

水蒸气蒸馏-纯化水吸收联用电感耦合等离子体 质谱法测定食品中二氧化硫含量

赵柳红¹, 蓝长波^{2*}

(1. 广西-东盟食品药品安全检验检测中心, 南宁 530021; 2. 广西柳州市食品药品检验所, 柳州 545006)

摘要: **目的** 建立水蒸气蒸馏-纯化水吸收-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定食品中二氧化硫含量。**方法** 采用水蒸气蒸馏-纯化水吸收法进行样品前处理, 以⁷²Ge 作为硫的内标控制分析信号的动态漂移, 用八级杆碰撞反应池技术来消除质谱干扰, 用 ICP-MS 法测定硫含量, 再折算成二氧化硫(SO₂)含量。**结果** 二氧化硫在 0~500 ng/mL 浓度范围内线性关系良好, 相关系数为 1.0000, 回收率为 95%~105%, 相对标准偏差为 0.1%~0.5%, 检出限为 0.03 ng/mL。同时对国家标准物质小麦 GBW10011(GSB-2)进行分析, 硫含量在其标准值范围内。**结论** 该方法检出限、精密度、准确度、重复性试验的结果均满足检测要求, 可用于测定食品中二氧化硫含量。

关键词: 食品; 二氧化硫(SO₂); 硫(S); 水蒸气蒸馏法; 电感耦合等离子体质谱法

Determination of Sulfur Dioxide in Food by ICP-MS with Steam Distillation-Purified Water Absorption as Pretreatment

ZHAO Liu-Hong¹, LAN Chang-Bo^{2*}

(1. Guangxi-ASEAN Center for Food and Drug Safety Control, Nanning 530021, China; 2. Guangxi Liuzhou Food and Drug Inspection Institute, Liuzhou 545006, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of sulfur dioxide in food by steam distillation-purified water absorption-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** Samples were pretreated by steam distillation-purified water absorption method. ⁷²Ge was used as the internal standard of sulfur to control the dynamic drift of the analysis signal. Eight-stage rod collision reaction cell technology was used to eliminate the interference of mass spectrometry. The sulfur content was determined by ICP-MS, and then converted to sulfur dioxide (SO₂) content. **Results** Sulfur dioxide had a good linear relationship in the range of 0–500 ng/mL concentration with the correlation coefficient of 1.0000. The recoveries were 95%–105%, the relative standard deviations were 0.1%–0.5%, and the detection limit was 0.03 ng/mL. Meanwhile, the national standard material wheat GBW 10011 (GSB-2) was analyzed, and the sulfur content was within its standard value range. **Conclusion** The detection limit, precision, accuracy and repeatability of the method meet the detection requirements and can be used for the determination of sulfur dioxide in food.

基金项目: 国家自然科学基金项目(21375049, 31401575)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (21375049, 31401575)

*通讯作者: 蓝长波, 副主任药师, 主要研究方向为药品与食品质量与安全。E-mail: 1209341306@qq.com

*Corresponding author: LAN Chang-Bo, Deputy Chief Pharmacist, Guangxi Liuzhou Food and Drug Inspection Institute, Liuzhou 545006, China. E-mail: 1209341306@qq.com

KEY WORDS: food; sulfur dioxide (SO₂); sulfur (S); steam distillation; inductively coupled plasma mass spectrometry

1 引言

在食品加工过程中,常通过硫磺熏蒸和添加焦亚硫酸钾、焦亚硫酸钠、亚硫酸钾、亚硫酸钠、亚硫酸氢钠、低亚硫酸钠等亚硫酸盐,以达到漂白、抗氧化、防腐作用,其有效成分为二氧化硫,长期食用此类物质超标食品易致恶心、呕吐等胃肠道反应及机体钙流失,摄入过量易引起急性中毒^[1],我国 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[2]分别规定了不同类别食品中二氧化硫的限量。

目前食品中二氧化硫测定的方法有滴定法^[3,4]、电化学分析法^[5,6]、分光光度法^[7]、气相色谱法^[8,9]、液相色谱法^[10]、离子色谱法^[11]。滴定法为常用方法,采用直接蒸馏,设备简单、技术较成熟,其不足之处在于蒸馏时间长,一些特殊食品的馏出液有颜色从而影响终点判定。GB 5009.34-2016《食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》^[12]中采用直接蒸馏碘量法测定二氧化硫,在实际检验中发现对于米粉、粉条等淀粉含量较多的食品,馏出液为黄色。香菇、葡萄酒等含硫化物食品,由于硫化物与乙酸铅生成黑色物质,导致馏出液为黑色浑浊液体,干扰后续滴定终点的判定。电化学分析法易受电子、电流等因素干扰影响测定结果准确性。分光光度法前处理繁琐,基质复杂样品显色受干扰,灵敏度低。气相色谱、液相色谱、离子色谱法灵敏度高,但样品处理复杂繁琐、耗时、仪器成本高。

本文参考了中国药典 2015 年版四部^[13]中“二氧化硫残留量测定法”所采用的水蒸气蒸馏法,采用智能一体化水蒸气蒸馏仪,并以水为吸收液,与现行国家标准^[12]采用直火蒸馏-乙酸铅吸收法比较,解决蒸馏时间过长以及基质干扰问题。电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)由于具有高灵敏度、干扰少、检测限低、线性范围宽、多元素同时测定等优点,已经成为迄今元素检测强有力的技术手段^[14]。由于硫(S)有较强的第一电离能以及来源于试剂、样品的 N、O、H 和 C 的多原子离子干扰,基于 ICP-MS 技术较少能有效用于 S 元素的测定^[15,16]。碰撞反应池技术的引入,是解决 ICP-MS 干扰问题的突破,碰撞反应池设置在透镜和四级杆分析器之间,通入特殊气体后,能够有效地减少干扰^[17]。本研究运用八级杆碰撞池 ICP-MS 系统,以最佳质谱参数、³⁴S 为待测同位素元素、⁷²Ge 为内标元素获取高灵敏度和低基质干扰,建立 ICP-MS 法测定果脯、干菜、米粉类、粉条、砂糖、食用菌、葡萄酒七类食品中二氧化硫的含量,可作为食品中二氧化硫分析方法的补充,旨为食品安全国家标准方法的制修订提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

ICP-MS 7700 质谱分析仪,带第 3 代八级杆碰撞/反应池系统(ORS³)(美国 Agilent 公司);元素 1810A 摩尔实验室超纯水器(美国 Moore 公司);ST106-1RW 智能一体化蒸馏仪(配制水蒸气发生器 STERO1,济南盛泰电子科技有限公司);实验所用器具均用 10%HNO₃ 溶液浸泡 24 h 后用超纯水冲洗干净,以超纯水代替样品检验,确认 S 未检出后,晾干备用。

硝酸(68%,优级纯,美国 Merck 公司);盐酸(优级纯,美国 Merck 公司);水为超纯水;国家标准物质小麦[GBW10011(GSB-2),批号 20170612,地球物理地球化学勘查研究所];硫(S)标准溶液(1000 μg/mL,GSB G62010-90(1601),批号 20180428,国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院);S 标准使用液(10000 ng/mL,取 S 标准溶液,用 2%HNO₃ 稀释、定容、摇匀即得);质谱调谐液(含 1 μg/L Ge、Co、Li、Mg、Tl、Y,美国 Agilent 公司);内标溶液(含 1 mg/L Bi、Ge、In、Li⁶、Lu、Rh、Sc、Tb,美国 Agilent 公司)。

芒果条、萝卜丁、干米粉、粉条、赤砂糖、香菇、自制葡萄酒的阴性样品和普通样品均为本所抽检样品,固体样品粉碎后备用,液体样品摇匀后备用。

2.2 试验方法

2.2.1 标准系列溶液配制

取 S 标准溶液,用 2%硝酸溶液逐级稀释,即得 0、10、50、100、250、500 ng/mL 的 S 标准系列溶液。

2.2.2 样品前处理(水蒸气蒸馏-水吸收法)

固体样品准确称取 5 g(精确至 0.001 g),液体样品准确移取 5.00 mL,置于蒸馏烧瓶中,加入 100 mL 水,连接智能一体化蒸馏仪,冷凝管下端软管插入预先备有 25 mL 水为吸收液的 200 mL 棕色容量瓶中,快速在蒸馏瓶中加入 5 mL 盐酸,立即盖塞,通水蒸气,按表 1 条件加热蒸馏,蒸馏自动停止后,用水稀释定容至 200 mL,混匀即得。同时做空白试验。

表 1 智能一体化蒸馏仪程序设置
Table 1 Programming of intelligent integrated distillation instrument

加热功率/W	冷凝水温/°C	收集/mL	水蒸气通道
300	17	150	开启

2.2.3 仪器条件

优化后仪器条件见表 2。

3 结果与分析

3.1 前处理条件

3.1.1 水蒸气蒸馏方法优化

国家标准^[12]方法在密闭容器中将样品酸化、直接蒸馏, 以乙酸铅溶液为吸收液, 对于米粉、粉条、香菇、葡萄酒等样品, 馏出液有颜色干扰终点判定。本研究采用水蒸气蒸馏, 避免局部高温、长时间蒸馏引起香菇、葡萄酒中硫醇、硫醚^[18,19]等含硫风味化合物的挥发, 以水为吸收液, 消除了馏出液中杂质与乙酸铅产生有色物质的干扰。为了提高检验效率, 缩短蒸馏时间, 本研究采用智能一体化蒸馏仪蒸馏, 并对蒸馏程序进行优化, 以加热功率、收集量 2 个因素, 设计 25 次正交试验。对加标水平为 100 ng/mL 芒果条阴性加标样品溶液按 2.2 实验方法进行测定, 结果见表 3。结果表明最优蒸馏条件为加热功率 300 W、收集量 150 mL 时回收率即达到 100%, 并且趋于稳定, 方法可行。

表 2 ICP-MS 工作条件
Table 2 Operating Parameter for ICP-MS

项目	工作参数	项目	工作参数
射频功率	1500 W	雾化器	高盐/同心雾化器
等离子体气流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍/铂锥
载气流量	0.80 L/min	采样深度	8 mm
辅助气流量	0.40 L/min	采集模式	跳峰
氦气流量	4 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2 °C	每峰测定点数	3
样品提升速率	0.3 r/s	重复次数	3

表 3 蒸馏程序优化交互作用表(%)
Table 3 Distillation program optimized interaction table (%)

收集量 /mL	加热功率/W				
	100	200	300	400	500
50	93	94	96	100	100
100	96	97	99	100	100
150	97	98	100	100	100
200	99	100	100	100	100
250	100	100	100	100	100

3.1.2 与现行国家标准前处理方法比较

实验中发现国家标准^[12]前处理采用直接蒸馏-乙酸铅吸收法, 进入吸收液的干扰物质多, 使得吸收液变黄、发黑、浑浊。采用水蒸气蒸馏法-水吸收法的吸收液澄清透明, 干扰物质少。为了进一步评价两种方法的优劣, 配制加标水平

为 10、100、400 ng/mL 芒果条阴性加标样品, 每水平 2 份, 分别按本法和国家标准^[3]法进行前处理, 再按国家标准^[3]碘量法进行滴定, 结果见表 4, 本法回收率为 100%, 相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 为 0.1%~0.3%, 国家标准^[13]法回收率为 91%~97%, 精密密度为 3%~7%, 结果表明本研究前处理方法重现性好, 精密度高。

表 4 本法与国家标准前处理方法比较(n=2)
Table 4 Comparisons between this method and current standard pretreatment methods (n=2)

加标水平/(ng/mL)	前处理方法	测得值/(ng/L)	回收率/%	RSD/%
10	本法	9.98	100	0.3
		10.01	100	
	国家标准 ^[12]	9.66	97	3
		9.34	93	
100	本法	100.12	100	0.1
		100.03	100	
	国家标准 ^[12]	97.28	97	5
		92.32	92	
400	本法	400.52	100	0.1
		400.16	100	
	国家标准 ^[12]	388.23	97	7
		362.17	91	

3.2 仪器条件优化

用 1 μg/L(Ge、Co、Li、Mg、Tl、Y)质谱调谐液调节仪器状态, 优化射频功率、载气流量、采样深度等参数, 使分辨率、灵敏度达到最高且稳定, 氧化物、双电荷产率达到最低, 分别为 0.6%、1.1%, 均符合 ≤2%、≤3.0% 的要求。

3.3 干扰与校正-同位素和内标的选择

本研究以同位素(³²S、³³S、³⁴S)、内标(⁷²Ge、¹⁰³Rh、¹¹⁵In) 2 个因素, 以相关系数(*r*)作为考核指标, 设计 25 次正交试验, 对含 S 浓度为 0、10、50、100、250、500 ng/mL 的 S 标准系列溶液按 2.2 实验方法进行测定, 结果见表 5, 其干扰与校正讨论如下:

ICP-MS 测定 S 的主要问题是质谱干扰和基体效应。质谱干扰包括同质异位素、多原子离子、双电荷干扰, 其中多原子离子是最主要干扰。八级杆碰撞/反应池技术将八级杆装入充满氦气或氢气的环境, 通过多原子离子与 He 或 H₂ 的碰撞来减少质谱干扰^[20]。本研究应用八级杆碰撞反应池技术, 基于 S 有 ³²S、³³S、³⁴S、³⁶S 4 种稳定同位素, 以 ³²S、³³S、³⁴S 较常用, 分别考察 ³²S、³³S、³⁴S 的检出限, 结果显示使用碰撞反应池模式下, ³⁴S 为监测同位素元素时检出限最低, 质谱干扰最小。

信号漂移和基体效应存在 ICP-MS 法分析过程中, 由于 S 的第一电离能较高, 在单四级杆电感耦合等离子体电

离效率相对低,受基质的影响较大^[20]。校正基体效应最常用的方法有基体匹配法、标准加入法和内标法。本研究采用内标法进行校正,选择质量数相近且无干扰的内标元素⁷²Ge、¹⁰³Rh、¹¹⁵In进行考察,结果发现当以⁷²Ge为内标元素时可以很好控制S元素的线性漂移和降低基体效应,提高检测结果的准确性。

表5 同位素和内标交互作用表(相关系数/*r*)Table 5 Interaction between isotopes and internal standard (correlation coefficient / *r*)

同位素	内标		
	⁷² Ge	¹⁰³ Rh	¹¹⁵ In
³² S	0.9826	0.9671	0.9317
³³ S	0.9923	0.9883	0.9752
³⁴ S	1.000	0.9980	0.9969

3.4 标准曲线及方法检出限

根据国家标准^[2]规定的二氧化硫限量,确定了标准曲线范围为0~500 ng/mL。由仪器连续测定20次空白溶液生成的线性方程得出S仪器检出限,结果见图1,以其3倍标准偏差对应的浓度计算方法检测限为0.03 ng/mL。

3.5 回收率及精密度试验

结合国家标准^[2]规定相应品种中二氧化硫限量值,设计10、100、400 ng/mL 3个水平的加标回收试验,取芒果条、白菜干、米粉、粉丝、白砂糖、香菇、葡萄酒的阴性样品,每个水平取6份样(*n*),每份测定6次。结果如表6所示,回收率在95%~105%之间,RSD为0.1%~0.5%。

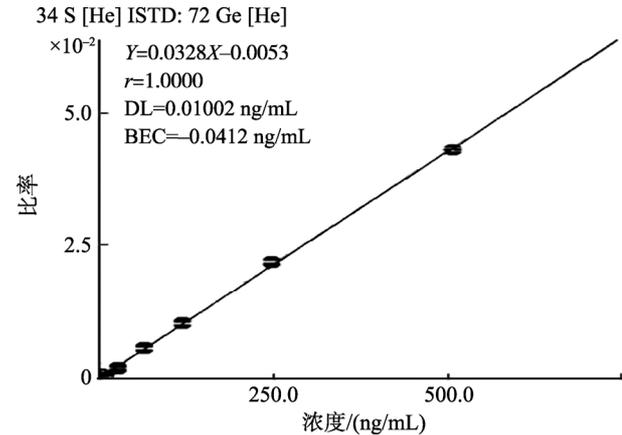


图1 线性方程及检出限

Fig.1 Linear equation and detection limit

表6 回收率、精密度试验结果(*n*=6)Table 6 Sample contents, recoveries and precision test results (*n*=6)

样品名称	10 ng/mL 加标水平			100 ng/mL 加标水平			400 ng/mL 加标水平		
	\bar{X} 平均值	平均回收率/%	RSD/%	\bar{X} 平均值	平均回收率/%	RSD/%	\bar{X} 平均值	平均回收率/%	RSD/%
芒果条	9.9113	99	0.3	96.3254	96	0.2	400.1361	100	0.1
白菜干	9.8042	98	0.3	102.2068	102	0.2	401.0582	100	0.1
米粉	10.0081	100	0.2	101.0547	101	0.2	399.6168	100	0.4
粉丝	9.6923	97	0.4	99.5478	100	0.1	403.0581	101	0.4
白砂糖	9.5797	96	0.3	99.5032	100	0.2	392.2555	98	0.5
香菇	10.1213	101	0.4	105.1832	105	0.4	405.8653	101	0.5
葡萄酒	9.5185	95	0.5	100.2362	100	0.1	401.8431	100	0.3

3.6 重复性试验

按2.2.2对100 ng/mL加标水平的芒果条加标样品进行前处理,取加标样品溶液6份,测定S含量,结果平均含量为96.33 ng/mL,RSD为0.2%,说明重复性好。

3.7 准确度试验

按2.2.2对小麦标准物质进行前处理,平行测定6份,对方法准确度进行分析验证,测定值1.78 g/kg,标准值范围为1.61~1.95 g/kg。

3.8 实际样品检测

按芒果条、萝卜丁、干米粉、粉条、赤砂糖、香菇、自制葡萄酒品种分别取7批样品,同时采用本法和国家标准^[12]测定,如表7,2种方法的测定结果RSD为4.6%~8.5%。

表7 本法与现行国家标准法比较(*n*=3)Table 7 Comparisons between this method and current standard pretreatment methods (*n*=3)

样品名称	本法	国标方法	RSD/%
	S含量(以SO ₂ 计, g/kg)	S含量(以SO ₂ 计, g/kg)	
芒果条	0.069	0.062	7.6
白菜干	0.015	0.014	4.9
米粉	未检出	未检出	/
粉丝	未检出	未检出	/
白砂糖	未检出	未检出	/
香菇	0.015	0.016	4.6
葡萄酒	0.044	0.039	8.5

4 结 论

本研究基于智能一体化蒸馏仪进行批量水蒸气蒸馏, 以纯水为吸收液, 以 ^{34}S 为监测同位素元素、 ^{72}Ge 作为内标元素, 利用 ICP-MS 碰撞反应池技术测定 7 种不同类型的食品中二氧化硫含量。方法经过国家标准物质小麦 [GBW10011(GSB-2)] 验证, 测定值在规定的标准值范围内, 样品回收率在 95%~105% 范围, 精密度在 0.1%~0.5%。本法蒸馏时间短, 操作自动化程度高, 馏出液澄清且共馏物中杂质少, 基质干扰小, 用八级杆碰撞反应池技术消除质谱干扰, 测定结果准确, 方法符合国家标准要求, 可用于批量测定各类复杂基质食品中二氧化硫的含量。

参考文献

- [1] 李芳. 食品中二氧化 S 的危害及检测方法[J]. 职业与健康, 2009, 25(3): 315-316.
Li F. Hazard and detection method of sulfur dioxide in food [J]. Occupat Health, 2009, 25(3): 315-316.
- [2] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard-Standards for uses of food additives [S].
- [3] 何红梅, 薛则尧, 曹小彦. 碘吸收滴定法测定食品中二氧化硫残留量[J]. 食品与机械, 2006, 22(3): 142-143.
He HM, Xue ZY, Cao XY. Titration determination of sulfur dioxide residues in foods employing iodine solution absorbing [J]. Food Mach, 2006, 22(3): 142-143.
- [4] 陈建芳. 利用凯氏定氮仪快速测定葡萄酒中二氧化硫[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(6): 2386-2390.
Chen JF. Quick determination of sulfur dioxide in wine by Kjeldahl apparatus [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(6): 2386-2390.
- [5] 芦晓芳, 王颖莉, 杜慧玲, 等. 电导滴定法测定食品中二氧化硫残留量[J]. 现代食品科技, 2010, 26(11): 1289-1292.
Lu XF, Wang YL, Du HL, *et al.* Determination of sulfur dioxide residue in food by conductance titration [J]. Mod Food Sci Technol, 2010, 26(11): 1289-1292.
- [6] 王永姣, 张鑫, 程方圆. 电位滴定法测定白术饮片二氧化硫残留量[J]. 中国现代中药, 2018, 20(7): 816-820.
Wang YJ, Zhang X, Cheng FY. Determination of sulfur dioxide in atractylodis macrocephalae rhizoma by acid distillation potentiometric titration [J]. Mod Chin Med, 2018, 20(7): 816-820.
- [7] 周美玲, 张秀兰. 改良副玫瑰苯胺比色法测定食品中二氧化硫残留[J]. 江苏预防医学, 1999, 10(3): 64-65.
Zhou ML, Zhang XL. Modified pararosaniline colorimetric method for the determination of sulfur dioxide residues in food [J]. Jiangsu Prev Med, 1999, 10(3): 64-65.
- [8] 朱自平, 郑向延, 睢小军, 等. 顶空气相色谱法测定杏脯中二氧化硫[S]. 化学分析计量, 2016, 25(4): 61-63.
Zhu ZP, Zheng XY, Ju XJ, *et al.* Determination of sulfur dioxide residue in preserved apricots by headspace gas chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2016, 25(4): 61-63.
- [9] 王晓云, 龚汉卿, 王明林, 等. 顶空气相色谱法测定膨化大枣中的亚硫酸盐含量[J]. 山东化工, 2007, 36(3): 36-38.
Wang XY, Gong HQ, Wang ML, *et al.* Use top-gas chromatography to determine the content of sulfite in the jujube [J]. Shandong Chem Ind, 2007, 36(3): 36-38.
- [10] 彭晓俊, 邓爱华, 庞晋山. 柱后衍生-高效液相色谱法测定金针菜中亚硫酸盐[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(3): 1488-1490.
Peng XJ, Deng AH, Pang JS. Determination of sulfites in day lily by post-column derivatization and high performance liquid chromatography [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2011, 47(3): 1488-1490.
- [11] 蔡刚, 刑海龙, 林永通. 离子色谱法测定食品中二氧化硫的应用研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2012, 24(4): 338-341.
Cai G, Xing HL, Lin YT. Ion chromatography in the detection of sulfur dioxide in foods [J]. Chin J Food Hyg, 2012, 24(4): 338-341.
- [12] GB 5009.34-2016 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定[S].
GB 5009.34-2016 National food safety standard-Determination of sulfur dioxide in foods [S].
- [13] 国家药典委员会. 中国药典 2015 年版[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
National Pharmacopoeia Commission. Chinese pharmacopoeia 2015 edition [M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2015.
- [14] 史潜玉, 刘立, 柯润辉, 等. ICP-MS 在食品质量安全领域应用研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2012, 38(12): 118-123.
Shi QY, Liu L, Ke RH, *et al.* Research progress on the application of inductively coupled plasma mass spectrometry in food quality and safety [J]. Food Ferment Ind, 2012, 38(12): 118-123.
- [15] 黄志丁, 王军, 逯海, 等. 电感耦合等离子体质谱测定硫的方法研究及应用进展[J]. 质谱学报, 2013, 34(1): 57-64.
Huang ZD, Wang J, Lu H, *et al.* Advances and applications in method for determination of sulfur by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Chin Mass Spectr Soc, 2013, 34(1): 57-64.
- [16] Giner-Martínez-Sierra, J, Galilea SBO, Marchante GJM, *et al.* Sulfur analysis by inductively coupled plasma-mass spectrometry: A review [J]. Spectrochim Acta Part B: Atomic Spectrosc, 2015, 108: 35-52.
- [17] 李冰, 胡静宇, 赵墨田. 碰撞/反应池 ICP-MS 性能及应用进展[J]. 质谱学报, 2010, 31(1): 1-11.
Li B, Hu JY, Zhao MT. The performance and application on the collision/reaction cell ICP-MS [J]. J Chin Mass Spectr Soc, 2010, 31(1): 1-11.
- [18] 殷朝敏, 范秀芝, 史德芳, 等. HS-SPME-GC-MS 结合 HPLC 分析 5 种食用菌鲜品中的风味成分[J]. 食品工业科技, 2019, 40(3): 260-266.

Yin CM, Fan XZ, Shi DF, *et al.* Flavor compounds analysis of 5 fresh mushrooms using HS-SPME-GC-MS and HPLC [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2019, 40(3): 260–266.

- [19] Ye DQ, Zheng XT, Xu XQ, *et al.* Evolutions of volatile sulfur compounds of Cabernet Sauvignon wines during aging in different oak Barrels [J]. *Food Chem*, 2016, 202: 236–246.

- [20] 王英锋, 刘翠梅, 刘少轻, 等. 普通/ORS 模式-ICP-MS 法测定动物血液和组织中硒的比较[J]. *光谱学与光谱分析*, 2008, 28(9): 2173–2176.

Wang YF, Liu CM, Liu SQ, *et al.* Determination of Se in blood and tissue of animal samples by normal ICP-MS and ICP-MS with octupole [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2008, 28(9): 2173–2176.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



赵柳红, 主治医师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 1466909785@qq.com



蓝长波, 副主任药师, 主要研究方向为药品与食品质量与安全。

E-mail: 1209341306@qq.com