

# 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

顾 强\*, 乙小娟, 夏拥军

(张家港海关综合技术中心, 张家港 215600)

**摘 要: 目的** 建立多内标校正-电感耦合等离子体质谱法同时测定大豆中 25 种元素含量的方法。**方法** 通过对微波消解法和直接提取法等不同前处理方式的优劣, 优化确定最佳前处理方式; 评估基体效应对测定结果的影响, 并选择多个合适的内标对基体效应进行校正后, 各元素含量由电感耦合等离子体质谱法进行检测。**结果** 直接提取法无法将元素完全地从大豆中提取出来, 微波消解法具有更好的提取效率; 各元素在大豆基质中有较明显的基体效应, 测定过程中必须使用多内标进行校正。各元素加标回收率为 78.27%~103.2%, 重复性为 0.72%~5.62%。**结论** 本方法定量准确、灵敏, 适用于大豆中多种元素含量的测定。

**关键词:** 大豆; 元素; 内标; 电感耦合等离子体质谱法

## Determination of 25 kinds of elements in soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry with multiple internal standard correction

GU Qiang\*, YI Xiao-Juan, XIA Yong-Jun

(Comprehensive Technology Center of Zhangjiagang Customs, Zhangjiagang 215600, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a quantitative method for simultaneous determination of 25 elements in soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry with multiple internal standard correction. **Methods** By comparing the advantages and disadvantages of different pre-processing methods such as microwave digestion method and direct extraction method, the best pre-processing method was optimized and determined. The influence of matrix effect on the determination results was evaluated, a number of appropriate internal standards were selected to correct the matrix effect, and the content of each element was detected by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Results** The direct extraction method could not completely extract the elements from soybean, and microwave digestion method had better extraction efficiency. Each element had obvious matrix effect in soybean matrix, and multiple internal standards must be used to correct the determination process. The recovery rates of each element were 78.27%–103.2%, and the repeatabilities were 0.72%–5.62%. **Conclusion** This method is accurate, sensitive and suitable for the determination of various elements in soybean.

**KEY WORDS:** soybean; element; internal standard; inductively coupled plasma mass spectrometry

基金项目: 南京海关科研项目(2019KJ19、2021KJ20)

Fund: Supported by the Research Program of Nanjing Customs (2019KJ19, 2021KJ20)

\*通信作者: 顾强, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测方法的开发。E-mail: respro@163.com

\*Corresponding author: GU Qiang, Ph.D, Senior Engineer, Comprehensive Technology Center of Zhangjiagang Customs, Zhangjiagang 215600, China. E-mail: respro@163.com

## 0 引 言

大豆作为一种重要的经济作物, 是生产植物油、植物蛋白以及动物饲料的重要原料。大豆中元素组成与其品质息息相关, 一方面, 微量元素可影响大豆的营养价值, 而另一方面, 重金属元素是有害成分, 会对产品安全以及所产大豆油的储存稳定性产生影响<sup>[1-2]</sup>。同时大豆中元素的种类、含量受到不同产地的土壤、降水、环境、甚至当地的农业习惯的影响, 大豆中元素组成也能在很大程度上反映其原产地信息<sup>[3-5]</sup>。因此, 对大豆中元素含量进行测定具有重要的意义。

大豆等食品中元素含量的测定方法主要包括原子吸收光谱法(atomic absorption spectroscopy, AAS)<sup>[6-8]</sup>、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, ICP-AES)<sup>[9-10]</sup>和电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)<sup>[11-13]</sup>等。这些方法中, AAS 法是最为经典的元素测定方法, 其准确性高、操作简便、使用最为广泛。但是该方法一次只能测定一个元素, 对于在原产地溯源等需要测定多元素的应用场景来说, 该技术检测耗时较长, 不利于大批量样品测定。ICP-AES 法虽然可以同时测定多种元素, 但其谱线干扰较多、灵敏度较低, 很难满足大豆中数十种元素的痕量分析。ICP-MS 是目前元素测定领域常用技术中最均衡的检测方法, 其具有能同时分析多种元素、测定速度快、灵敏度和精密度高、线性范围宽等显著优点。

沈琳<sup>[13]</sup>建立了一种微波消解预处理、ICP-MS 法测定的转基因大豆中 6 种无机元素含量的检测方法, 灵敏度较高。胡玲等<sup>[3]</sup>、鹿保鑫等<sup>[14]</sup>同样采用微波消解结合 ICP-MS 的方法, 分别建立起了大豆中 30 种以上矿质元素的测定技术。然而这些技术都是采用外标法进行定量, 存在因基体效应而导致定量不准的风险。在前处理方法上, 人们还尝试开发比微波消解法更为高效便捷的技术。伍燕湘等<sup>[15]</sup>采用稀硝酸直接提取样品中元素的手段, 建立了大米中 7 种元素含量的 ICP-MS 测定方法, 该方法的检测结果与国标方法无显著差异。CAMIN 等<sup>[16]</sup>采用类似的直接萃取技术, 建立了橄榄油中多种元素含量的测定方法。相比于微波消解法, 使用稀酸直接提取样品中元素的方法更为简便, 该前处理方法的高效性使其成为一种值得加以进一步研究的技术。

本研究拟通过对比微波消解法、稀酸直接提取法这 2 种前处理方式的优劣, 结合 ICP-MS 和多种内标校正技术, 建立起一种前处理简便、定量更为准确、适合多元素含量测定的方法, 满足大豆原产地鉴别研究的需求, 为相关研究提供方法参考。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器与试剂

NexION 300 电感耦合等离子体质谱仪(美国 Perkin Elmer 公司); MARS 全自动微波消解仪(美国 CEM 公司); Milli-Q 超纯水处理系统(美国 Millipore 公司); X3R 冷冻离心机(美国 ThermoFisher 公司); 2500TH 数控超声波清洗器(上海安谱实验科技股份有限公司); Multi reax 试管振荡器(德国 Heidolph 公司); Knifetec 1095 刀式样品磨(丹麦 FOSS 公司)。

硝酸(痕量金属级, 美国 Fisher Scientific 公司); 盐酸、过氧化氢(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 铍(Be)、镁(Mg)、铝(Al)、钾(K)、钙(Ca)、钒(V)、锰(Mn)、铁(Fe)、钴(Co)、铜(Cu)、锌(Zn)、镓(Ga)、硒(Se)、铷(Rb)、锶(Sr)、银(Ag)、镉(Cd)、铯(Cs)、钡(Ba)、铊(Tl)、铅(Pb)、铀(U)、铬(Cr)、镍(Ni)、砷(As)混合元素标准溶液(10 μg/mL, 美国 Inorganic Ventures 公司); Li<sup>6</sup>、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi 内标混合溶液(10 μg/mL, 美国 Agilent 公司); 大豆粉参考样品(钙、铁、锌、铜元素成分分析, 中国计量科学研究院)。

大豆样品由张家港海关综合技术中心提供, 使用前需除去杂质和损伤粒, 并使用刀式样品磨研磨均匀。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 样品前处理方法

微波消解法: 准确称取 0.5 g(精确到 0.0001 g)研磨均匀的样品于特氟龙消解管中, 加入 8 mL 浓硝酸, 摇匀后盖紧消解管盖子, 按预设的微波消解程序(见表 1)进行消解。消解结束后在 150 °C 下赶酸至剩余约 1 mL 液体, 冷却后用超纯水转移至容量瓶中, 定容至 10 mL, 待测。

表 1 微波消解程序  
Table 1 Program for microwave digestion

步骤	功率/W	保持时间/min
1	250	4
2	0	4
3	250	5
4	400	7
5	700	6
6	350	5

直接提取法: 萃取溶液参照 CAMIN 等<sup>[16]</sup>描述的方法进行配制, 具体来说, 是采用 6.7%过氧化氢、1%硝酸、0.2%盐酸的混合水溶液。萃取时, 准确称取 0.5 g(精确到 0.0001 g)研磨均匀的样品于 10 mL 螺口玻璃离心管中, 加 5 mL 萃取溶液, 涡旋 2 min, 超声 15 min, 然后再涡旋

1 min, 离心分离出上清液; 再用 5 mL 萃取溶液提取 1 次, 合并提取液并用超纯水定容至 10 mL, 过 0.45  $\mu\text{m}$  水相滤膜, 待测。

### 1.2.2 多元素 ICP-MS 测定

射频功率 1100 W, 等离子体气流量 15 L/min, 载气流量 0.98 L/min, 辅助气流量 1.2 L/min, 动能歧视模式 (kinetic energy discrimination, KED) 碰撞气体 (He) 流量 5 mL/min, 内标法定量。本工作所测定的目标元素、质量数及各元素对应的内标如表 2 所示。其中, 部分元素使用 KED 模式以降低干扰, 另一部分元素使用标准模式以维持所需的灵敏度。

根据大豆中各种元素的大致含量范围, 配制了 6 个浓度水平的多元素混合标准系列, 内标法定量, 每个样品重复测定 3 次。对空白样品独立测试 10 次, 计算出每个元素检测值的标准偏差, 以相应元素样品空白平均值与 3 倍标准偏差之和为检出限, 以相应元素样品空白平均值与 10 倍标准偏差之和为定量限。采用测定大豆粉参考样品的方法评估 2 种前处理方法的优劣, 将实测数据与参考样品指定值的差值除以指定值, 得到测定结果与指定值的偏差, 以百分比表示。由同一操作人在同一天内对同一大豆加标样品进行 6 次重复测定, 得到重复性数据; 由不同的操作人在连续的 5 d 中测定 5 个相同的大豆加标样品, 得到重现性数据。

### 1.3 基体效应的评价

基体效应会严重影响 ICP-MS 的定量分析, 如不加以校正, 检测结果的准确性将受到极大影响。为了评估基体效应对元素信号强度的影响程度, 选取了大豆中不含有的 Ge、Y、In、Bi 等 4 种元素, 以相同浓度添加入 2%(V:V, 以下同) 稀硝酸溶液和经微波消解处理的大豆基质溶液中, 制作 22 个溶液样品。其中, 1-10 号、21-22 号是上述 4 种元素的 2% 稀硝酸溶液, 不含样品基质; 11-20 号则含有经微波消化处理的大豆基质。将上述溶液在相同的仪器条件下进行 ICP-MS 测定, 记录信号强度。为了便于对比, 每种元素的信号值均以 1 号样品的信号强度为 100% 进行归一化处理。

## 2 结果与分析

### 2.1 前处理方法的选择

样品前处理方法是食品中元素测定的关键步骤, 直接关系到目标元素的提取效率和提取稳定性, 从而影响测定方法的回收率、准确度和精密度。据文献报道<sup>[15-17]</sup>, 食品中金属元素含量的检测一般分为消解法和直接提取法, 其中消解法还包括干法消解<sup>[18]</sup>、湿法消解<sup>[10]</sup>以及微波消解<sup>[5]</sup>等。孔维恒等<sup>[19]</sup>详细对比了以上 3 种消解方法在测定植物油中多种元素时的回收率, 结果表明, 微波消解方法

的效果最好。直接提取法因操作简便、提取快速, 在批量样品检测时具有明显的效率优势。因此, 本研究对微波消解法、直接提取法这 2 种方法的提取效果进行对比, 以期找到较高效和准确的前处理方法。

表 2 各元素的质量数、扫描模式、对应内标  
Table 2 Mass numbers, scanning modes and internal standards of each element

元素种类	质量数	工作模式	内标
Be	9	标准模式	Ge
Mg	24	KED	Ge
Al	27	标准模式	Ge
K	39	标准模式	Ge
Ca	43	KED	Ge
V	51	KED	Ge
Cr	52	KED	Ge
Mn	55	KED	Ge
Fe	57	KED	Ge
Co	59	KED	Ge
Ni	60	KED	Ge
Cu	63	KED	Ge
Zn	66	KED	Ge
Ga	69	标准模式	Ge
As	75	KED	Ge
Se	82	KED	Y
Rb	85	标准模式	Y
Sr	88	标准模式	Y
Ag	107	标准模式	In
Cd	111	KED	In
Cs	133	标准模式	In
Ba	138	标准模式	In
Tl	205	标准模式	Bi
Pb	208	标准模式	Bi
U	238	标准模式	Bi

使用微波消解法和直接提取法, 分别测定了参考样品中 4 种元素的含量, 如表 3 所示。从这些数据中可以看出, 使用微波消解法测定的 4 种元素含量数值与指定值的偏差均在  $\pm 15\%$  以内, 显示出微波消解法良好的准确性。然而, 使用直接提取法测定的 4 种元素含量数值与指定值的偏差不仅都超过了 15%, Fe、Zn 的偏差甚至高达 -72.2% 和 -59.5%, 显示出直接提取法的提取效率存在明显问题。很

多元素并不是以游离的离子形式存在于大豆中<sup>[20]</sup>, 因此, 简单的溶液萃取无法将这些元素完全地提取出来。CAMIN 等<sup>[16,21]</sup>采用直接提取法测定植物油中的元素含量, 相比其他文献中使用微波消解等方法测定的数据, 他们的数值也要低很多<sup>[6,11,22]</sup>, 这与本研究上述的研究结果一致。综上所述, 为了得到更为准确的检测结果, 本研究最终选择微波消解作为样品前处理方式。

## 2.2 基体效应和内标的使用

本工作对基体效应进行了评估, 如图 1 所示。可以看出, 相比于稀酸溶液(样品序号 1~10 号、21~22 号), 4 种元素在基质溶液中(样品序号 11~20 号)的信号都有明显增强, 说明这 4 种元素都有很明显的基体增强效应。其中, Ge、Y、In 的增强幅度在 170%~230%之间, 而 Bi 的增强幅度在 140%~160%之间。由此可以推断, 在本方法条件下, 各种元素在大豆基质中可有较为明显的基体效应, 如不加以校正, 测定结果将会受到极大影响。

为了克服基体效应, 得到更为准确的检测结果, 本研究采用内标法进行校正。内标需要选择那些在大豆中不存在的元素, 本研究使用 Li<sup>6</sup>、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi 7 种元素进行内标筛选, 实验发现, 部分大豆样品中含有少量 Li<sup>6</sup> 和 Sc, 这 2 个元素不适合在本研究中用作内标。同时, 内标的质量数需与待测元素相接近, 确保得到较好的标准曲线线性。此外, 与 Tb 质量数相近的 Cs、Ba, 当使用 Tb 作为内标时, 其标准曲线的线性不佳(线性相关系数<0.99), 而改用 In 作为内标时, 则线性有明显改善。因此, 最终选择 Ge、Y、In、Bi 等 4 种元素作为内标, 其与被校正元素的对应关系如表 2 所示。

各元素的线性范围、回归方程的相关系数、检出限和定量限数据见表 4。从表 4 中可以看出, 各元素在各自线性范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.9960。同时各元素的检出限均较低, 能满足大豆中各种元素的定量检测。

表 3 2 种前处理方法测定参考样品元素的含量(n=3)  
Table 3 Element content of reference material determined with the 2 pretreatment methods (n=3)

元素	指定值/(mg/kg)	微波消解法		直接提取法	
		测定结果/(mg/kg)	与指定值的偏差/%	测定结果/(mg/kg)	与指定值的偏差/%
Ca	1.54	1.63±0.0956	+5.84	1.04±0.0322	-32.5
Fe	53.2	45.3±3.20	-14.8	14.8±0.247	-72.2
Cu	10.1	9.19±0.358	-9.01	8.14±0.251	-19.4
Zn	36.3	31.6±3.53	-12.9	14.7±0.632	-59.5

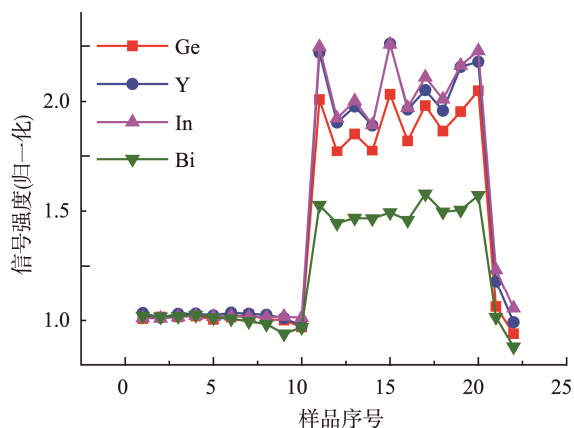


图 1 4 种元素在稀酸溶液和样品基质中的信号强度变化情况  
Fig.1 Changes of signal intensities of 4 elements in dilute nitric acid solution and sample matrix

## 2.3 准确性和精密度

由于商品化的大豆粉中元素成分分析参考样品只有 4 种元素, 无法实现对所有 25 种元素的测定准确度进行

评估, 因此, 本研究采用加标回收实验和重复性实验的方式来评估本方法的准确度和精密度。相关数据如表 5 所示。除 Al 的回收率为 78.27%、Ba 的回收率为 79.20% 外, 其余元素的加标回收率均处于 80%~110%之间; 各元素的重复性在 0.72%~5.62%之间, 重现性在 3.64%~13.83%之间, 均小于 15%。以上数据证明该内标定量方法在消除基体效应方面取得了很好的效果, 该方法的精密度能满足检测要求。

## 3 结 论

本研究对比了微波消解法和直接提取法 2 种前处理方法在大豆多元素测定中的提取效率差异, 评估了基体效应对测定结果的影响, 优选 4 种内标对信号进行校正, 最终建立了微波消解-多内标校正-ICP-MS 法测定大豆中 25 种元素的定量检测方法。该方法中各元素加标回收率为 78.27%~103.2%, 重复性为 0.72%~5.62%, 重现性为 3.64%~13.83%, 方法定量准确、灵敏, 可以满足大豆中多种元素的定量检测需求。

表4 各元素的线性范围、相关系数、检出限和定量限  
Table 4 Linear ranges, correlation coefficients, detection limits and quantitation limits for the 25 elements

序号	元素	线性范围/( $\mu\text{g/L}$ )	线性相关系数	检出限/( $\mu\text{g/kg}$ )	定量限/( $\mu\text{g/kg}$ )
1	Be	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
2	Mg	5.0~250	0.9995	30	100
3	Al	1.0~50	0.9997	6	20
4	K	5.0~250	0.9972	30	100
5	Ca	5.0~250	0.9998	30	100
6	V	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
7	Cr	0.1~5.0	0.9997	0.6	2
8	Mn	0.1~5.0	0.9995	0.6	2
9	Fe	1.0~50	0.9999	30	100
10	Co	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
11	Ni	5.0~250	0.9989	6	20
12	Cu	0.1~5.0	0.9998	0.6	2
13	Zn	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
14	Ga	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
15	As	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
16	Se	0.1~5.0	0.9998	0.6	2
17	Rb	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
18	Sr	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
19	Ag	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
20	Cd	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
21	Cs	1.0~50	0.9999	0.6	2
22	Ba	0.1~5.0	0.9964	0.6	2
23	Tl	0.1~5.0	0.9999	0.6	2
24	Pb	1.0~50	0.9996	6	20
25	U	0.1~5.0	0.9999	0.6	2

表5 方法的准确性和精密度  
Table 5 Accuracy and precision of the method

序号	元素	单位	本底值( $n=3$ )	加标量	测定值( $n=3$ )	回收率/%	精密度/%	
							重复性( $n=6$ )	重现性( $n=5$ )
1	Be	$\mu\text{g/kg}$	0.01 $\pm$ 0.00	20	18.64 $\pm$ 0.84	93.17	0.98	4.02
2	Mg	$\text{mg/kg}$	3203.30 $\pm$ 195.38	1000	4072.30 $\pm$ 247.23	86.90	1.56	6.83
3	Al	$\text{mg/kg}$	78.56 $\pm$ 2.83	200	235.10 $\pm$ 9.90	78.27	2.73	8.27
4	K	$\text{mg/kg}$	4858.57 $\pm$ 398.36	1000	5678.57 $\pm$ 457.13	82.00	1.27	5.94
5	Ca	$\text{mg/kg}$	2440.37 $\pm$ 222.07	1000	3472.37 $\pm$ 306.62	103.2	4.92	13.83
6	V	$\mu\text{g/kg}$	62.26 $\pm$ 1.47	20	81.16 $\pm$ 1.45	94.49	2.37	6.29
7	Cr	$\mu\text{g/kg}$	25.05 $\pm$ 1.29	20	42.03 $\pm$ 2.29	84.90	3.92	7.39

表 5(续)

序号	元素	单位	本底值(n=3)	加标量	测定值(n=3)	回收率/%	精密度/%	
							重复性(n=6)	重现性(n=5)
8	Mn	mg/kg	30.87±1.95	20	48.59±3.17	88.60	3.64	5.48
9	Fe	mg/kg	48.74±6.19	20	65.70±6.07	84.79	5.62	12.10
10	Co	μg/kg	77.29±5.60	20	96.97±4.19	98.39	1.03	9.36
11	Ni	μg/kg	836.83±42.67	200	1013.23±62.51	88.20	4.22	8.71
12	Cu	mg/kg	4.91±0.34	20	23.22±1.71	91.57	4.77	8.02
13	Zn	mg/kg	32.11±2.31	20	49.61±2.15	87.50	3.29	6.41
14	Ga	μg/kg	4.63±0.14	20	23.24±0.59	93.06	1.21	5.98
15	As	μg/kg	21.03±1.71	20	38.03±2.66	85.00	3.29	6.39
16	Se	μg/kg	18.30±0.97	20	37.44±3.97	95.70	1.83	4.83
17	Rb	mg/kg	7.44±0.14	20	24.49±0.63	85.27	2.37	5.48
18	Sr	mg/kg	7.75±0.45	20	25.68±1.79	89.66	2.51	7.29
19	Ag	μg/kg	0.23±0.02	20	19.48±0.76	96.26	1.02	6.72
20	Cd	μg/kg	51.69±4.59	20	72.05±5.51	101.8	3.48	9.27
21	Cs	μg/kg	107.42±6.07	20	126.84±8.25	97.10	3.20	7.43
22	Ba	mg/kg	2.18±0.17	20	18.02±1.12	79.20	4.83	10.31
23	Tl	μg/kg	0.00±0.00	20	18.20±0.72	91.00	1.58	3.64
24	Pb	μg/kg	259.94±17.74	200	457.74±21.47	98.90	3.02	9.89
25	U	μg/kg	0.15±0.01	20	18.59±0.71	92.20	0.72	5.60

参考文献

[1] 夏剑秋, 张毅方. 大豆中主要营养成分和微量元素的功能作用[J]. 中国油脂, 2007, 32(1): 70-72.  
XIA JQ, ZHANG YF. Function of the main nutritious components and trace elements in soybean [J]. China Oils Fats, 2007, 32(1): 70-72.

[2] 唐瑞丽, 高瑀珑, 袁华山. 金属元素对大豆原油储藏稳定性影响[J]. 粮食储藏, 2019, 48(5): 40-46.  
TANG RL, GAO YL, YUAN HS. The effect of metal elements on crude soybean oil storage stability [J]. Grain Stor, 2019, 48(5): 40-46.

[3] 胡玲, 周建立, 张益, 等. 基于稳定同位素比率和矿质元素含量分析的进口大豆产地溯源[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(17): 214-219.  
HU L, ZHOU JL, ZHANG Y, et al. Origin traceability of imported soybeans (glycine max) using stable isotope ratio and elemental analyses [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(17): 214-219.

[4] 赖翰卿, 习佳林, 何伟忠, 等. 基于矿物元素指纹分析技术的中国北方大豆产地溯源研究[J]. 中国食物与营养, 2020, 26(7): 19-23.  
LAI HQ, XI JL, HE WZ, et al. Classification of soybean origin in northern China based on mineral element fingerprint analysis technology [J]. Food Nutr China, 2020, 26(7): 19-23.

[5] 鹿保鑫, 马楠, 王霞, 等. 不同区域土壤及大豆中 8 种元素含量的分析[J]. 中国粮油学报, 2018, 33(2): 111-116.  
LU BX, MA N, WANG X, et al. Analysis for content of 8 elements in

different regional soil and soybean [J]. Chin J Grain Oil, 2018, 33(2): 111-116.

[6] MENDIL D, ULUOEZLUE OD, TUEZEN M, et al. Investigation of the levels of some element in edible oil samples produced in Turkey by atomic absorption spectrometry [J]. J Hazard Mater, 2009, 165(1): 724-728.

[7] NUNES LS, BARBOSA JTP, FERNANDES AP, et al. Multi-element determination of Cu, Fe, Ni and Zn content in vegetable oils samples by high-resolution continuum source atomic absorption spectrometry and microemulsion sample preparation [J]. Food Chem, 2011, 127(2): 780-783.

[8] 文瑞芝, 曾栋, 袁利萍, 等. 我国 9 省大豆主要矿物质元素含量的特征分析[J]. 湖南师范大学自然科学学报, 2012, 35(5): 64-67.  
WEN RZ, ZENG D, YUAN LP, et al. The feature analysis of mineral elements of soybeans in 9 provinces of China [J]. J Nat Sci Hunan Normal Univ, 2012, 35(5): 64-67.

[9] CINDRIC IJ, ZEINER M, STEFFAN I. Trace elemental characterization of edible oils by ICP-AES and GFAAS [J]. Microchem J, 2007, 85(85): 136-139.

[10] 沈丹萍. 不同产地大豆中矿质元素及异黄酮含量分析[D]. 苏州: 苏州大学, 2014.  
SHEN DP. Analysis of mineral elements and isoflavones in soybean from different areas [D]. Suzhou: Soochow University, 2014.

[11] BENINCASA C, LEWIS J, PERRI E, et al. Determination of trace

- element in Italian virgin olive oils and their characterization according to geographical origin by statistical analysis [J]. *Anal Chim Acta*, 2007, 585(2): 366–370.
- [12] LLORENT-MARTÍNEZ EJ, ORTEGA-BARRALES P, CÓRDOVA MLFD, *et al.* Investigation by ICP-MS of trace element levels in vegetable edible oils produced in Spain [J]. *Food Chem*, 2011, 127(3): 1257–1262.
- [13] 沈琳. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定转基因大豆中的无机元素[J]. *中国无机分析化学*, 2018, 8(2): 64–66.
- SHEN L. Determination of inorganic elements in transgenesis soybean by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) [J]. *Chin J Inorg Anal Chem*, 2018, 8(2): 64–66.
- [14] 鹿保鑫, 马楠, 王霞, 等. 基于电感耦合等离子体质谱仪分析矿物元素含量的大豆产地溯源[J]. *食品科学*, 2018, 39(8): 288–294.
- LU BX, MA N, WANG X, *et al.* Tracing the geographical origin of soybeans based on inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) analysis of mineral elements [J]. *Food Sci*, 2018, 39(8): 288–294.
- [15] 伍燕湘, 周明慧, 张洁琼, 等. 稀酸提取-ICP-MS 法快速测定大米中锰、铜、锌、铅、镉、铷、锶的含量[J]. *中国粮油学报*, 2019, 34(2): 112–117.
- WU YX, ZHOU MH, ZHANG JQ, *et al.* Rapid detection of Cd, Mn, Pb, Zn, Cu, Rb and Sr in rice using diluted acid extraction method by ICP-MS method [J]. *J Chin Cereals Oils Assoc*, 2019, 34(2): 112–117.
- [16] CAMIN F, LARCHER R, PERINI M, *et al.* Characterisation of authentic Italian extra-virgin olive oils by stable isotope ratios of C, O and H and mineral composition [J]. *Food Chem*, 2010, 118(4): 901–909.
- [17] 陈少永, 陶兆林, 张翊, 等. 微波消解-原子吸收光谱法测定地沟油中 5 种微量元素[J]. *蚌埠医学院学报*, 2015, 40(9): 106–109.
- CHEN SY, TAO ZL, ZHANG Y, *et al.* Determination of five kinds of trace elements in hogwash oil by microwave digestion-atomic absorption spectrometry [J]. *J Bengbu Med Coll*, 2015, 40(9): 106–109.
- [18] 李晶, 谢明勇, 聂少平, 等. ICP-AES 用于茶油中多种无机元素的测定研究[J]. *光谱学与光谱分析*, 2009, 29(8): 2258–2261.
- LI J, XIE MY, NIE SP, *et al.* Determination of inorganic elements in oleum camelliae by ICP-AES [J]. *Spectrosc Spectral Anal*, 2009, 29(8): 2258–2261.
- [19] 孔维恒, 严华, 徐姗, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定橄榄油中的 18 种金属元素[J]. *食品安全质量检测学报*, 2015, 6(11): 4330–4335.
- KONG WH, YAN H, XU S, *et al.* Simultaneous determination of 18 metal elements in olive oil by microwave digestion-inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(11): 4330–4335.
- [20] MATAVELI LRV, POHL P, MOUNICOU S, *et al.* A comparative study of element concentrations and binding in transgenic and non-transgenic soybean seeds [J]. *Metallomics*, 2010, 2: 800–805.
- [21] CAMIN F, LARCHER R, NICOLINI G, *et al.* Isotopic and elemental data for tracing the origin of European olive oils [J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58(1): 570–577.
- [22] CABRERA-VIQUE C, BOUZAS PR, OLIVERAS-LÓPEZ MJ. Determination of trace elements in extra virgin olive oils: A pilot study on the geographical characterisation [J]. *Food Chem*, 2012, 134(1): 434–439.

(责任编辑: 韩晓红)

## 作者简介



顾强, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测方法的开发。  
E-mail: respro@163.com