082)^2} = 0.16\text{mL}$$

由公式(5)推算可得下式:

$$u(f_{10}) = \sqrt{[u(V_{100})/100]^2 + [u(V_{10})/V_{10}]^2} = 0.0071$$

由公式(6)推算可得下式:

$$u(f_{100}) = \sqrt{[u(V_{100})/100]^2 + [u(V_{10})/V_{10}]^2} = 0.0050$$

由公式(7)推算可得下式:

$$u(f_5) = \sqrt{[u(V_{25})/25]^2 + [u(V_5)/V_5]^2} = 0.0069$$

由公式(8)推算可得下式:

$$u(f_{25}) = \sqrt{[u(V_{25})/25]^2 + [u(V_{10})/V_{10}]^2} = 0.0082$$

将储备液的不确定度  $1\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  转化成标准不确定度,按均匀分布有  $1/\sqrt{3} = 0.58\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  将以上各值列于表 4。

表 4 储备液及稀释因子不确定度

项目	值 / $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	标准不确定度 $u / \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	相对标准不确定度
$C_{\text{储}}$	1000	0.58	0.00058
$f_{10}$	10	0.071	0.0071
$f_{100}$	100	0.50	0.0050
$f_5$	5	0.0349	0.0069
$f_{25}$	2.5	0.0205	0.0082

由(4)式可得

$$\begin{aligned} u(C_{20})/C_{20} &= \sqrt{[u(C_{\text{储}})/C_{\text{储}}]^2 + [u(f_{10})/f_{10}]^2 + [u(f_5)/f_5]^2 + [u(f_{25})/f_{25}]^2} \\ &= \sqrt{[0.00058]^2 + [0.0071]^2 + [0.0050]^2 + [0.0069]^2 + [0.0082]^2} \\ &= 0.014\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1} \end{aligned}$$

$$\therefore u(C_{20}) = 0.020 \times 0.014 = 0.0003\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

此项不确定相对于拟合直线求 X 时的不确定度而言完全可以忽略不计。

样品溶液浓度 C 的相对标准不确定度

$$U(C)/C = \sqrt{[0.0095]^2 + [0.014]^2} = 0.0169$$

### 3.3 样品测量时仪器产生的不确定度 $U_3$

由国家标物中心提供的校准证书给出的不确定度范围为 3%,此不确定度为 B 类,按均匀分布换算成标准偏差为  $3\% / \sqrt{3} = 0.017(\text{If})$ 。

$$\mu_3 = \sqrt{[0.017]^2} = 0.017(\text{If})$$

### 3.4 样品称量产生的标准不确定度 $U_4$

(1) 天平称量的标准不确定度 校准证书给出的最大允许误差为  $0.002\text{g}$ ,属 B 类不确定度,按均匀分布,标准不确定度为  $0.002 / \sqrt{3} = 0.0012\text{g}$ 。

(2) 重复性的单次测定 10 次,平均值  $m = 0.50445\text{g}$ ,得到重复性的单次测量的不确定度为  $0.000070\text{g}$ 。

以上两项合成得出标准不确定度为

$$U_{(m)} = \sqrt{[0.0012]^2 + [0.000070]^2} = 0.0012\text{g}$$

相对标准不确定度为

$$U(m) / m = 0.0012 / 0.50445 = 0.0024$$

(3) 合成相对标准不确定度的评定 相对标准不确定度汇总见表 5。

表 5 相对标准不确定度汇总表

序号	项 目	来 源	类 型	分 布	符 号	相 对 标 准 不 确 定 度
1	样品溶液浓度	1) 曲线拟合	正态	A		
		2) 标准贮备液溶液		B	$u = u(C)/C$	0.017
		3) 贮备液稀释		B		
2	玻璃容器的 不确定度	1) $u(f_{10})$	正态	B		0.0071
		2) $u(f_{100})$		B		0.0050
		3) $u(f_5)$	正态	B		0.0069
		4) $u(f_{25})$		B		0.0082
3	样品测量值的 不确定度	1) 仪器	均态	B	$u = 3\% / \sqrt{3}$	0.017
		2) 天平称量		B	$u = 0.002\text{g} / \sqrt{3}$	0.0012
		3) 样品称量质量		A	$u = u(m)/m$	0.0024

### (4) 相对合成标准不确定度的计算

$$\begin{aligned} U_x = u(X) / X &= \sqrt{[u(C)/C]^2 + [u(f_{10})/f_{10}]^2 + [u(f_5)/f_5]^2 + [u(f_{25})/f_{25}]^2} \\ &= \sqrt{[0.017]^2 + [0.017]^2 + [0.0024]^2 + [0.0012]^2} = 0.024 = 2.4\% \end{aligned}$$

(下转第 14 页)

- illary chromatographic and capillary electrochromato-graphic enantioseparations using cellulose tris (3,5-dichloro-phenyl-carbamate). *J Sep Sci*, 2001, 24 : 635
- 17 K Krause, B Chankvetadze, Y Okamoto, G Blaschke, Chiral separations in capillary high-performance liquid chromatography and nonaqueous capillary electrochromatography using helically chiral poly (diphenyl-2-pyridylmethyl methacrylate) as chiral stationary phase, *Electrophoresis*, 1999, 20 : 2772
- 18 Wikström H, Svensson L A, Immobilisation and evaluation of a vancomycin chiral stationary phase for capillary electrochromatography. *J Chromatogr A*, 2000, 869(1/2) : 395
- 19 Lümmelhofer M, Tobler E, Lindner W, Chiral anion exchangers applied to capillary electrochromatography enantioseparation of oppositely charged chiral analytes: investigation of stationary and mobile phase parameters. *J Chromatogr A*, 2000, 887 : 421
- 20 Girod M, Chankvetadze B, Blaschke G, Highly efficient enantioseparations in non-aqueous capillary electrochromatography using cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate) as chiral stationary phase. *J Sep Sci*. 2001, 24 : 27
- 21 Mayer S, Schurig V, Enantiomer separation by electrochromatography in open tubular columns coated with Chirasil-Dex. *J Liq Chromatogr*, 1993, 16 : 915

### A review on chiral capillary electrochromatography technique

Wang Xiuling<sup>1</sup> Zhou Ailing<sup>1</sup> Gao Ruyu<sup>2</sup>

(1 life science college of nankai university,Tianjin 300071)

(2 State key laboratory, Institute of Element-Organic Chemistry,Nankai University, Tianjin 300071)

**Abstract** This review summarizes recent developments in enantioseparations by capillary electrochromatography (CEC). Selected fundamental aspects of CEC are discussed in order to stress those features which may allow the success of this technique in the competitive fields of enantioseparations. In addition, the comparative characteristics of the different modes of chiral CEC and the stationary phases are presented. The effects of the characteristics of the stationary and liquid phases and operational conditions on the separation results are discussed. Finally, some future trends are briefly addressed. 59 references are involved.

**Key words** Enantioseparations Capillary electrochromatography Chiral stationary phase Review

(上接第 9 页)

(5) 相对展伸不确定度的评价 取包含因子  $K=2$ ,得相对展伸不确定度为:

$$U = K \times U_x = 4.8\%$$

#### 4 小结

用原子荧光光谱法测定食品中汞含量的相对

#### 参考文献

- 1 JJF1059-1999 ,测量测量不确定度评定与表示,北京:中国计量出版社  
2 测量测量不确定度评定与表示实例,北京:中国计量出版社

### Uncertainty of determination of mercury in food using atomic fluorescence spectrometry

Yan Jun Xu Chaoyi Jin Yuqin

(Beijing Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau of P.R.C., Beijing 100029)

**Abstract** Determination of mercury in food using Atomic Fluorescence Spectrometry was addressed. The analysis of step diluted element standard solution was carried out. The source of uncertainty and quantized uncertainty component were researched.

**Key words** Atomic Fluorescence Spectrometry Food Mercury Uncertainty

(下接第 20 页)

### Analysis of volatile components of Ocimum basilicum L. by GC/MS

Li Jianwen<sup>1</sup> Chen Guilin<sup>1</sup> He Hongju<sup>2</sup>

(1 Department of Horticulture, Hebei Agricultural University, Baoding 071001)

(2 Beijing Vegetable Research Center, Beijing 100089)

**Abstract** The simultaneous distillation-Extraction is used for extracting the volatile substances in *Ocimum basilicum* L. 27 kinds of chemical components were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS). The main compounds extracted are beta-Linalool, p-Allylanisole, Eugenol and Eucalyptol.

**Key words** GC/MS *Ocimum basilicum* L. Volatile components Simultaneous distillation-extraction