

微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法 测定韭菜中 11 种元素

刘 慧 孙秀兰*

(江南大学 食品学院,江苏 无锡 214122)

摘 要 为快速、准确测定韭菜中多元素含量,采用微波消解法对韭菜中样品进行消解处理,优化了前处理方法、电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法工作条件和检测方法,利用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定韭菜中 Pb、Cd、Se、As、Zn、Cu、Ni、Fe、Cr、Ca、K 等 11 种元素含量。结果表明,在硝酸-过氧化氢(7:1)体系中,消解功率 1 550 W,温度梯度设定为 120—160—195 °C,总时长为 45 min,赶酸温度选择 150 °C,可将韭菜完全消解,并且 ICP-MS 射频功率设为 1 550 W,运用在线内标的检测方式降低非质谱干扰。11 种元素回归系数 R^2 均大于 0.999,方法检出限为 0.002~0.1 $\mu\text{g/kg}$,方法定量限为 0.006~0.3 $\mu\text{g/kg}$ 。方法回收率 88.0%~103%,相对标准偏差为 1.8%~4.6%,可以满足韭菜中多种元素同时测定的需求。方法具有灵敏度高、线性范围宽、准确性高等特点,可为韭菜样品的多元素同时测定提供可靠的方法支撑。

关键词 微波消解;电感耦合等离子体质谱法;韭菜;多元素

中图分类号:O657.63 TH843 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2023)12-1459-07

Determination of 11 Elements in Leek by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) with Microwave Digestion

LIU Hui, SUN Xiulan*

(School of Food Science and Technology of Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China)

Abstract In order to quickly and accurately determine the content of multi-elements in Chinese chives, samples were digested by microwave digestion method. The pretreatment method, working conditions and detection method of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) were optimized. The content of 11 elements in Chinese chives, such as Pb, Cd, Se, As, Zn, Cu, Ni, Fe, Cr, Ca, K, were determined by microwave digestion-ICP-MS. The results showed that in the nitric acid-hydrogen peroxide (7:1) system, the digestion power was 1 550 W, the temperature gradient was 120—160—195 °C, the total time was 45 min, the acid driving temperature was 150 °C, the leek could be completely digested, the ICP-MS radio frequency power was set to 1 550 W, and the on-line internal standard detection method was used to reduce the non-

收稿日期:2023-02-19 修回日期:2023-07-26

基金项目:江苏省农业科技自主创新基金资助项目(CX(22)2042)

作者简介:刘慧,女,硕士研究生,主要从事食品质量与安全等研究。E-mail:847008295@qq.com

* 通信作者:孙秀兰,女,教授,主要从事食品安全与质量控制研究。E-mail:slxzz@jiangnan.edu.cn

引用格式:刘慧,孙秀兰.微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定韭菜中 11 种元素[J].中国无机分析化学,2023,13(12):1459-1465.

LIU Hui, SUN Xiulan. Determination of 11 Elements in Leek by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) with Microwave Digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(12): 1459-1465.

mass spectrum interference. The regression coefficient R^2 of 11 elements were greater than 0.999, the detection limit of the method was 0.002—0.1 $\mu\text{g/kg}$, and the quantitative limit of the method was 0.006—0.3 $\mu\text{g/kg}$. The recovery of the method was 88.0%—103%, and the relative standard deviation was 1.8%—4.6%, which can meet the demand of simultaneous determination of multiple elements in leek. The method is high sensitivity, wide linear range and high accuracy, which can provide reliable method support for simultaneous determination of multi-elements in leek samples.

Keywords microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; leek; multi-element

韭菜被誉为食药同源的蔬菜,韭菜的药效与其所含的化学成分及微量元素密切相关,深受百姓喜爱^[1]。矿质元素是蔬菜作物生理代谢过程中的物质基础和重要调控因子,与蔬菜生长发育及品质形成密切相关^[2]。食物中微量元素构成影响着人体健康,会通过“土壤/水—植物—食品”的循环进入人体,参与人体代谢或者在体内累积,从而对人体营养健康和生命安全产生有益或者有害的影响^[3]。韭菜中重金属超标的现象时有发生,刘慧等^[4]对苏州市韭菜中镉污染状况做了调查,得出镉检出率 84.6%,不合格率 4.58%。杨双喜等^[5]对宁波海曙区蔬菜中重金属污染状况做了调查,研究得出韭菜中 Pb 检出率最高,为 25.20%。因此,准确分析和掌握韭菜中重金属元素、微量元素和矿质元素对保障韭菜质量安全具有重要作用。

目前,能够实现多元素同时测定的方法主要有 ICP-OES 法^[6]、ICP-AES 法^[7]和 ICP-MS 法^[8-9]。ICP-AES 法存在当样品含量(浓度)较大时,准确度较差^[10],ICP-OES 存在耐盐量较低、易出现谱线重叠的缺点^[11]。ICP-MS 因其操作简便,检出限更低,线性范围宽,且可以同时测定多种元素,应用前景较为广阔^[12]。学者对韭菜中铅、砷、汞、镉、铬等重金属元素做了大量研究^[13],但是有关韭菜中重金属元素、微量元素和矿物元素同时测定的研究较少。本研究采用微波消解法,结合 ICP-MS,建立了韭菜中 11 种元素同时测定的方法,本方法具有简单、快速、准确的特点,适用于韭菜中多种元素的同时测定。该方法的建立可对研究韭菜各元素间关系及保障韭菜质量安全等提供参考。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Mars 6 型微波消解仪(美国 CEM 公司),7700 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS,美国安捷伦科技有限公司),BHW-0920 型赶酸仪(上海博通公司),Mettler-Toledo 型电子天平(梅特勒-托利多公

司),ER-35S 型电热恒温加热板(上海慧泰公司),PHOENI X 型马弗炉(THERMOLYNE 公司),Millipore 型超纯水器(美国 Millipore 公司)。

HNO_3 、 H_2O_2 、 HClO_4 均为分析纯(购于国药化学试剂集团),GBW10014a(GSB-5a)圆白菜质控样品(购于中检计量有限公司),Pb、Cd、Se、As、Zn、Cu、Ni、Cr 混合标准储备溶液(质量浓度均为 10 mg/L),Ca、Fe、K 的质量浓度均为 1 000 mg/L(购于安捷伦科技有限公司), ^{45}Sc 、 ^{72}Ge 、 ^{115}In 、 ^{208}Bi 混合内标溶液(100 mg/L,购于安捷伦科技有限公司),Ba、Ce、Co、Li 质谱调谐溶液(1 $\mu\text{g/L}$,购于安捷伦科技有限公司)。

1.2 标准溶液的制备

标准溶液:准确吸取标准储备液(1 mg/L),用 5% HNO_3 分别配制 0、0.1、0.5、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的铅、砷、镉、铜、镍、铬、硒、锌系列标准溶液和 0、10.0、50.0、100.0、200.0、1 000.0、2 000.0、4 000.0、5 000.0 $\mu\text{g/L}$ 的钙、铁、钾系列标准溶液。

内标溶液:用一级水配制成 1 mg/L 的混合内标溶液。

1.3 样品前处理

准确称取粉碎后的样品 0.5 g(精确至 0.001 g)于消解管中,加入 7 mL HNO_3 、1 mL H_2O_2 、放入微波消解仪中消解。小心冷却至室温后打开消解管外盖和内盖,放入 150 $^\circ\text{C}$ 赶酸仪中进行赶酸 30 min,赶至消解液接近 2 mL。用超纯水将消解液转移至 25 mL 具塞比色管,定容,摇匀待测,同时做试剂空白实验。

1.4 微波消解仪工作条件

微波消解仪工作条件设置如表 1 所示。

表 1 微波消解仪工作条件

Table 1 Working conditions of microwave digestion instrument

步骤	功率/W	爬升时间/min	温度/ $^\circ\text{C}$	保持时间/min
1	1 600	5	120	5
2	1 600	5	160	10
3	1 650	5	195	10

1.5 ICP-MS 工作条件

使用 1 μg/L 质谱调谐液和 1 mg/L 内标溶液,考察雾化室温度、射频功率、载气流量、蠕动泵转速等对待测元素谱线发射强度的影响。并综合考虑各元素的测定灵敏度与稳定性,得到 ICP-MS 工作参数(表 2)。

表 2 ICP-MS 工作条件

Table 2 ICP-MS working conditions

仪器参数	优化值	仪器参数	优化值
等离子气体/(L·min ⁻¹)	16	雾化室温度/℃	2
辅助气体/(L·min ⁻¹)	1	蠕动泵/(r·s ⁻¹)	0.1
载气/(L·min ⁻¹)	1	功率/W	1 550
补偿气/(L·min ⁻¹)	1	提升量/(mL·min ⁻¹)	1

1.6 样品测定

选用 He 模式调谐。在该模式调谐状态下进行样品检测。样品测定时,在线导入内标溶液。根据标准溶液中待测元素与内标元素的响应强度制作标准曲线,并对样品中元素进行定量。

2 结果与讨论

2.1 前处理方法的选择

以韭菜为加标样品,考察湿法消解、微波消解、干灰化法 3 种消解方式对元素的加标回收率,确定最佳的前处理方式,扣除韭菜本底值后,回收率结果如图 1 所示,微波消解法回收率高于湿法消解和干灰化法,对于湿法消解,操作过程需要实验人员全程观察,如果加热温度过高,消解试剂容易溅出,从而降低元素的回收率。对于干灰化法消解,因温度高易造成易挥发元素的损失,并且坩埚对被测组分有一定吸留作用,致使测定结果和回收率降低。因此,实验选取微波消解法作为样品的消解方式。

2.2 消解试剂的选择

消解试剂是消解的重要因素。通过选择不同的

消解试剂消解圆白菜标准物质,使得标准物质结果最接近真值,以此选择最优消解体系。本实验选取 7 mL HNO₃、7 mL HNO₃+1 mL H₂O₂、7 mL HNO₃+1 mL H₂O₂+1 mL HClO₄ 三种消解进行比较,结果见表 3,从表 3 中结果可以得出以硝酸-过氧化氢体系处理质控样品,其结果与其他两种酸体系结果具有显著性差异($P<0.05$),而以硝酸作为消解试剂与硝酸-过氧化氢-高氯酸处理质控样品,其结果无显著性差异。考虑到 HNO₃、H₂O₂ 和 HClO₄ 均属于易制爆危险化学品,均有严格的使用规范和操作要求,消解处理是必不可少的实验环节,硝酸作为消解试剂是标准方法《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》(GB 5009.268—2016)中规定的消解试剂,但是三种消解体系相比,明显 HON₃-H₂O₂ 体系消解结果更接近真值。因此,在保证实验结果准确性的前提下,采用混合酸体系,但是尽可能减少多种试剂的混用,混用将增加实验试剂成本,也增加了实验室危险化学品安全使用和管理难度,在满足检测要求的情况下,选择硝酸-过氧化氢消解体系作为本研究的消解试剂。

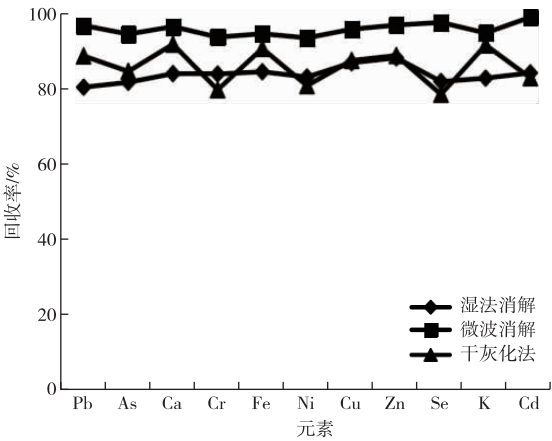


图 1 不同消解方式对韭菜中 11 种元素回收率的影响
Figure 1 Effects of different digestion methods on the recovery of 11 elements in leek.

表 3 不同试剂消解质控样品的结果比对

Table 3 Comparison of results of quality control samples digested by different reagents

元素	硝酸	硝酸-过氧化氢	硝酸-过氧化氢-高氯酸	标准值/(mg·kg ⁻¹)
Pb	0.13±0.01c	0.17±0.01a	0.15±0.01b	0.19±0.03
As	0.05±0.01b	0.06±0.01a	0.04±0.01b	0.062±0.014
Cd	29.55±0.13b	33.73±1.22a	29.28±0.17b	35±6
Cr	1.51±0.04b	1.75±0.02a	1.4±0.03c	1.8±0.3
Cu	2.45±0.05b	2.65±0.01a	2.38±0.03c	2.7±0.2
Zn	23.54±0.42b	25.88±0.81a	22.83±0.16b	26±2
Se	0.14±0.02b	0.22±0.01a	0.15±0.01b	0.2±0.03
Fe	93.15±0.73b	96.99±0.4a	93.89±1.53b	98±10
Ca	0.67±0.01b	0.7±0.01a	0.65±0.01c	0.7±0.02
Ni	0.85±0.02b	0.93±0.01a	0.87±0.03b	0.93±0.1

注:同行不同字母表示各处理间具有显著性差异($P<0.05$),下同。

2.3 微波条件优化

微波消解是重金属检测过程至关重要的前处理方法,因此微波消解条件的选择直接影响样品的消解程度,本实验设置三种不同的消解程序与国家标准(消解程序 2)进行比较,消解程序见表 4,圆白菜标准物质结果见表 5。从表 5 中可以得出,除铅元素外,程序 1 消解结果与程序 2、程序 3 处理间具有显著性差异($P<0.05$),并且程序 1 消解结果最接近样品真值,而程序 2 与程序 3 消解结果无显著性差异。程序 1 总耗时 45 min,从节约成本、简化方法、减少前处理时间及保证实验样品结果准确性的目的考虑,本实验选择消解程序 1 为微波消解条件。

表 4 不同微波消解程序的设置

Table 4 Settings of different microwave digestion programs					
消解程序	步骤	功率/W	升温时间/min	温度/℃	保持时间/min
程序 1	1	1 600	5	120	5
	2	1 600	5	160	10
	3	1 600	5	195	15
程序 2	1	1 500	5	90	5
	2	1 500	5	120	10
	3	1 500	5	160	20
	4	1 500	5	195	10
程序 3	1	1 600	5	120	5
	2	1 600	5	150	10
	3	1 600	5	190	20

表 5 不同消解程序消解质控样品的结果比对

Table 5 Comparison of results of digestion of quality control samples by different digestion procedures				
/(mg · kg ⁻¹)				
元素	程序 1	程序 2	程序 3	标准值
Pb	0.17±0.01a	0.12±0.01b	0.15±0.01a	0.19±0.03
As	0.06±0.01a	0.05±0.01b	0.04±0.01b	0.062±0.014
Cd	34.56±0.2a	28.55±0.13c	29.38±0.04b	35±6
Cr	1.65±0.02a	1.27±0.07c	1.37±0.05b	1.8±0.3
Cu	2.62±0.02a	2.35±0.06b	2.41±0.06b	2.7±0.2
Zn	24.88±0.7a	22.87±0.48b	22.5±0.42b	26±2
Se	0.21±0.01a	0.13±0.01c	0.18±0.01b	0.2±0.03
Fe	96.32±0.17a	92.68±0.4c	94.56±0.57b	98±10
Ca	0.68±0.02a	0.62±0.02b	0.62±0.01b	0.7±0.02
Ni	0.92±0.01a	0.88±0.02b	0.87±0.03b	0.93±0.1

2.4 赶酸温度的选择

样品经微波消解后,样品量体积较多,接近 8 mL,直接定容样品并进样,容易造成样品酸度过大并损坏 ICP-MS 配件。因此,需对溶液进行赶酸处理。对赶酸仪所设温度 100、120、150、160、170 ℃ 进行比较。韭菜空白样品中 Ca、K、Fe 加标量为 1 000 μg/kg, Pb、Cd、Se、As、Zn、Cu、Ni、Cr 加标量 5 μg/kg。扣

除空白后 11 种元素回收率见图 2。从图 2 中可知,当样品赶酸温度设为 150 ℃ 时,加标回收率最高,当赶酸温度过低时,赶酸耗时较长,当赶酸温度过高时,容易造成元素损失。因此,实验选择 150 ℃ 为赶酸温度。

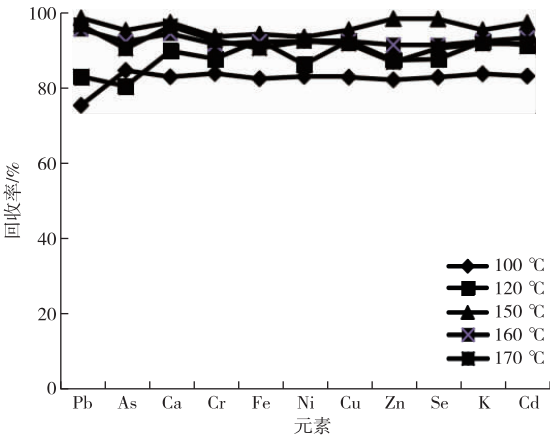


图 2 不同赶酸温度条件下元素回收率

Figure 2 Element recoveries under different acid driving temperatures.

2.5 进样酸度条件的优化

分别用体积分数为 0%、1%、2%、3%、5% 的硝酸溶液配制 10 μg/L 的重金属混合标准溶液,将标准溶液依次在仪器最佳条件下进行测定,计算标准溶液回收率。其结果见图 3。结果表明,在硝酸溶液体积分数大于 2% 时,标准溶液回收率趋于最大且稳定,同时为了避免酸度过大对仪器造成的损坏和浪费,为了满足实验要求和节约成本,实验选择在 3% 的硝酸体系中进行测定。

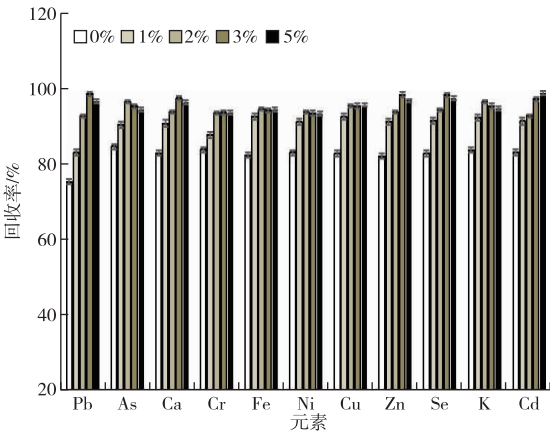


图 3 不同酸进样体积对 11 种元素回收率的影响

Figure 3 Effects of different acid injection volumes on recovery of 11 elements.

2.6 ICP-MS 射频发生器功率的选择

将 ICP-MS 射频发生器功率设为 1 400、1 500、

1 550、1 600、1 650 W,比较几种功率下 11 种元素的加标回收率,由此判定 ICP-MS 最适功率。将实验样品中加入 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ Ca、K、Fe,加入 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ Pb、Cd、Se、As、Zn、Cu、Ni、Cr,扣除空白后计算各元素回收率。由图 4 可以得出,功率设置在 1 550 W 时,仪器准确度最高,样品加标回收率最高,当射频发生器功率设置过低时,会导致基体效应增加,同时氧化物质谱干扰增加;当功率设置过高时,容易将元素电离生成双电荷,导致样品回收率过低,并且对仪器造成较大的损害^[14];因此,实验选择 1 550 W 作为仪器分析时射频发生器功率。

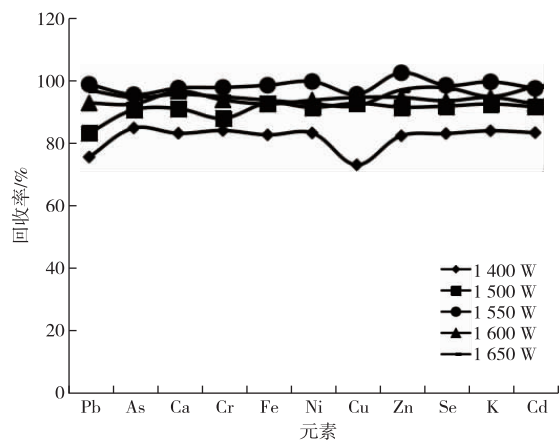


图 4 ICP-MS 功率对 11 种元素回收率的影响
Figure 4 Effects of ICP-MS power on recovery of 11 elements.

2.7 内标元素的选择

ICP-MS 测定中会发生质谱干扰和非质谱干扰,非质谱干扰主要通过内标法来校正。内标是在样品和校准标准系列中加入一种或几种元素来监测和校正信号的短期漂移和长期漂移以及校正一般的基体效应^[15]。本实验测定时采用双蠕动泵模式进样,分别引进待测试液和⁴⁵Sc、⁷²Ge、¹¹⁵In、²⁰⁸Bi 混合内标溶液,不仅能有效消除基体效应的影响,还可很好地校正仪器在长时间测定过程中的信号漂移^[16],在线内标法可增加样品测定准确率和提高样品回收率。

2.8 方法学验证

2.8.1 线性范围、检出限和定量限

将配制的系列浓度混合标准溶液,利用 ICP-MS 在最佳检测条件下进行检测,以待测元素的信号响应值与内标物质信号响应值的比值为纵坐标,以浓度为横坐标进行线性回归,并对系列浓度的 11 种元素的空白加标溶液进行测定,对样品空白溶液连续测定 11 次,得到方法的检出限,通常以信噪比(S/N)作为检出限(LOD)和定量限(LOQ)的评价依据。一般以 $S/N=3:1$ 时的检测浓度作为 LOD,以 $S/N=10:1$ 时的检测浓度作为 LOQ^[17]。结果见表 6。从表 6 中可以看出,11 种重金属元素线性关系良好, R^2 均大于 0.999,方法检出限为 0.002~0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$,方法定量限为 0.006~0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表 6 11 种重金属元素的线性方程、相关系数(R^2)、LOD 及 LOQ

Table 6 Linear equation, correlation coefficient (R^2), LOD and LOQ of 11 heavy metal elements /($\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)					
元素名称	线性范围	线性方程	R^2	LOD	LOQ
Pb	0.1~50	$Y=0.0140x+0.0126$	0.999 6	0.002	0.006
As	0.1~50	$Y=0.0051x+1.6037\text{E}-4$	0.999 8	0.003	0.009
Cd	0.1~50	$Y=0.0013x+3.5516\text{E}-5$	0.999 8	0.01	0.03
Cu	0.1~50	$Y=0.0573x+0.0107$	0.999 7	0.02	0.06
Cr	0.1~50	$Y=0.0328x+0.0014$	0.999 7	0.008	0.024
Ni	0.1~50	$Y=0.0140x+0.0131$	1.000 0	0.06	0.18
Zn	0.1~50	$Y=0.010571x+0.031918$	0.999 2	0.05	0.15
Se	0.1~50	$Y=5.1809\text{E}-4x+4.9869$	0.999 6	0.01	0.03
Ca	10~5 000	$Y=8.0049\text{E}-6x+7.6084$	0.999 5	0.10	0.30
K	10~5 000	$Y=0.2600x+0.1229$	0.999 8	0.10	0.30
Fe	10~5 000	$Y=0.0295x+0.1133$	0.999 7	0.08	0.24

2.8.2 加标回收与精密度实验

在空白韭菜样品中加入低、中、高三个标准浓度加标量的混合标准溶液,因韭菜中 Ca、K、Fe 元素含量较高,因此 Ca、K 标品添加量为 50、100、500 mg/kg , Fe 元素标品添加量为 10、20、100 mg/kg ,其他 8 种金属元素标品添加量为 1、2、10 mg/kg ,在最优前处

理条件及最优仪器条件下对韭菜样品进行加标分析,每个加标水平进行 6 次重复实验,计算回收率和精密度,结果见 7。由表 7 可知,11 种金属元素 3 个添加水平下的回收率在 88.0%~103%,RSD 在 1.8%~4.6%,说明该方法对 11 种金属元素有良好的准确度和精密度。

表 7 韭菜样品中 11 种金属元素加标回收率及相对偏差

Table 7 Recoveries and relative deviation of 11 metal elements in leek samples ($n=6$)

元素	标准品加入量/(mg · kg ⁻¹)	本底值/(mg · kg ⁻¹)	实测值/(mg · kg ⁻¹)	回收率/%	RSD/%
Pb	1	0.046	1.039	99.3	2.3
	2		2.048	101.6	4.2
	10		10.039	99.9	3.5
As	1	0.015	1.011	99.6	1.8
	2		2.011	99.8	4.3
	10		9.993	99.8	2.6
Cd	1	0.013	1.001	98.8	3.7
	2		2.002	99.4	4.5
	10		9.963	99.5	3.5
Cu	1	0.275	1.245	97.0	2.6
	2		2.233	97.9	3.6
	10		10.243	99.7	4.6
Ni	1	0.136	1.111	97.5	4.6
	2		2.102	98.3	3.5
	10		10.086	99.5	2.8
Zn	1	2.08	2.96	88.0	1.8
	2		3.94	93.0	4.3
	10		11.94	98.6	2.5
Se	1	0.016	1.011	99.5	3.6
	2		1.986	98.5	2.8
	10		10.001	99.8	2.9
Cr	1	0.141	1.121	98.0	4.6
	2		2.102	98.1	3.5
	10		9.816	96.8	2.8
Ca	50	360.21	411.11	101.8	3.1
	100		452.21	92.0	3.6
	500		843.11	96.6	3.8
K	50	2 355.52	2 406.23	101.4	2.6
	100		2 453.43	97.9	2.8
	500		2 841.63	97.2	4.3
Fe	10	32.47	42.63	101.6	2.1
	20		53.01	102.7	1.9
	100		131.49	99.3	2.6

3 结论

本研究优化了前处理方法、ICP-MS 检测方法和工作条件,建立了微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定韭菜中多元素同时测定的方法,具有通量大、可同时消解大批样品、操作简单等优点。本研究表明:本方法具有前处理耗时短、实验安全性高、消解效果彻底、准确性高等优点,可满足韭菜样品多元素快速、准确测定的需求,对掌握韭菜中金属元素含量、控制韭菜质量安全具有重要意义。

参考文献

[1] 王利亚,张明,张亚丽,等.韭菜产业食品安全的影响因素及优化建议[J].中国瓜菜,2018,31(7):48-50.
WANG Liya, ZHANG Ming, ZHANG Yali, et al. Factors affecting food safety in leek industry and

suggestions for optimization[J]. China Guacai, 2018, 31 (7):48-50.
[2] 汪洁,李兆壮,金宁,等.不同大白菜品种矿质元素含量评价[J].中国瓜菜,2022,35(12):47-52.
WANG Jie, LI Zhaozhuang, JIN Ning, et al. Evaluation of mineral element content of different Chinese cabbage varieties[J]. China Guacai, 2022, 35(12):47-52.
[3] 雷红琴,徐颖洁,颜治,等.动能歧视-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定凉皮中多种元素[J].中国无机分析化学,2023,13(7):761-766.
LEI Hongqin, XU Yingjie, YAN Zhi, et al. Determination of various elements in Liang Pi by kinetic energy discrimination-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(7):761-766.
[4] 刘慧,孙秀兰.苏州市售韭菜中重金属的污染现状及风险评估[J].食品工业,2023,44(1):339-342.

- LIU Hui, SUN Xiulan. Pollution status and risk assessment of heavy metals in leeks sold in Suzhou[J]. Food Industry, 2023, 44(1): 339-342.
- [5] 杨双喜, 王海滨, 汪婵娜, 等. 宁波海曙区 24 类常见蔬菜中重金属铅污染状况与评价[J]. 中国卫生检验杂志, 2022, 32(7): 862-865.
- YANG Shuangxi, WANG Haibin, WANG Lina, et al. The status and evaluation of heavy metal lead pollution in 24 kinds of common vegetables in Haishu district, Ningbo[J]. China Journal of Health Inspection, 2022, 32(7): 862-865.
- [6] 王文芳, 汪永顺. 混合酸溶-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法同时测定多金属矿石中铜铅锌钼[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(3): 256-262.
- WANG Wenfang, WANG Yongshun. Simultaneous determination of copper, lead, zinc and molybdenum in polymetallic ores by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with mixed acid dissolution[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(3): 256-262.
- [7] 张丽萍, 孙启亮, 姚明星, 等. 偏硼酸锂-四硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定石膏中多组分含量[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(7): 741-747.
- ZHANG Liping, SUN Qiliang, YAO Mingxing, et al. Determination of multi-component content in gypsum by lithium metaborate-lithium tetraborate fusion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(7): 741-747.
- [8] 马兴, 赵婷, 郑璇, 等. 微波消解-ICP-MS 同时测定宠物食品中 13 种元素[J]. 中国饲料, 2016 (21): 30-32.
- MA Xing, ZHAO Ting, ZHENG Xuan, et al. Simultaneous determination of 13 elements in pet food by microwave digestion-ICP-MS[J]. China Feed, 2016(21): 30-32.
- [9] 江棋, 彭锦芬, 陈楚国, 等. 微敞开体系-石墨消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定稻米中 8 种重金属[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(5): 407-413.
- JIANG Qi, PENG Jinfen, CHEN Chuguo, et al. Determination of 8 heavy metals in rice by ICP-MS with micro-open graphite digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(5): 407-413.
- [10] 周瑾艳, 保志娟, 杨亦, 等. 生物体中重金属元素分析方法的研究进展[J]. 中国测试, 2012, 38(1): 56-59.
- ZHOU Jinyan, BAO Zhijuan, YANG Yi, et al. Research progress of analytical methods for heavy metal elements in organisms[J]. China Test, 2012, 38 (1): 56-59.
- [11] 刘育金, 李春雷, 孟强. 含铝食品添加剂及其检测技术与监测分析的研究进展[J]. 食品工业科技, 2023, 44(7): 470-476.
- LIU Yujin, LI Chunlei, MENG Qiang. Research progress of aluminum-containing food additives and their detection technology and monitoring analysis[J]. Food Industry Science and Technology, 2023, 44(7): 470-476.
- [12] 许萍, 柴爽爽, 陈铭学, 等. 电感耦合等离子体串联质谱(ICP-MS/MS)法混合模式同时测定土壤中 7 种重金属元素[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(6): 543-548.
- XU Ping, CHAI Shuangshuang, CHENG Mingxue, et al. Determination of seven heavy metal elements in soil samples by ICP-MS/MS using mixed mode[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(6): 543-548.
- [13] 汪霞丽, 言剑, 张丽, 等. 市售韭菜中农药残留及重金属污染状况[J]. 食品与机械, 2022, 38(10): 76-81.
- WANG Xiali, YAN Jian, ZHANG Li, et al. Pesticide residues and heavy metal pollution in leeks on the market[J]. Food and Machinery, 2022, 38(10): 76-81.
- [14] 赵志南, 陈观宇, 杨仁康. 土壤样品快速消解与 ICP-MS 测定条件的优化[J]. 环境化学, 2017, 36(6): 1428-1431.
- ZHAO Zhinan, CHEN Guanyu, YANG Renkang. Rapid digestion of soil samples and optimization of ICP-MS determination conditions [J]. Environmental Chemistry, 2017, 36 (6): 1428-1431.
- [15] 顾强, 乙小娟, 夏拥军. 多内标校正-电感耦合等离子体质谱法测定大豆中 25 种元素的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(6): 2080-2086.
- GU Qiang, YI Xiaojuan, XIA Yongjun. Determination of 25 elements in soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry with multi internal standard calibration[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2021, 12 (6): 2080-2086.
- [16] 陈素彬. 微波消解-ICP-MS 法测定米粉中铝含量的优化改进[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(10): 145-149.
- CHEN Subin. Optimization and improvement of microwave digestion-ICP-MS method for determination of aluminum content in rice flour[J]. Food Research and Development, 2017, 38 (10): 145-149.
- [17] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 实验室质量控制规范 食品理化检测: GB/T 27404—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Specification for laboratory quality control physical and chemical testing of food: GB/T 27404—2008[S]. Beijing: China Standards Press, 2008.