

分析测试经验介绍 (321 ~ 327)

测量系统分析在大米镉、铅元素检测中的应用研究

韦冰, 蒋菊媛, 覃均生, 张倩勉

(南宁学院 食品与质量工程学院, 广西南宁 541699)

摘要: 为提高大米中镉、铅元素检测数据的可靠性, 根据 GB 5009.12—2017《食品中铅的测定》、GB 5009.15—2014《食品中镉的测定》对大米中镉、铅元素含量进行检测, 并以原子吸收分光光度计为测量设备的测量系统进行各类误差分析。结果表明, 两种元素稳定性分析中 Xbar 控制图均存在超出上下控制界限的点, 稳定性不满足要求。偏倚和线性 P 值均大于 0.05, 不存在显著的偏倚和线性误差。量具研究变异占比 (Reproducibility & Repeatability, R&R) 分别为 54.03% 和 36.38%, 均大于 30%, 测量误差超出可接受范围。通过人、机、料、法、环、测等多方面故障排查后稳定性达到统计受控状态, R&R 分别降至 9.66% 和 8.95%, 均小于 10%, 测量系统可接受。利用测量系统分析方法从多方面降低各类测量误差, 能够有效保障大米中镉、铅元素含量检测数据的可靠性。

关键词: 测量系统分析; 大米; 镉; 铅; 可靠性

中图分类号: O657.39

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2023)03-0321-07

DOI: [10.16495/j.1006-3757.2023.03.012](https://doi.org/10.16495/j.1006-3757.2023.03.012)

Application and Research of Measurement System Analysis for Detection of Cadmium and Lead in Rice

WEI Bing, JIANG Juyuan, QIN Junsheng, ZHANG Qianmian

(College of Food and Quality Engineering, Nanning University, Nanning 541699, China)

Abstract: In order to improve the reliability of detection data of cadmium and lead elements in rice, the content of cadmium and lead in rice were detected according to GB 5009.12—2017 "Determination of Lead in Food" and GB 5009.15—2014 "Determination of Cadmium in Food", and the various error analysis were carried out for the measuring system analysis (MSA) with the atomic absorption spectrophotometer as measuring equipment. The results showed that the Xbar control charts in the stability analysis of two elements have points beyond the upper and lower control limits, and the stability did not meet the requirements. The bias and linear P values were greater than 0.05, which meant that there were no significant bias and linear error. The results of Reproducibility & Repeatability (R&R) were 54.03% and 36.38%, respectively, both greater than 30%, and the measurement errors were beyond the acceptable range. The stability reached the statistical controlled state after the fault investigation of human, machine, material, method, environment, measurement and other aspects, and the R&R were reduced to 9.66% and 8.95%, respectively, both less than 10%, the measurement system was acceptable. The use of MSA method to reduce various types of measurement errors from many aspects, can effectively guarantee the reliability of the detection data of cadmium and lead contents in rice.

Key words: measurement system analysis; rice; cadmium; lead; reliability

收稿日期: 2023-05-15; 修订日期: 2023-07-20.

基金项目: 南宁学院专业核心课程建设“测量系统分析”(2021BKHXK08), 南宁学院应用型示范课程“质量工程综合实训”(2022XJYYS09) [Construction of Core Curriculum of Nanning University "Measurement System Analysis" (2021BKHXK08), Applied Demonstration Course of Nanning University "Quality Engineering Comprehensive Practical Training" (2022XJYYS09)]

作者简介: 韦冰(1988-), 女, 硕士, 工程师, 研究方向为质量统计分析与改进, E-mail: weibingjiayou@163.com

通信作者: 张倩勉(1981-), 女, 硕士, 高级工程师, 研究方向为质量认证及标准化, E-mail: 930347555@qq.com.

重金属镉和铅是大米检测中的重点检测项目^[1-2],食物中镉含量过高会损害肾脏,铅含量过高会导致贫血、肝损伤和神经失调.根据前期调研发现,大米中镉、铅元素含量的检测数据存在偏差、波动较大等异常现象.测量误差较大,误判或者漏判风险也大,检测数据的可靠性直接关系政府监管或执法决策、生产企业产品品质控制,甚至会影响消费者生命健康.

相对于常规的校准或检定,测量系统分析对测量数据的可靠性和有效性具有更高的保障性.这是因为前者属于计量管理范畴,其研究对象仅为测量仪器,而後者的管理范畴为整个测量系统,其包括人、机、料、法、环等因素,旨在将各类测量误差控制在可接受范围内^[3-4].

随着测量系统分析(measurement system analysis, MSA)相关应用理论的不断探索^[5-7],MSA 在各领域各阶段活动中得到了越来越多的应用.例如,在研究设计阶段,韦永寅^[8]针对加油盖总成测量数据波动大的问题开展 MSA,量具研究变异占比(Reproducibility & Repeatability, R&R)由原来的 42.1% 降至 9.8%,优化了检具的设计方案.郑晓峰等^[9]对新研制的行星减速机背隙检测装置进行 MSA,确保该装置可用于中等精度减速机背隙的检测.在生产过程控制阶段,张娅岚等^[10]对 2 703.004 F 精益线实施 MSA 以确保现场可执行统计过程控制(SPC).在机械零部件生产、汽车生产等领域也充分利用 MSA 满足生产控制要求^[11-14].在常规产品检验检测方面,潘涛等^[15]研究了航空发动机叶片型面参数尺寸的 MSA,以 R&R 小于 1% 确保了测量数据的可靠.赵海娟等^[16]对顶空气相色谱质谱联用的 MSA 进行研究,结果表明重复性和再现性变差占总变差的 10% 以下,结合控制图法可实现对重复性和再现性方差分量的有效分离和监控,提高了食品包装纸溶剂残留测量数据的有效性.现有其他研究结果均表明:MSA 是一种保障数据可靠性和有效性的有效手段^[17-19].

针对大米中镉、铅元素含量检测数据波动较大等异常现象,现有研究主要以仪器设备校准为改进方法,尚未发现从 MSA 角度系统监测分析数据波动的报道.本研究针对使用原子吸收分光光度计测定大米镉、铅元素含量这一环节进行 MSA,分析、

评价并控制各类测量误差,使测量系统达到可接受状态,保障该环节测量数据的可靠性,以降低误判或漏判风险.其中样品前处理对测量结果的影响不在本测量系统分析的研究范围内.

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

ICE3500 原子吸收分光光度计(美国电热公司),配同一厂家的石墨炉原子化器和镉、铅空心阴极灯.数据采集软件为 Thermo SOLAAR.

多批待测液:根据 GB 5009.15—2014《食品中镉的测定》^[20]、GB 5009.12—2017《食品中铅的测定》^[21] 第一法,对送检到广西壮族自治区产品质量检验研究院的上林大米进行微波消解、定容混匀备用.空白和标准样同法处理.

镉、铅标准液(1 000 $\mu\text{g/mL}$),国家有色金属及电子材料分析测试中心.硝酸,优级纯,天津市化学试剂三厂.磷酸二氢铵,优级纯,福晨(天津)化学试剂有限公司.硝酸钡,优级纯,天津市迈斯科化工有限公司.水为 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》规定的二级水.

1.2 试验方法

本研究采用 GB 5009.15—2014《食品中镉的测定》^[20]、GB 5009.12—2017《食品中铅的测定》^[21] 第一法,将 1.1 中待测液经石墨炉原子化后,分别在 228.8、283.3 nm 处测定吸光度,其吸收量与镉、铅含量成正比,与标准系列比较达到定量目的.MSA 方案设计要点如表 1 所列.

稳定性分析:一名检测人员,某一批次待测液,在连续 5 天内,以相同时间间距,分别在 8:30、10:30、12:30、14:30、16:30 时间点,共安排 25 个子组进样检测,子组大小为 3.

偏倚和线性分析:根据前期检测数据,已知送检的上林大米镉元素检出范围为 0.020 0~0.180 0 mg/kg,铅元素检出范围为 0.002 0~0.140 0 mg/kg.分别选择覆盖两种元素检测范围的 5 种待测液,确定待测液镉、铅的元素含量并作为基准值.同一名检测人员,对每一种待测液进行 12 次进样检测.

重复性和再现性分析:分别选择覆盖上林大米镉、铅元素检测范围的 5 种待测液,两名检测人员 A 和 B,对每一种待测液重复测量 6 次.为避免霍桑效应,检测过程遵循随机测和盲测原则.

表 1 大米镉、铅元素 MSA 方案设计要点
Table 1 Design points of MSA of cadmium and lead elements in rice

方案要点	研究特性			
	分辨力	稳定性	偏倚和线性	重复性和再现性
样品	—	某一批待测液	覆盖检测范围的5种待测液	覆盖检测范围的5种待测液
子组/个	—	25	5	5
评价人员/人	1	1	1	2
重复测量/次	—	3	12	6
研究方法	十分之一法则	控制图法	独立样件法	方差分析法

1.3 数据分析

数据统计分析软件使用 Minitab 18. 测量系统稳定性采用均值极差图分析. 偏倚和线性采用 Minitab 中“质量工具-量具研究-量具线性和偏倚研究”. 重复性和再现性采用 Minitab 中“质量工具-量具研究-量具 R&R 研究(交叉)”, 并选择方差分析方法.

2 结果与讨论

2.1 分辨力

分辨力可接受是 MSA 的前提条件. 原子吸收分光光度计的分辨率为 1×10^{-7} mg/kg, 小于大米镉、铅检出范围的十分之一, 满足“可接受的分辨力应小于制造过程变差或者公差十分之一”的要求^[3],

表明该 MSA 涉及的检测设备的分辨力满足检测要求.

2.2 稳定性

稳定性(或漂移)是指经过一段时间后, 用相同的测量系统对同一基准或样品的同一特性进行测量所获得的总变差^[3]. 测量过程若处于只有随机因素影响的状态, 则镉、铅含量将满足某一个确定的正态分布 $N(\mu, \sigma^2)$, 落在 $\mu \pm 3\sigma$ 之间的概率为 99.73%, 而落在 $\mu \pm 3\sigma$ 之外的概率为 0.27%, 后者可认为是小概率事件. 在有限次的测量过程中, 如有测量值超出了控制界限, 即发生了小概率事件, 则有充分理由判定测量过程中出现了异常波动, 需要及时排查及消除. 本研究采用均值-极差控制图分别对大米中镉元素、铅元素的 MSA 进行稳定性分析, 结果如图 1 所示.

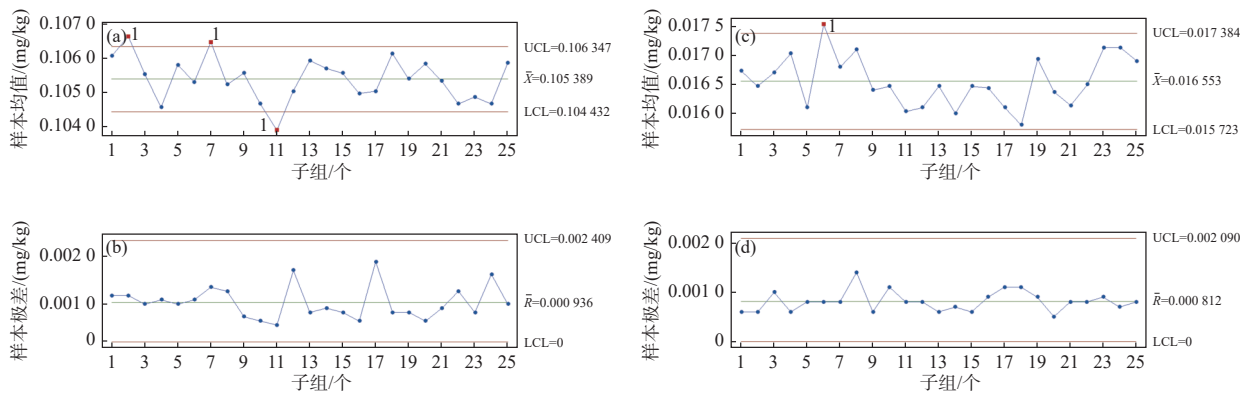


图 1 大米镉、铅元素 MSA 的稳定性分析控制图

(a) (c) 镉元素和铅元素的均值图, (b) (d) 镉元素和铅元素的极差图

Fig. 1 Control charts of stability analysis of MSA for cadmium and lead determinations in rice

(a) (c) Xbar charts of cadmium and lead, respectively, (b) (d) range charts of cadmium and lead, respectively

由图 1 可见, 在镉、铅元素 MSA 的稳定性分析控制图中, 极差图 [图 1(b)(d)] 均无点出界, 表明组内误差处于统计受控状态. 但镉均值图第 2、7 和

11 点 [图 1(a)], 铅均值图第 6 点 [图 1(c)] 超出上下控制界限, 表明组间误差偏大, MSA 的稳定性不能满足要求. 经故障排查, 发现是由于在连续 5 天

的稳定性分析过程中,检测人员第 2、3 天均直接使用了第 1 天的校准曲线而未进行标准点测定和校正。根据中心极限定理,均值图上控制限(upper control limit, UCL)和下控制限(lower control limit, LCL)分别由 $\bar{x} \pm A_2 \bar{R}$ 计算得到(\bar{x} 总平均值, \bar{R} 平均极差, A_2 控制因子, 根据子组大小 n 查“计量控制图计算控制限用因子表”得到), 极差图上下控制限则分别为 $D_4 \bar{R}$ 和 $D_3 \bar{R}$ (D_3 、 D_4 均为控制因子, 根据

子组大小 n 查“计量控制图计算控制限用因子表”得到), 表明均值图和极差图的上下控制限只与 \bar{x} 、 \bar{R} 及子组大小 n 有关。因此, 在仅执行一项特殊项检验-Minitab 中只选择检验“1 个点, 距离中心线大于 3 个标准差”, 试验在补充标准点测定后, 根据 MSA 手册重新测定并绘制均值-极差图(图 2)。结果表明, 改进后大米镉、铅元素测量系统稳定性达到了可接受状态。

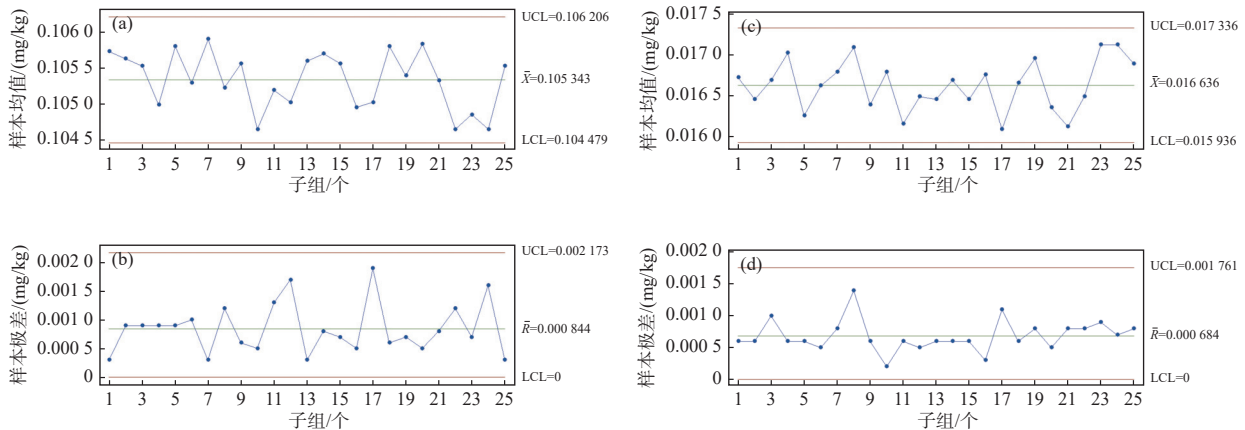


图 2 大米镉、铅元素 MSA 的稳定性分析控制图(改进后)

(a) (c) 镉元素和铅元素的均值图, (b) (d) 镉元素和铅元素的极差图

Fig. 2 Control charts of stability analysis of MSA for cadmium and lead determinations in rice (after optimization)

(a) (c) Xbar charts of cadmium and lead, respectively, (b) (d) range charts of cadmium and lead, respectively

2.3 偏倚和线性

线性是指在同一检测仪器、不同工作范围下得出的偏倚值的差值, 实质上是在量程范围内偏倚的大小变化^[3]。大米中镉、铅元素线性及偏倚分析结果如图 3 所示, 表 2、3 所列。

由图 3 和表 2 可知, 大米中镉、铅元素测量系统“偏倚=0”的线完全落在 95% 的置信区间内, 量具线性斜率的 P 值分别为 0.904 和 0.867(表 2), 均大于 0.05(风险水平 α), 表明 MSA 均不存在显著的线性误差。同时, 量具平均偏倚和各点偏倚 P 值均大于 0.05(表 3), 偏倚在可接受范围内。

2.4 重复性和再现性

重复性和再现性通常联合分析测量误差, 因此也称为 MSA 的 R&R 分析, 其实际分别从准确度和精密密度两个方面对测量误差进行分析。本研究采用方差分析方法进行大米镉、铅元素 MSA 的重复性和再现性研究, 变异首次及改进后分析如表 4 所示。

表 4 中, 合计变异由合计量具 R&R 和样品间

误差(也称为实际过程变差)构成, 并存在合计变异平方等于后两者平方和的关系。其中, 变异来源合计量具 R&R(也称为测量误差)由重复性和再现性两部分构成。首次进行重复性和再现性分析时(改进前), 大米中镉、铅 MSA 的合计量具 R&R 研究变异占比($\sigma_{\text{量具 R\&R}}/\sigma_{\text{合计变异}}$)分别为 54.03% 和 36.38%, 均大于 30%, 表明 MSA 不可接受, 需进行改进。镉元素重复性、再现性研究变异占比均比较高, 分别为 45.67% 和 28.88%, 且重复性大于再现性, 铅元素 MSA 的研究变异也存在类似现象, 因此需要减少 MSA 变差尤其是组内变差。由量具 R&R(方差分析)报告中测量值×样品序号图和测量值×检测人员图(图 4)可知, 镉元素测定过程中 1、3、4 号样品[图 4(a)]及检测人员 A[图 4(b)], 铅元素测定过程中 1、2、4 号样品[图 4(c)]及检测人员 B[图 4(d)]的检测结果波动均比较大, 应首先开展异常核查。

经排查, 发现由于试验当时寒潮刚退出现了回南天气, 冷却循环水机直接连接自来水, 在运作过

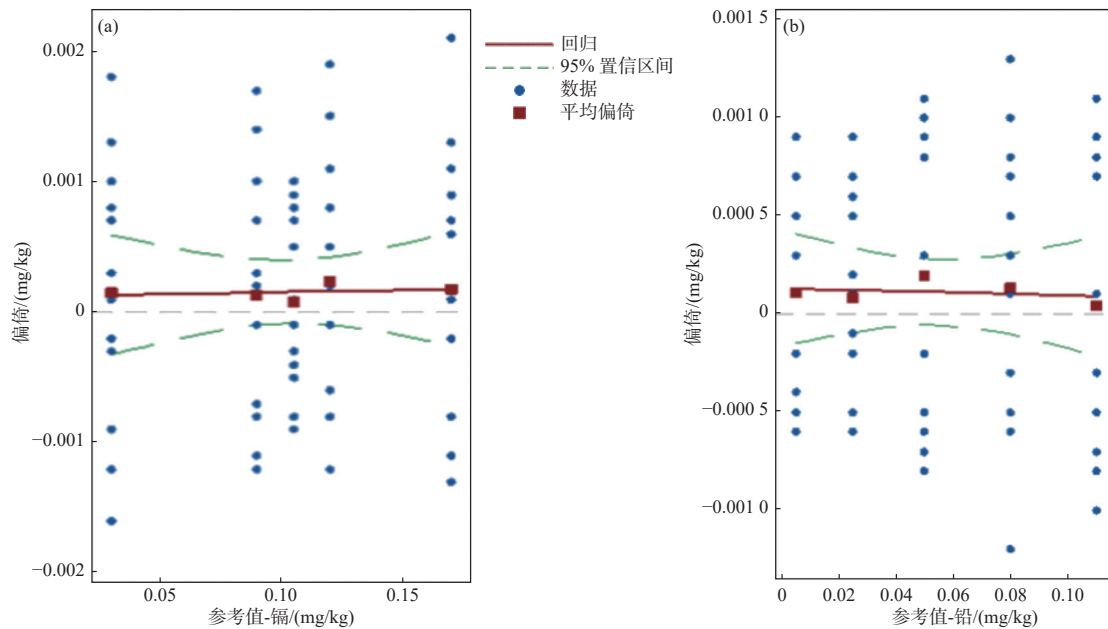


图 3 大米中镉和铅元素 MSA 的线性和偏倚分析报告

Fig. 3 Linear and bias analysis of MSA of cadmium and lead elements in rice

表 2 量具线性分析

Table 2 Linear analysis for gage

自变量	镉			铅		
	系数	系数标准误差	P	系数	系数标准误差	P
常量	0.000 123	0.000 301	0.683	0.000 132	0.000 149	0.377
斜率	0.000 323	0.002 674	0.904	-0.000 381	0.002 259	0.867

表 3 量具偏倚分析

Table 3 Bias analysis for gage

镉			铅		
参考值	偏倚	P	参考值	偏倚	P
0.030 0	0.000 150	0.621	0.005 0	0.000 108	0.424
0.090 0	0.000 133	0.607	0.025 0	0.000 083	0.535
0.105 0	0.000 083	0.623	0.050 0	0.000 192	0.272
0.120 0	0.000 242	0.389	0.080 0	0.000 133	0.551
0.170 0	0.000 175	0.565	0.110 0	0.000 042	0.823
平均值	0.000 157	0.183	平均值	0.000 112	0.143

表 4 改进前后大米中镉、铅元素 MSA 的变异分析表

Table 4 Analysis results of variation of MSA for cadmium and lead detections in rice before and after improvement

来源	镉		铅	
	改进前	改进后	改进前	改进后
合计量具R&R/%	54.03	9.66	36.38	8.95
重复性/%	45.67	9.36	28.18	7.09
再现性/%	28.88	2.39	23.01	5.46
样品间误差/%	84.14	99.53	93.15	99.60
合计变异/%	100.00	100.00	100.00	100.00
可区分的类别数	2	14	3	15

程中设备内外部温差较大,水管和石墨炉中心块均附上了较多水雾,镜片光路传输受阻从而导致了测量重复性和再现性偏差大.经除湿和升温等调节室内环境,镉元素重复性和再现性测定的标准差明显降低,量具 R&R 研究变异比降低至 9.66%,小于 10%.MSA 的数据分级数,也称可区分的类别数(number of distinct categories,简称 NDC)为 14(表 4),

大于 5,表明该 MSA 的重复性和再现性较好. R&R 降低的同时, NDC 也随之显著提高.这是由于 $NDC=1.41\sigma_{\text{样品间误差}}/\sigma_{\text{测量系统误差}}$,反映样品间误差与 MSA 误差的比值,比值越大,则意味着测量误差越小.同理,铅元素测定改进后 R&R 研究变异也降至

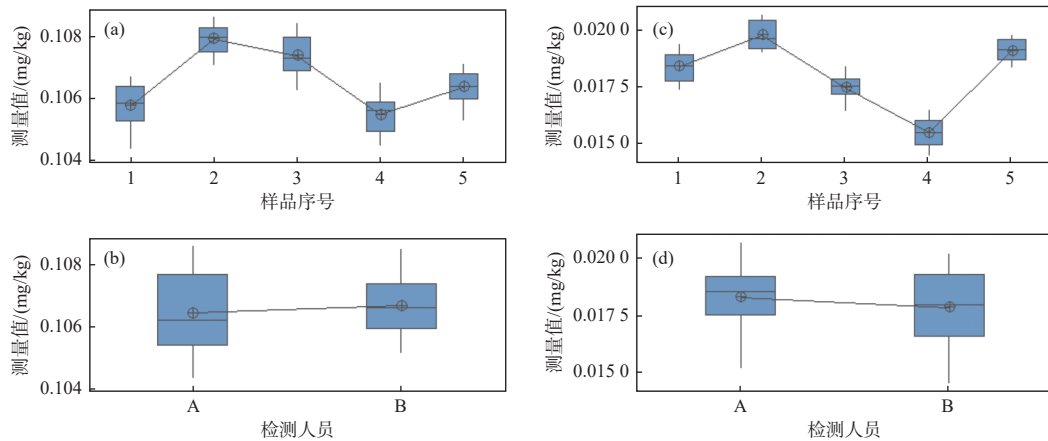


图 4 大米中镉、铅元素的部分量具 R&R(方差分析)报告

(a) 镉元素和 (c) 铅元素的测量值×样品序号图, (b) 镉元素和 (d) 铅元素的测量值×检测人员图

Fig. 4 Part of gage R&R reports (variance analysis) for cadmium and lead detections in rice

(a) (c) measured value × sample number charts of cadmium and lead, respectively, (b) (d) measured value × tester charts of cadmium and lead, respectively

8.95%, NDC 提高至 15, 表明其 MSA 误差也达到了可接受水平。

3 结论

为保障原子吸收分光光度计测定中大米镉、铅元素含量检测数据的可靠性, 本研究以此测量系统为研究对象, 通过定量分析测量系统的各大特性, 对各类测量误差进行了有效评价和控制。通过人、机、料、法、环、测等多方面故障排查, 改进后镉、铅元素测量系统稳定性均达到统计受控状态, 量具 R&R 研究变异占比分别降至 9.66% 和 8.95%, 均小于 10%, 测量误差减小至可接受水平, 从而有效保障了大米中镉、铅元素含量检测数据的有效性和可靠性。本研究为大米中其他重金属检测及其他类似检验检测的测量误差分析与控制提供了较好的参考。

参考文献:

- [1] 陆姗姗, 毕颖, 李辉. 我国大米重金属污染现状及检测技术进展[J]. 农业技术与装备, 2020(5): 9-10. [LU Shanshan, BI Ying, LI Hui. The current situation of rice heavy metal pollution and detection technology in China[J]. Agricultural Technology & Equipment, 2020 (5): 9-10.]
- [2] 刘金凤. 大米中重金属检测技术的分析与研究[J]. 科技创新导报, 2020, 17(12): 65-65, 106. [LIU Jinfeng. Analysis and research on detection technology of heavy metals in rice[J]. Science and Technology In-

novation Herald, 2020, 17 (12): 65-65, 106.]

- [3] 克莱斯勒集团公司, 福特汽车公司, 通用汽车公司. 测量系统分析参考手册(第四版)[M]. 2010. [CHRYSLER GROUP, FORD MOTOR COMPANY, GENERAL MOTORS. Reference manual for measurement system analysis (4th edition) [M]. 2010.]
- [4] 杨朝盛. 测量系统分析(MSA)实用指南[M]. 北京: 机械工业出版社, 2020. [YANG Chaosheng. Practical guide for measuring system analysis (MSA)[M]. Beijing: China Machine Press, 2020.]
- [5] 吴小卫. 质量过程的测量系统分析及其应用[D]. 广州: 暨南大学, 2007. [WU Xiaowei. A Measurement system analysis and application in quality process[D]. Guangzhou: Jinan University, 2007.]
- [6] Aslam M, Bantan R A R. A study on measurement system analysis in the presence of indeterminacy[J]. Measurement, 2020, 166 : 108201.
- [7] Galli B J. Measurement system analysis and system thinking in six sigma: how they relate and how to use them[J]. International Journal of System Dynamics Applications, 2020, 9 (1): 44-62.
- [8] 韦永寅. 基于测量系统分析(MSA)对汽车某车型加油口盖总成检具设计方案优化研究[J]. 汽车实用技术, 2021, 46(21): 104-106. [WEI Yongyin. Based on the measurement system analysis (MSA) to optimize the design scheme of the fuel filler cap assembly inspection tool of a certain automobile model[J]. Automobile Technology, 2021, 46 (21): 104-106.]
- [9] 郑晓峰, 周纯江, 赵传强, 等. 行星减速机背隙检测装

- 置研制及测量系统分析[J]. *机电工程*, 2022, 39(2): 238-243, 275. [ZHENG Xiaofeng, ZHOU Chunjiang, ZHAO Chuanqiang, et al. Development of backlash detection device for planetary reducer and measurement system analysis[J]. *Journal of Mechanical & Electrical Engineering*, 2022, 39 (2): 238-243, 275.]
- [10] 张娅岚, 罗素文, 王代华. 测量系统Gage R&R在生产过程质量改进中的实践研究[J]. *现代信息科技*, 2021, 5(20): 167-170, 174. [ZHANG Yalan, LUO Suwen, WANG Daihua. Practical research on measurement system gage R & R in quality improvement of production process[J]. *Modern Information Technology*, 2021, 5 (20): 167-170, 174.]
- [11] 马丽莎. 测量系统分析(MSA)在齿轮生产过程中的应用[J]. *内燃机与配件*, 2021(1): 162-163. [MA Lisha. Application of measurement system analysis (MSA) in gear production process[J]. *Internal Combustion Engine & Parts*, 2021 (1): 162-163.]
- [12] 孙国峰, 黄周杰, 崔喆珉. 测量系统分析在紧固件生产过程中的应用[J]. *内燃机与配件*, 2022(2): 182-184. [SUN Guofeng, HUANG Zhoujie, CUI Zhemin. Application of measurement system analysis in fastener manufacturing[J]. *Internal Combustion Engine & Parts*, 2022 (2): 182-184.]
- [13] 李红生. 基于MINITAB的测量系统分析技术在汽车企业的研究与应用[D]. 沈阳: 沈阳建筑大学, 2018. [LI Hongsheng. MSA research and application at automotive industry based on MINITAB[D]. Shenyang: Shenyang Jianzhu University, 2018.]
- [14] 陶明东, 周梦璐. 基于Minitab软件的纤维力学指标测量系统分析[J]. *高科技纤维与应用*, 2020, 45(5): 45-50. [TAO Mingdong, ZHOU Menglu. Measurement system analysis of fiber mechanical properties based on software minitab[J]. *Hi-Tech Fiber & Application*, 2020, 45 (5): 45-50.]
- [15] 潘涛, 吴国新, 何小妹, 等. MSA在航发叶片型面参数测量系统上的应用[J]. *制造技术与机床*, 2021(5): 115-118. [PAN Tao, WU Guoxin, HE Xiaomei, et al. Application of MSA in measurement system of aero-engine blade profile parameters[J]. *Manufacturing Technology & Machine Tool*, 2021 (5): 115-118.]
- [16] 赵海娟, 李文伟, 王慧, 等. 基于HS GC/MS的食品包装纸溶剂残留测量系统波动源分析和监控[J]. *食品与机械*, 2022, 38(8): 87-93. [ZHAO Haijuan, LI Wenwei, Wang Hui, et al. Variation sources analysis and monitoring of measurement system of food packaging paper based on HS GC/MS[J]. *Food & Machinery*, 2022, 38 (8): 87-93.]
- [17] 杨丽. 六西格玛管理在高锰酸盐指数测量系统分析中的应用[J]. *青海环境*, 2021, 31(2): 97-100. [YANG Li. Application of six sigma management in the analysis of permanganate index measurement system[J]. *Journal of Qinghai Environment*, 2021, 31 (2): 97-100.]
- [18] 高军呢, 谭卫红, 李晓鑫. 应用Minitab进行测量系统分析及评价[J]. *设备管理与维修*, 2021(12): 39-40. [GAO Junni, TAN Weihong, LI Xiaoxin. Measurement systems analysis and evaluation with Minitab[J]. *Plant Maintenance Engineering*, 2021 (12): 39-40.]
- [19] 刘安娜, 侯莹莹, 武美丽, 等. 烟用礼盒水分检测重复性和再现性优化[J]. *食品工业*, 2022, 43(7): 134-136. [LIU Anna, HOU Yingying, WU Meili, et al. Improvement on the repeatability and reproducibility of moisture detection on cigarette gift box[J]. *The Food Industry*, 2022, 43 (7): 134-136.]
- [20] 国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准食品中镉的测定: GB 5009.15—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015. [National Health and Family Planning Commission. National food safety standard-determination of cadmium in food: GB 5009.15 —2014[S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.]
- [21] 国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中铅的测定: GB 5009.12—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017. [National Health and Family Planning Commission, State Food and Drug Administration. Food safety national standard—Determination of lead in food: GB 5009.12—2017[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.]