

微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定 小麦中 35 种元素

袁文婷, 程国霞, 赵 迪, 王彩霞, 聂晓玲, 刘 宇*

(陕西省疾病预防控制中心, 西安 710054)

摘 要: **目的** 建立微波消解-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)同时测定小麦中 35 种元素(Li、Be、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、As、Se、Y、Mo、Ag、Cd、Sb、Ba、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Hg、Tl、Pb、Th、U)的分析方法。**方法** 经微波消解处理后,用电感耦合等离子体质谱法对样品进行测定,以 Sc、Rh、In、Bi 为内标元素校正基体效应和信号漂移。**结果** 各元素均呈良好的线性关系,相关系数在 0.9996~1.0000 之间。小麦中 35 种元素检测方法的检出限为 0.0001~0.0030 mg/kg,加标回收率在 89.0%~115.5%之间,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 0.36%~4.90%之间。分别采用一级标准物质河南小麦(GBW 10046)和四川大米(GBW 10044)来验证方法的精密度和准确度,结果均在标准值范围内。对 60 份小麦样品进行测定,所得结果满意。**结论** 该方法用于小麦中多元素的测定,操作简便、分析速度快、灵敏度高,为小麦的质量控制和营养评价提供依据。

关键词: 微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 小麦; 多元素

Simultaneous determination of 35 elements in wheat by microwave digestion-inductively coupled plasma-mass spectrometry

YUAN Wen-Ting, CHENG Guo-Xia, ZHAO Di, WANG Cai-Xia, NIE Xiao-Ling, LIU Yu*

(Center for Disease Control and Prevention of Shaanxi Province, Xi'an 710054, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for simultaneous and quantitative determination of 35 elements (Li, Be, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, As, Se, Y, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Hg, Tl, Pb, Th, U) in wheat by microwave digestion-inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** The wheat samples were digested by microwave system and detected by ICP-MS. Sc, Rh, In and Bi were used as internal standard elements to correct the matrix effect and signal drift. **Results** Each element presented a good liner relationship, and the correlation coefficient (r) was between 0.9996 and 1.0000. The detection limits of 35 elements in wheat were 0.0001–0.0030 mg/kg, the range of recoveries of samples were 89.0%–115.5%, and the relative standard deviation (RSD) was 0.36%–4.90%. The method had high precision and accuracy because the determination results of the first-level reference materials Henan wheat (GBW10046) and Sichuan rice (GBW10044)

基金项目: 陕西省社会发展科技攻关项目(2016SF-292)

Fund: Supported by the Project of Shaanxi Social Development Science and Technology(2016SF-292)

*通讯作者: 刘宇, 技师, 主要研究方向为理化检验。E-mail: lyliuyu2011@163.com

*Corresponding author: LIU Yu, Technician, Center for Disease Control and Prevention of Shaanxi Province, Xi'an 710054, China. E-mail: lyliuyu2011@163.com

2.4.2 仪器参数调试

使用 1 ng/mL 调谐液对仪器条件进行优化, 最佳仪器参数见表 1。

2.4.3 样品处理和检测

将小麦样品按四分法混合后, 经粉碎机高速粉碎, 混匀, 准确称取 0.30 g 样品于微波消解管中, 加入 8 mL 硝酸, 浸泡过夜, 按照设定的微波消解条件(见表 2)进行消解, 冷却后取出, 赶酸器于 100 °C 赶酸至 1 mL 左右, 用超纯水少量多次冲洗消解管, 合并洗涤液, 定容至 10 mL, 摇匀

待测, 同时做试剂空白。按照表 1 设定的仪器条件依次测定标准系列样品溶液, 最后进行数据处理。

3 结果与分析

3.1 仪器条件优化

使用 1.0 ng/mL 的调谐液调试仪器, 使仪器的灵敏度最高并且稳定, 同时氧化物和双电荷产率最低。优化后的仪器参数见表 1。

表 1 电感耦合等离子体质谱仪器工作条件

Table 1 Operation parameters of inductively coupled plasma-mass spectrometry

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
萃取电压/V	-125	极偏压/V	1.0	垂直/mm	460
透镜 1/V	-1080	六级杆偏压/V	0.0	冷却/(L/min)	13.0
透镜 2/V	-79.2	雾化/(L/min)	0.91	辅助/(L/min)	0.80
聚焦电压/V	11.0	透镜 3/V	-193.7	采样深度/mm	98
D1 电压/V	-46.3	功率/W	1400		
D2 电压/V	-133	水平/mm	122		

表 2 微波消解仪工作条件

Table 2 Microwave digestion program

步骤	爬升时间/min	保持时间/min	终止温度/°C	功率/W
1	5	5	120	800
2	5	5	160	800
3	5	20	180	800

3.2 消解体系的选择

准确称取 0.30 g 标准参考物质, 验证不同消解体系对样品的消解效果。分别于样品管中加入 7.5 mL HNO₃+0.5 mL HF、7.0 mL HNO₃+1.0 mL H₂O₂、8.0 mL HNO₃ 溶液进行微波消解, 测定多元素含量, 与标准证书标示值对照, 结果表明, HF 体系测定结果略高于硝酸和过氧化氢消解体系结果, 而硝酸体系跟过氧化氢体系结果之间并没有明显的差异, 所测结果均在标准值测定范围内。但是 HF 体系会对雾化器造成一定程度的损坏, 同时考虑到测定中应尽量避免引入其他物质, 防止样品被污染, 因此本研究选择 8.0 mL 硝酸体系进行消解。

3.3 与干扰校正有关因素的选择

3.3.1 同位素选择

本研究根据待测元素丰度大、干扰少、检出限低的原则, 分别选取 ⁷Li、⁹Be、⁵¹V、⁵²Cr、⁵⁵Mn、⁵⁹Co、⁶⁰Ni、⁶⁵Cu、⁷⁵As、⁸²Se、⁸⁹Y、⁹⁵Mo、¹⁰⁷Ag、¹¹¹Cd、¹²¹Sb、¹³⁷Ba、¹³⁹La、

¹⁴⁰Ce、¹⁴¹Pr、¹⁴⁶Nd、¹⁴⁷Sm、¹⁵³Eu、¹⁵⁷Gd、¹⁵⁹Tb、¹⁶³Dy、¹⁶⁵Ho、¹⁶⁶Er、¹⁶⁹Tm、¹⁷²Yb、¹⁷⁵Lu、²⁰²Hg、²⁰⁵Tl、²⁰⁸Pb、²³²Th、²³⁸U 作为分析对象。

3.3.2 内标的选择

为了对测定过程中存在的信号的漂移进行监测和校正, 同时校准测试元素及一般的基体效应, 实验中需引入内标元素。内标选择的首要条件是内标中不能含有待测元素, 其次内标质量数应与待测元素接近, 并且内标在溶液中的化学性质应与待测元素相似。基于以上原则, 本研究采用钪(Sc)、铈(Rh)、铟(In)、铋(Bi)的混合溶液作为内标。

3.3.3 Hg 记忆效应的消除

据文献报道^[23], ICP-MS 法测定 Hg 有一定的局限性, 其具有极强的吸附性, 在测定过程中容易吸附在泵管、矩管、锥口等处, 不断聚集, 从而产生记忆效应。汞可与金形成金汞齐, 金溶液浓度越大, 形成的金汞齐越稳定, 当金溶液浓度过大时, 形成的金汞齐难以在等离子体中离子化, 导致回收率偏低。因此, 本研究选择 0.20 mg/L 金溶液作为 Hg 的稳定剂, 同时用 0.20 mg/L 金溶液-5%硝酸溶液清洗进样系统, 以消除 Hg 的记忆效应。

3.4 线性范围、检出限

Li、Be、V、Cr、Pb、Cd 等 19 种元素在 0~100 ng/mL, 15 种稀土元素在 0~20.0 ng/mL, 汞在 0~2.00 ng/mL 范围内, 与信号强度呈现良好的线性关系, 相关系数均大于 0.999。根据国际纯粹与应用化学联合会(international union of pure and applied chemistry, IUPAC)的规定, 连续测定空白

溶液 11 次, 计算其标准偏差(standard deviation, SD), 得到各元素的仪器检出限(3SD), 按照称样量为 0.30 g, 定容体积为 10 mL 计算方法检出限^[24]。本法测定小麦中 35 种元素的方法检出限在 0.0001~0.0030 mg/kg 之间, 各元素的检出限和相关系数见表 3。

3.5 方法回收率

分别加入不同浓度的多元素标准溶液于小麦样品中, 经微波消解处理后进行测定, 同时进行平行双样测定, 计算出 35 种元素的加标回收率在 89.0%~115.5%之间, 符合痕量、微量元素测定要求。结果见表 4。

表 3 35 种金属元素检出限和相关系数(n=11)
Table 3 Linear correlation coefficients and limits of detection of 35 elements (n=11)

元素	相关系数 <i>r</i>	仪器检出限/(μg/L)	方法检出限/(mg/kg)	元素	相关系数 <i>r</i>	检出限/(μg/L)	方法检出限/(mg/kg)
⁷ Li	0.9999	0.3000	0.0010	¹⁴¹ Pr	1.0000	0.0100	0.0003
⁹ Be	0.9999	0.0300	0.0023	¹⁴⁶ Nd	1.0000	0.0100	0.0003
⁵¹ V	0.9999	0.0700	0.0030	¹⁴⁷ Sm	1.0000	0.0100	0.0003
⁵² Cr	0.9996	0.0900	0.0020	¹⁵³ Eu	1.0000	0.0040	0.0001
⁵⁵ Mn	0.9998	0.0600	0.0010	¹⁵⁷ Gd	1.0000	0.0060	0.0002
⁵⁹ Co	0.9999	0.0300	0.0023	¹⁵⁹ Tb	1.0000	0.0040	0.0001
⁶⁰ Ni	0.9999	0.0700	0.0030	¹⁶³ Dy	1.0000	0.0040	0.0001
⁶⁵ Cu	0.9999	0.0900	0.0030	¹⁶⁵ Ho	1.0000	0.0016	0.0001
⁷⁵ As	0.9999	0.0900	0.0030	¹⁶⁶ Er	0.9999	0.0040	0.0001
⁸² Se	0.9999	0.0900	0.0005	¹⁶⁹ Tm	0.9999	0.0016	0.0001
⁸⁹ Y	1.0000	0.0160	0.0020	¹⁷² Yb	1.0000	0.0040	0.0001
⁹⁵ Mo	0.9999	0.0600	0.0010	¹⁷⁵ Lu	1.0000	0.0016	0.0001
¹⁰⁷ Ag	0.9999	0.0300	0.0020	²⁰² Hg	0.9999	0.0700	0.0023
¹¹¹ Cd	0.9999	0.0600	0.0023	²⁰⁵ Tl	0.9999	0.0100	0.0003
¹²¹ Sb	0.9999	0.0700	0.0100	²⁰⁸ Pb	0.9999	0.0700	0.0023
¹³⁷ Ba	0.9997	0.3000	0.0007	²³² Th	0.9999	0.0600	0.0020
¹³⁹ La	0.9999	0.0200	0.0005	²³⁸ U	0.9999	0.0400	0.0013
¹⁴⁰ Ce	0.9998	0.0160	0.0010				

表 4 方法回收率
Table 4 Standard addition recoveries of method

元素	本底值 /(ng/mL)	加入量 /(ng/mL)	测定值 /(ng/mL)	回收率 /%	本底值 /(ng/mL)	加入量 /(ng/mL)	测定值 /(ng/mL)	回收率 /%
Li	0.644	0.600	1.3170	112.2	0.612	2.000	2.7920	109.0
Be	0.064	0.600	0.7020	106.3	0.076	2.000	2.1360	103.0
V	0.353	0.600	1.0310	113.0	0.28	2.000	2.4200	107.0
Cr	8.600	0.600	9.1563	92.7	11.1	2.000	13.4102	115.5
Mn	40.470	20.000	59.8300	96.8	42.655	40.000	83.1260	101.2
Co	0.329	0.600	0.9390	101.7	0.361	2.000	2.4520	104.6
Ni	3.621	0.600	4.2390	103.0	3.764	2.000	5.5430	89.0
Cu	10.540	20.000	29.8300	96.5	13.49	40.000	52.8600	98.4
As	0.489	0.600	1.1220	105.5	0.894	2.000	2.9920	104.9

续表 4

元素	本底值 /(ng/mL)	加入量 /(ng/mL)	测定值 /(ng/mL)	回收率 /%	本底值 /(ng/mL)	加入量 /(ng/mL)	测定值 /(ng/mL)	回收率 /%
Se	0.333	0.600	1.0020	111.5	0.419	2.000	2.6540	111.8
Y	0.061	0.200	0.2900	114.5	0.1359	2.000	2.1900	102.7
Mo	9.658	0.600	10.3500	115.3	7.394	2.000	9.1970	90.1
Ag	0.047	0.600	0.6470	100.0	0.085	2.000	2.0760	99.6
Cd	0.234	0.600	0.8890	109.2	0.28	2.000	2.2280	97.4
Sb	0.019	0.600	0.6210	100.3	0.027	2.000	2.1440	105.9
Ba	25.850	0.600	26.5100	110.0	47.86	2.000	50.1200	113.0
La	0.201	0.200	0.3950	97.0	0.281	2.000	2.1340	92.7
Ce	0.100	0.200	0.2950	97.5	0.129	2.000	1.9963	93.4
Pr	0.026	0.200	0.2430	108.5	0.158	2.000	2.1064	97.4
Nd	0.095	0.200	0.3110	108.0	0.052	2.000	1.9983	97.3
Sm	0.019	0.200	0.2360	108.5	0.012	2.000	1.9125	95.0
Eu	0.012	0.200	0.2300	109.0	0.001	2.000	1.8598	92.9
Gd	0.018	0.200	0.2320	107.0	0.001	2.000	2.0012	100.0
Tb	0.002	0.200	0.2200	109.0	0.004	2.000	1.9968	99.6
Dy	0.011	0.200	0.2300	109.5	0.002	2.000	1.8352	91.7
Ho	0.002	0.200	0.2190	108.5	0.001	2.000	1.9260	96.3
Er	0.000	0.200	0.1990	99.5	0.003	2.000	1.8610	92.9
Tm	0.001	0.200	0.1980	98.5	0.001	2.000	1.9558	97.7
Yb	0.005	0.200	0.2210	108.0	0.007	2.000	2.0310	101.2
Lu	0.001	0.200	0.2170	108.0	0.0025	2.000	1.9592	97.8
Hg	0.002	0.200	0.2125	105.3	0.005	1.000	1.0998	109.5
Tl	0.009	0.600	0.6160	101.2	0.013	2.000	1.9140	95.1
Pb	0.394	0.600	1.0600	111.0	0.471	2.000	2.3810	95.5
Th	0.022	0.600	0.5983	96.1	0.011	2.000	1.9812	98.5
U	0.007	0.600	0.6360	104.8	0.008	2.000	1.9770	98.5

3.6 准确度和精密度

分别对国家一级标准参考物质河南小麦(GBW10046)、四川大米(GBW10044)进行测定,重复测定7次,各元素测定结果均在允许误差范围内,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在0.36%~4.90%之间,满足检测的要求,结果见表5。

3.7 样品测定

对60份小麦样品中35种元素进行检测,同时采用与样品基质相同或者相似的标准物质进行内部质量控制。结果表明,各元素在小麦样品中均有检出,根据污染物限量标

准^[25],铅和铬各有1份样品超标,样本超标率均为1.67%。

4 结 论

本研究建立了微波消解-ICP-MS法测定小麦中Li、Be、Cr、Mn、Co、Ni、Se、Cd、Pb等35种元素的方法。通过优化消解体系,采用硝酸体系对样品进行微波消解后,以Sc、Rh、In、Bi为内标进行测定,各元素均呈现良好的线性关系,方法检出限在0.0001~0.0030 mg/kg之间,相对标准偏差在0.36%~4.90%之间,加标回收率在89.0%~115.5%之间。本方法可同时测定小麦中的微量元素、重金属元素以及稀土元素,具有快速、稳定、准确度

高、精密性好等优势。本法用于小麦中多种元素的分析测定,既可准确了解小麦中元素的化学组成和各元素在小麦中的含量分布,又可通过小麦中重金属元素的含量,了解环境的污染状况。本研究结果对于正确了解小麦的营养价值,为居民膳食提供了指导,同时对环境污染状况提供一定的理论依据。

表 5 标准参考物质的测定结果(n=7)
Table 5 Analytical results of standard references (n=7)

元素(质量分数)	GBW 10044 (GSB-22)四川大米			GBW 10046 (GSB-24)河南小麦		
	测定值	标准值	RSD/%	测定值	标准值	RSD/%
Ag(10 ⁻⁶)	0.0038	/	3.83	0.0038	(0.004)	3.36
As(10 ⁻⁶)	0.10	0.12±0.03	2.08	0.016	(0.025)	4.33
Ba(10 ⁻⁶)	0.77	0.75±0.09	1.00	1.3	1.4±0.2	1.33
Be(10 ⁻⁹)	3.2	3.4±0.6	4.57	1.4	1.5±0.4	4.40
Cd(10 ⁻⁶)	0.016	0.018±0.002	1.13	0.019	0.018±0.002	4.87
Ce(10 ⁻⁹)	16	17±2	2.09	14.5	13.0±2.4	2.87
Co(10 ⁻⁹)	8.0	8.2±1.7	0.93	7.8	8.0±1.6	4.80
Cr(10 ⁻⁶)	0.17	0.17±0.05	2.84	0.22	(0.19)	2.61
Cu(10 ⁻⁶)	2.6	2.6±0.1	0.43	2.4	2.4±0.1	1.20
Dy(10 ⁻⁹)	1.09	1.15±0.11	4.51	0.9	0.9±0.2	4.17
Er(10 ⁻⁹)	0.68	0.70±0.10	3.81	0.5	0.5±0.1	4.90
Eu(10 ⁻⁹)	0.38	0.42±0.12	4.39	0.45	0.45±0.14	4.07
Gd(10 ⁻⁹)	1.3	1.5±0.2	4.58	1.2	1.1±0.2	4.90
Hg(10 ⁻⁹)	1.8	2.2±0.5	1.88	2.4	(2.2)	1.49
Ho(10 ⁻⁹)	0.18	0.21±0.04	2.91	0.18	0.20±0.05	2.06
La(10 ⁻⁹)	9.8	10.3±1.1	3.54	7.2	8.1±1.4	3.43
Li(10 ⁻⁶)	0.058	0.068±0.016	0.95	0.026	0.027±0.007	1.81
Lu(10 ⁻⁹)	0.09	(0.1)	1.88	0.05	(0.07)	4.06
Mn(10 ⁻⁶)	11.8	11.5±0.6	0.36	11.0	10.8±0.4	1.80
Mo(10 ⁻⁶)	0.61	0.61±0.03	0.81	0.25	0.25±0.02	1.22
Nd(10 ⁻⁹)	6.6	7.9±1.3	2.78	5.5	6.0±1.2	3.57
Ni(10 ⁻⁶)	0.23	0.21±0.06	1.07	0.11	(0.11)	3.47
Pb(10 ⁻⁶)	0.10	0.09±0.03	2.65	0.072	0.067±0.016	2.18
Pr(10 ⁻⁹)	2.1	2.0±0.3	4.90	1.3	1.4±0.2	3.55
Sb(10 ⁻⁹)	3.7	(5.8)	2.78	7	(8)	4.90
Se(10 ⁻⁶)	0.028	(0.03)	4.58	0.060	0.060±0.010	3.73
Sm(10 ⁻⁹)	1.3	1.6±0.3	4.56	1.02	1.06±0.10	2.74
Tb(10 ⁻⁹)	0.15	(0.25)	4.08	0.15	0.17±0.05	2.38
Th(10 ⁻⁹)	3.9	4.0±1.2	2.48	3.3	(3.2)	3.06
Tl(10 ⁻⁹)	0.33	0.30±0.04	3.89	0.25	(0.27)	3.03
Tm(10 ⁻⁹)	0.10	0.12±0.04	4.46	0.09	0.12±0.04	2.99
U(10 ⁻⁹)	2.2	(2.6)	3.31	1.3	(2)	3.01
V(10 ⁻⁶)	0.03	(0.05)	3.33	0.02	(0.04)	2.48
Y(10 ⁻⁶)	0.21	0.22±0.05	2.02	0.10	0.10±0.02	2.00
Yb(10 ⁻⁹)	0.49	0.61±0.14	4.72	0.43	0.48±0.12	4.03

注: 10⁻⁶ 后单位为 mg/kg, 10⁻⁹ 后单位为 µg/kg。

参考文献

- [1] 马洁, 郑文龙, 张明月. 2010-2014 年天津市市售食品铝含量调查分析[J]. 现代预防医学, 2016, 43(13): 2348-2351.
- Ma J, Zheng WL, Zhang MY. Investigation and analysis on the aluminum content of food sold in Tianjin from 2010 to 2014 [J]. Mod Prev Med, 2016, 43(13): 2348-2351.
- [2] 展筱林, 田红伟, 王静. 紫外-可见分光光度法测定多糖铁复合物的铁含量[J]. 药学研究, 2015, 34(11): 645-647.
- Zhan XL, Tian HW, Wang J. Determination of iron content in polysaccharide iron complex by UV-VIS spectrophotometry [J]. Pharm Res, 2015, 34(11): 645-647.
- [3] 张钦龙, 高舸. 胶体钼化学改进剂石墨炉原子吸收光谱法测定血中铅[J]. 现代预防医学, 2016, 43(21): 3986-3988.
- Zhang QL, Gao G. Determination of lead in blood by GFAAS [J]. Mod Prev Med, 2016, 43(21): 3986-3988.
- [4] 刘正丹, 徐云斌, 曹美龄, 等. 磷酸氢铈纳米吸附剂预富集-火焰原子吸收法测定水中痕量铅[J]. 现代预防医学, 2016, 43(3): 530-533.
- Liu ZD, Xu YB, Cao ML, et al. Determination of trace lead in water by flame atomic absorption spectrometry with cerium phosphate nano-adsorbent pre-enrichment [J]. Mod Prev Med, 2016, 43(3): 530-533.
- [5] 吴鑫, 王栋. 氢化物发生-原子荧光光度法测定甘薯粉中微量硒[J]. 现代预防医学, 2016, 43(6): 1014-1016.
- Wu X, Wang D. Determination of trace selenium in sweet potato powder by hydride generation-atomic fluorescence spectrophotometry [J]. Mod Prev Med, 2016, 43(6): 1014-1016.
- [6] 刘向华. 氢化物发生-原子荧光光度法测定乳制品中铅的含量[J]. 现代预防医学, 2015, 42(3): 431-433.
- Liu XH. Determination of lead in dairy products by hydride generation-atomic fluorescence spectrophotometry [J]. Mod Prev Med, 2015, 42(3): 431-433.
- [7] 张桂梅, 王芸薇, 高寒冰, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土产品和中间控制样品中的铝[J]. 理化检验, 2016, 52(3): 328-331.
- Zhang GM, Wang YW, Gao HB, et al. Determination of aluminum in rare earth products and intermediate control samples by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Phy Chem Inspect, 2016, 52(3): 328-331.
- [8] 胡艳巧, 程文翠, 支云川, 等. 四酸溶矿-电感耦合等离子体发射光谱法测定铬铁矿中多种元素[J]. 分析试验室, 2016, 35(11): 1312-1316.
- Hu YQ, Cheng WC, Zhi YC, et al. Determination of various elements in chromite by inductively coupled plasma emission spectrometry with tetracyclic acid solution [J]. Anal Lab, 2016, 35(11): 1312-1316.
- [9] Brima EI. Levels of essential elements in different medicinal plants determined by using inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Anal Method Chem, 2018, 2018: 1-6.
- [10] Morton J, Tan E, Suvarna SK, et al. Multi-elemental analysis of human lung samples using inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Trace Elem Med Biol, 2017, 43: 15-23.
- [11] Tokalioglu S, Cicek B, Inanc N, et al. Multivariate statistical analysis of data and ICP-MS determination of heavy metals in different brands of spices consumed in Kayseri, Turkey [J]. Food Anal Method, 2018, 11: 2407-2418.
- [12] Esposito M, Cavallo S, Chiaravalle E, et al. Trace elements in free-range hen eggs in the Campania region (Italy) analyzed by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) [J]. Environ Monit Assess, 2016, 188: 1-9.
- [13] Markiewicz B, Sajnog A, Lorenc W, et al. Multielemental analysis of 18 essential and toxic elements in amniotic fluid samples by ICP-MS: Full procedure validation and estimation of measurement uncertainty [J]. Talanta, 2017, 174: 122-130.
- [14] Verboket PE, Borovinskaya O, Meyer N, et al. A new microfluidics-based droplet dispenser for ICP-MS [J]. Anal Chem, 2014, 86(12): 6012-6018.
- [15] 马冲先, 刘洁, 刘巍. 电感耦合等离子体质谱分析应用的新进展[J]. 分析试验室, 2019, 38(6): 732-760.
- Ma CX, Liu J, Liu W. Recent advances and applications of inductively coupled plasma mass spectrometry analysis [J]. Chin J Anal Lab, 2019, 38(6): 732-760.
- [16] 王彩霞, 郭蓉, 程国霞, 等. 陕西省谷物中重金属污染状况及健康风险评估[J]. 卫生研究, 2016, 45(1): 35-38, 44.
- Wang CX, Guo R, Cheng GX, et al. Dietary exposure and health risk assessment of heavy metal in grains of Shaanxi province [J]. J Hyg Res, 2016, 45(1): 35-38, 44.
- [17] Pérez-Álvarez EP, Garcia PR, Barrulas C, et al. Classification of wines according to several factors by ICP-MS multi-element analysis [J]. Food Chem, 2019, 270: 1-3.
- [18] 刘雯雯, 陈岩, 杨慧, 等. 稳定同位素及矿物元素分析在谷物产地溯源中应用的研究进展[J]. 食品科学, 2019, 40(13): 340-348.
- Liu WW, Chen Y, Yang H, et al. Recent advances in the application of stable isotope and mineral element analysis in tracing the geographical origin of cereal grains [J]. Food Sci, 2019, 40(13): 340-348.
- [19] 徐聪, 赵婷, 池海涛, 等. 微波消解-ICP-MS 法测定土壤及耕作小麦中的 8 种重金属元素[J]. 中国测试, 2019, 45(5): 85-92.
- Xu C, Zhao T, Chi HT, et al. Determination of eight kinds of heavy metal elements in cultivated soil and the wheat by microwave digestion-ICP-MS method [J]. Chin Measur Test, 2019, 45(5): 85-92.
- [20] 袁润蕾, 于亚辉, 刘军, 等. 密闭消解-电感耦合等离子体质谱法测定小麦样品中的 Cr、Ni、Cd、As [J]. 当代化工, 2019, 48(8): 1901-1904.
- Yuan RL, Yu YH, Liu J, et al. Determination of Cr, Ni, Cd, As in wheat samples by the method of airtight digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Contem Chem Ind, 2019, 48(8): 1901-1904.
- [21] 王铁良, 刘冰杰, 郭洁, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定小麦籽粒中 8 种重金属元素[J]. 河南农业科学, 2018, 47(11): 148-154.
- Wang TL, Liu BJ, Guo J, et al. Determination of 8 kinds of heavy metal elements in wheat grains by inductively coupled plasma mass spectrometry

method [J]. J Henan Agric Sci, 2018, 47(11): 148–154.

- [22] 赵小学, 袁懋, 闫锋, 等. 微波消解/ICP-MS法测定粮食中的 18 种痕量元素[J]. 环境化学, 2018, 37(3): 609–613.

Zhao XX, Yuan M, Yan F, *et al.* Determination of 18 trace elements in grains by ICP – MS with microwave digestion[J]. Environ Chem, 2018, 37(3): 609–613.

- [23] 舒凤, 张远志, 王宏磊, 等. ICP-MS测定汞的记忆效应的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(2): 189–191.

Shu F, Zhang YZ, Wang HL, *et al.* Research on the memory effect of determining mercury by ICP – MS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2016, 26(2): 189–191.

- [24] GB/T 5009.1-2003 食品卫生检验方法 理化部分 总则[S].

GB/T 5009.1-2003 Food hygiene inspection methods-Physical and chemical part-General [S].

- [25] GB 2762-2012 食品中污染物限量[S].

GB 2762-2012 Limits of pollutants in food [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



袁文婷, 初级技师, 主要研究方向为理化检验。

E-mail: 17802900626@163.com



刘 宇, 技师, 主要研究方向为理化检验。

E-mail: lyliuyu2011@163.com