

# 有机溶剂溶解法结合电感耦合等离子体发射光谱法直接测定软胶囊剂型保健食品中的钙和铁

陈双<sup>1</sup>, 朱晨华<sup>2</sup>, 谭亚军<sup>1</sup>, 周舟<sup>2</sup>, 李莹<sup>1\*</sup>

[1. 天津市食品安全检测技术研究院, 国家加工食品质量监督检验中心, 天津 300308;  
2. 安捷伦科技(中国)有限公司上海第一分公司, 上海 200080]

**摘要:** **目的** 建立电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)测定软胶囊剂型保健食品中的钙和铁含量的方法。**方法** 软胶囊剂型保健食品经水-硝酸-二甲亚砜混合溶液溶解后, 使用电感耦合等离子体发射光谱仪, 直接测定其中的钙和铁含量。**结果** 钙元素方法的检出限为 3 mg/kg, 定量限为 9 mg/kg, 钙元素的回收率在 92.2%~96.7%之间, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)在 3.2%~8.8%之间。铁元素方法的检出限为 0.6 mg/kg, 定量限为 2 mg/kg, 铁元素的回收率在 91.8%~96.7%之间, RSDs 在 1.8%~11.9%之间。实际样品检测时, 同时采用了本方法与 GB 5009.268—2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》(第二法), 两种方法所得结果没有明显差异。**结论** 本方法在前处理时, 不再使用传统的微波消解等方法, 操作简单、快捷、准确度高, 可以用于软胶囊剂型保健食品中钙和铁的检测。

**关键词:** 软胶囊剂型保健食品; 钙; 铁; 二甲亚砜; 直接进样; 电感耦合等离子体发射光谱法

## Direct determination of calcium and iron in soft capsule health food by organic solvent dissolution combined with inductively coupled plasma optical emission spectrometry

CHEN Shuang<sup>1</sup>, ZHU Chen-Hua<sup>2</sup>, TAN Ya-Jun<sup>1</sup>, ZHOU Zhou<sup>2</sup>, LI Ying<sup>1\*</sup>

[1. Tianjin Institute for Food Safety Inspection Technology, National Center of Supervision and Inspection for Processed Food Quality, Tianjin 300308, China; 2. Agilent Technologies (China) Co., Ltd., Shanghai Branch 1, Shanghai 200080, China]

**ABSTRACT: Objective** To establish a method of the determination of calcium and iron in soft capsules health food by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). **Methods** After the health food in the form of soft capsules was dissolved in the mixed solution of water, nitric acid and dimethyl sulfoxide, the content of calcium and iron in the food were directly determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. **Results** The limits of detection and limits of quantitation of the calcium method were 3 mg/kg and 9 mg/kg, respectively, the recoveries of calcium were 92.2%~96.7% and the relative standard deviations (RSDs) were 3.2%~8.8%. The limits of detection and limits of quantitation of the iron method were 0.6 mg/kg and 2 mg/kg, respectively, the recoveries of iron were within the range of 91.8%~96.7% and RSDs were within the range of

基金项目: 天津市市场监督管理委员会科技计划项目(2019-W25)

Fund: Supported by the Science and Technology Plan of Tianjin Market Supervision and Management Committee (2019-W25)

\*通信作者: 李莹, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: liying20000210@163.com

\*Corresponding author: LI Ying, Master, Senior Engineer, Tianjin Institute for Food Safety Inspection Technology, National Center of Supervision and Inspection for Processed Food Quality, Tianjin 300308, China. E-mail: liying20000210@163.com

1.8%–11.9%。This method and GB 5009.268—2016 *National food safety standards-Determination of multi-elements in food* (the second method) were simultaneously used for the actual sample detection, and the results obtained by the 2 kinds of methods were not significantly different. **Conclusion** In the pretreatment of the method, the traditional methods such as microwave digestion are not used, the operation is simple, rapid and high in accuracy, and the method can be used for detecting calcium and iron in soft capsule health food.

**KEY WORDS:** soft capsule health food; calcium; iron; dimethyl sulfoxide; direct test; inductively coupled plasma optical emission spectrometry

## 0 引言

微量元素与人体健康密切相关<sup>[1-2]</sup>。钙和铁都是人体必需的矿物质元素,与人类生命的正常活动密不可分<sup>[3-5]</sup>。缺钙易导致龋齿、佝偻病、骨质疏松、手足抽搐等疾病<sup>[6]</sup>,缺乏铁元素,容易导致缺铁性贫血等疾病<sup>[7]</sup>。世界卫生组织制定了每日摄入钙质的剂量标准,最高摄入量为2000 mg。中国营养学会建议:成人每日的钙摄入量应大于800 mg,小于1200 mg<sup>[8]</sup>。每日膳食营养素供给量中,铁的摄入量成年男子为12 mg,女子为18 mg,孕妇、乳母为28 mg<sup>[9]</sup>。市场上保健食品质量良莠不齐<sup>[10-12]</sup>,因此准确测定保健食品中的钙和铁含量对于指导消费者科学选择补钙、补铁保健食品具有重要意义。

目前,对软胶囊剂型保健食品中钙和铁的检测采用的是GB 5009.92—2016《食品安全国家标准 食品中钙的测定》和GB 5009.90—2016《食品安全国家标准 食品中铁的测定》。除滴定理化检验法以外,一共包含3种方法:火焰原子吸收法(flame absorption spectrometry, FAAS)、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)。这3种方法所涉及的前处理方法包括微波消解、压力罐消解、湿法消解、干法消解。通常在针对无机样品进行元素分析时,都采用微波消解前处理法结合ICP-MS<sup>[13-15]</sup>,或结合ICP-OES<sup>[16-19]</sup>进行检验。为进一步提高无机样品检测效率和准确率,朱腾高等<sup>[20]</sup>基于顺次电离质谱分析技术,发展了一种直接质谱分析方法分析鸡蛋蛋壳中微量元素。在仅需少量样品的条件下,分别用水和5%稀硝酸作为洗脱液,对鸡蛋壳中水溶性微量元素组分和酸溶性微量元素组分进行顺次提取,然后在线传输至ICP-MS进行分析。李梅等<sup>[21]</sup>将含碘的食品试样进行衍生,使用电感耦合等离子体发射光谱仪对食品中的碘进行检测。在针对有机样品进行元素分析时,采用有机溶剂直接溶解样品结合ICP-OES<sup>[22-24]</sup>或ICP-MS<sup>[25-28]</sup>进行检验。近年来,已有实验人员对于ICP-OES结合有机溶剂直接提取待测物应用在食品药品检测方面进行了初步探索<sup>[29-31]</sup>。张玲帆等<sup>[32]</sup>采用有机溶剂二甲亚砷和水(质量比4:1)的混合

溶剂溶解药品,建立了电感耦合等离子体发射光谱法直接检测药物产品中催化剂残留的14种重金属元素。乐粉鹏等<sup>[33]</sup>采用航空煤油作为稀释溶剂,结合电感耦合等离子体发射光谱仪,直接测定食用油脂中聚二甲基硅氧烷的含量。高峰等<sup>[34]</sup>采用航空煤油作为稀释溶剂,结合电感耦合等离子体发射光谱仪,直接测定动物肌肉、果蔬产品、食用油脂、裹粉中聚二甲基硅氧烷的含量。杨蓓等<sup>[35]</sup>采用有机直接进样-电感耦合等离子体发射光谱法直接测定醇系食品模拟物中特定元素的迁移量。

传统的微波消解实验耗材成本高,整体检验时间在4 h左右。湿法消解、压力罐消解、干法消解前处理时间均超过4 h,整体检验时间在1~2 d,且容易引入污染,造成更大误差。软胶囊剂型保健食品,成分较复杂、有机物含量相对较高,此类样品使用微波消解、湿法消解、干法消解等前处理方式进行消解时,难度高、耗时长且极易被污染。因此,结合文献报道有机溶剂直接提取待测物,针对此类产品,研究一种高效、准确的检验方法,是非常有实际意义的。

本研究选用水-硝酸-二甲亚砷混合溶液作为溶剂,对软胶囊剂型保健食品内容物直接溶解,建立了有机直接进样-电感耦合等离子体发射光谱法直接测定软胶囊剂型保健食品中钙和铁元素的方法,同时研究了溶剂比例、仪器工作条件等对检测结果的影响,通过与GB 5009.268—2016(第二法)即ICP-OES法比对测试结果,评估了方法的准确性。软胶囊剂型保健食品中钙和铁含量的准确测定对消费者科学选择补钙、补铁保健食品具有指导性意义,同时也为市场监管部门对保健食品进行科学监管提供技术支持。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 仪器设备

Avio200 电感耦合等离子体发射光谱仪,配挥发性有机进样系统(三缝石英矩管,0.80 mm 内径氧化铝中心管,氧气附加套件)(美国铂金埃尔默公司); Milli-Q 水纯化系统(美国密理博公司); BS224S 型电子天平(感量为0.1 mg,德国赛多利斯公司); KQ-800DB 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

## 1.2 材料与试剂

市售含钙软胶囊剂型保健食品(样品 1、样品 2); 26 种多元素混合标准物质(10~100 mg/L)[其中铁(Fe)元素(100±0.5) mg/L, 钙(Ca)元素(1000±5) mg/L, 美国 VHG 公司]; 硝酸(优级纯, 苏州晶锐化学股份有限公司); 二甲亚砷(分析纯, 上海麦克林生化科技有限公司); 氩气(纯度不低于 99.996%)[液化空气(天津)有限公司]; 氧气(纯度不低于 99.996%)(天津联博化工股份有限公司)。

## 1.3 实验方法

### 1.3.1 标准溶液配制

准确移取 5 mL 标准物质, 用水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:2:7, V:V:V, 下同)稀释至 50 mL, 得到标准物质中间液, 其中铁元素 10 mg/L, 钙元素 100 mg/L。再用混合溶液作为稀释溶剂, 配制铁系列标准工作溶液 0.0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 mg/L, 钙系列标准工作溶液 0.0、1.0、5.0、10.0、15.0、20.0、50.0 mg/L。

### 1.3.2 样品前处理

50 mL 塑料离心管中称取样品 0.2~0.3 g, 加入水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:2:7) 40 mL, 振荡超声 20~50 min, 4000 r/min 离心 10 min, 弃去微量沉淀, 将全部清液转移至容量瓶, 用少量水-硝酸-二甲亚砷混合溶液分 3 次洗涤离心管, 并将洗涤液合并至容量瓶。用混合液定容至 50 mL, 混匀, 上机测定。同时作试剂空白实验。如果样品需要稀释, 仍采用上述混合溶液进行稀释。

## 1.4 仪器工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪操作条件见表 1。

表 1 ICP-OES 仪器操作条件  
Table 1 Operating conditions of ICP-OES instrument

项目	参数	
射频发射功率/W	1500	
辅助气流量/(L/min)	0.8	
氧气流量/(mL/min)	11	
等离子气流量/(L/min)	钙: 13	铁: 15
雾化气流量/(L/min)	钙: 0.4	铁: 0.3
检测波长/nm	钙: 317.933	铁: 238.204
观测方式	钙: 径向	铁: 轴向

## 1.5 数据处理

采用 Microsoft Excel 2007 软件对原始数据进行统计并进行图的绘制。

## 2 结果与分析

### 2.1 前处理条件优化

#### 2.1.1 混合溶液组分的选择

二甲亚砷能与水互溶, 同时还能与乙醇、丙醇、苯、

油脂等大多数有机物互溶, 被誉为“万能溶剂”。可以使用现有的无机基体元素标准物质, 非常方便地解决了有机溶剂的元素标准品难以获取或价格昂贵的问题。同时相较于其他有机试剂, 二甲亚砷由于其挥发性小, 在上机测定时雾化过程比较稳定。

市售含钙软胶囊剂型保健食品, 其钙成分主要为碳酸钙, 无法直接溶解于二甲亚砷中, 因此本研究采用硝酸溶解碳酸钙。浓硝酸与二甲亚砷直接混合会发生剧烈反应, 较低浓度硝酸即可溶解试样中碳酸钙, 水的加入同时也有利于等离子体的稳定性。因此采用水、硝酸、二甲亚砷混合溶液。

#### 2.1.2 混合溶液中各种试剂比例的选择及试样超声时间的选择

将样品 1 和样品 2 的内容物各称取 6 份, 每份 0.2~0.3 g, 加入两种不同比例的混合溶液: 水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:2:7)和水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:1:8, V:V:V) 40 mL, 振荡超声 20~50 min, 每种比例进行 3 平行实验。结果表明, 当水-硝酸-二甲亚砷体积比分别为 1:1:8 和 1:2:7 时, 样品 1 的内容物在振荡超声 20 min 后全部溶解。样品 2 的内容物在振荡超声 50 min 后, 加入体积比为 1:2:7 混合溶液的内容物全部溶解, 加入体积比为 1:1:8 混合溶液的内容物还有少量未能溶解。

故本研究确定混合溶液为水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:2:7), 超声时间 20~50 min。

## 2.2 实验装置

测试有机物时, 由于碳含量比较高, 容易在炬管上产生沉积堵塞中心管, 导致信号漂移。其次有机物燃烧时还会产生 C2 连续光谱干扰, 影响测试结果。因此测试高比例有机物时, 一般使用氩氧混合气使样品在等离子体中更加充分分解。

本实验所用炬管为三缝石英炬管, 0.80 mm 内径氧化铝中心管, 氧气附加套件。

### 2.3 仪器工作条件

本研究对射频功率、雾化气流量等参数进行了优化。以水-硝酸-二甲亚砷(1:2:7)作为空白溶剂配制 1.0 mg/L 钙标准溶液和 0.5 mg/L 铁标准溶液, 改变仪器条件, 测定标准溶液中目标元素的信号强度。

#### 2.3.1 射频功率

除了加入氧气以外, 提高等离子体功率也可以使有机物分解更完全, 减少碳沉积及碳谱干扰。同时随着射频功率的提高, 灵敏度也相应提高。经实验, 选择射频功率 1500 W, 能获得比较稳定的信号。

#### 2.3.2 雾化气流量

由于本研究使用了有机溶剂二甲亚砷, 其与水基体或者稀酸基体的密度黏度和表面张力都有较大区别; 此外, 有机物引入量过大还可能影响等离子体稳定性, 导致熄火或严重积碳等问题; 第三, 测试有机样品时同时还要考虑

等离子体分解样品的能力。因此应适当减少样品引入量, 选择较小的雾化气流速。实验考查了不同雾化气流量下钙元素和铁元素的响应值, 确定雾化气流量: 钙元素: 0.4 L/min, 铁元素: 0.3 L/min, 数据见图 1。

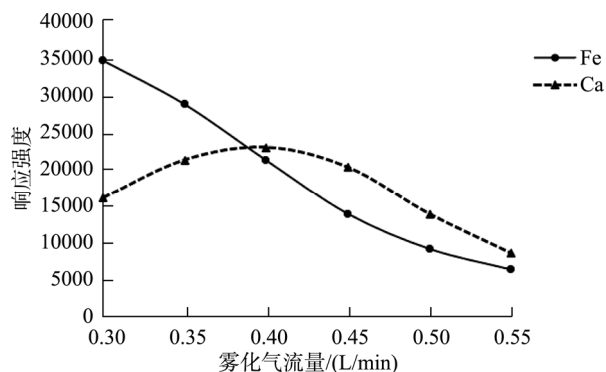


图 1 元素响应强度与雾化气流量关系

Fig.1 Relationship between intensity and nebulizer gas flow

## 2.4 方法的验证

### 2.4.1 线性方程、相关系数、检出限与定量限

以  $Y$  代表仪器响应值, 以  $X$  代表钙、铁元素浓度 (mg/L), 从表 2 中可以看出, 钙元素在 0~50.0 mg/L 范围内线性关系良好, 铁元素在 0~2.0 mg/L 范围内线性关系良好。连续测定 11 次水-硝酸-二甲亚砷(1:2:7)空白混合溶液, 以 3 倍信噪比计算方法检出限, 10 倍信噪比计算方法定量限。当称样量 0.2 g, 定容体积 50 mL 时, 钙元素方法的检出限为 3 mg/kg, 定量限为 9 mg/kg。铁元素方法的检出限为 0.6 mg/kg, 定量限为 2 mg/kg。该方法的检出限、定量限均小于 GB 5009.268—2016 要求(钙元素检出限为 5 mg/kg, 定量限为 20 mg/kg, 铁元素检出限为 1 mg/kg, 定量限为 3 mg/kg)。

表 2 不同元素标准回归方程、相关系数

Table 2 Linear regression equations, correlation coefficients for different elements

元素	线性范围/(mg/L)	回归方程	相关系数
钙	0~50.0	$Y=40880X+2928.7$	0.9999
铁	0~2.0	$Y=85435.3433X-305.63349$	0.9999

### 2.4.2 样品测定及加标回收实验

#### (1)铁元素加标回收实验

随机选取 1.2 节中市售保健品样品 1, 称取内容物 0.2 g, 混合溶剂溶解后定容体积至 50 mL。采用本方法对铁元素进行加标回收实验。

添加 2.5、125.0、250.0 mg/kg 3 个水平的铁元素, 平行测定 6 次, 计算平均回收率及其相对标准偏差(relative

standard deviations, RSDs)。铁元素 3 个浓度回收率在 91.8%~96.7%之间, RSDs 在 1.8%~11.9%之间, 所得数据见表 3。从表 3 中可以看出, 精密度和回收率均符合测定要求, 表明本方法可靠, 重现性良好。

表 3 有机溶剂直接进样方式铁元素回收率(n=6)

Table 3 Spiked recoveries of iron by tested directly (n=6)

样品	添加水平/(mg/kg)	本底值/(mg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%
样品 1	2.5		91.8	11.9
	125.0	2.00	96.7	4.0
	250.0		92.0	1.8

(2)本方法与 GB 5009.268—2016(第二法)比较测定市售样品中钙含量

1.2 节中两种市售含钙保健品软胶囊样品 1 和样品 2, 对钙的标签明示值均为 250 mg/粒(1.0 g/粒)。采用 GB 5009.268—2016(第二法)进行测定, 两种产品的钙含量分别 285 mg/粒和 297 mg/粒。采用本方法测得的钙含量分别为 271 mg/粒和 286 mg/粒, 所得数据见表 4、表 5。从表 4 和表 5 可以看出, 两种方法重现性良好, 且两种方法所得数据结果没有明显差异。

表 4 GB 5009.268—2016(第二法)对两种软胶囊剂型保健品中钙的检测(n=3)

Table 4 Analytical results of calcium in 2 kinds of kinds of health products in soft capsule formulation by GB 5009.268—2016 (second method) (n=3)

样品	含量/(mg/粒)	平均值/(mg/粒)	RSDs/%
样品 1	297	285	4.8
	270		
	288		
样品 2	312	297	4.4
	288		
	291		

表 5 有机溶剂直接进样方式钙元素测试(n=3)

Table 5 Analytical results of calcium by tested directly (n=3)

样品	含量/(mg/粒)	平均值/(mg/粒)	RSDs/%
样品 1	300	271	9.4
	255		
	257		
样品 2	267	286	6.8
	306		
	285		

### (3) 钙元素加标回收实验

由于样品 1 和样品 2 中钙含量非常高, 因此实验中取样品 1 和样品 2, 在其稀释 100 倍的溶液中进行 2.5、12.5、25.0 mg/L 3 个水平的钙元素加标回收实验, 平行测定 6 次, 计算平均回收率及其相对标准偏差, 所得数据见表 6。从表 6 可以看出, 钙元素的回收率在 92.2%~96.7%之间, 表明方法准确可靠。RSDs 在 3.2%~8.8%之间, 说明实验方法的精密度较高, 重现性良好。

表 6 有机溶剂直接进样方式钙元素加标回收率( $n=6$ )  
Table 6 Spiked recoveries of calcium by tested directly ( $n=6$ )

样品	添加水平 (mg/L)	本底值 (mg/L)	平均回收率 (%)	RSDs (%)
样品 1	2.5	13.07	93.6	7.2
	12.5		95.4	4.3
	25.0		96.7	6.9
样品 2	2.5	15.45	92.2	8.8
	12.5		94.7	3.2
	25.0		95.1	5.8

## 3 结论与讨论

本研究建立了有机直接进样-电感耦合等离子体发射光谱法, 检测软胶囊剂型保健食品中钙元素和铁元素的方法。使用水-硝酸-二甲亚砷混合溶液(1:2:7,  $V:V:V$ )溶解试样, 直接进样检测, 大大简化了样品前处理方法, 与传统无机前处理方法比较, 操作简便、节省了实验时间成本和耗材成本。

应用本方法检测软胶囊剂型保健食品, 铁元素的回收率在 91.8%~96.7%之间, RSDs 在 1.8%~11.9%之间。钙元素的回收率在 92.2%~96.7%之间, RSDs 在 3.2%~8.8%之间。同时应用本方法与 GB 5009.268—2016(第二法)分别测定软胶囊剂型保健食品中的钙含量, 比较两种方法所得结果没有显著差异。该方法简单、快速、准确, 适合于软胶囊剂型保健食品中钙元素和铁元素的检测。

### 参考文献

- [1] 吴楚婷, 刘湘, 曾维礼, 等. 1116 例学龄前儿童营养状况与微量元素的分析[J]. 数理医药学杂志, 2021, 34(10): 1481-1483.  
WU CT, LIU X, ZENG WL, *et al.* Analysis of nutritional status and trace elements in 1116 preschool children [J]. J Math Med, 2021, 34(10): 1481-1483.
- [2] 耿庆光, 郭建博, 宋琳, 等. 保健食品中钙含量的测定及风险分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(6): 2442-2446.  
GENG QG, GUO JB, SONG L, *et al.* Determination and risk evaluation for calcium element in health care food [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(6):

2442-2446.

- [3] 张贵伟, 陈树娣, 汤璐, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法同时快速测定食品中的钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰[J]. 广东化工, 2013, 40(12): 168-169.  
ZHANG GW, CHEN SD, TANG L, *et al.* Rapid determination of calcium, iron, zinc, sodium, potassium, magnesium, copper and manganese in food by microwave digestion and ICP-AES [J]. Guangdong Chem, 2013, 40(12): 168-169.
- [4] 白静, 王会. 紫外可见分光光度法测保健食品中铁的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(17): 4634-4637.  
BAI J, WANG H. Determination of iron content in health food by UV spectrophotometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(17): 4634-4637.
- [5] 郭蕾蕾, 李静, 曾慧慧, 等. 注意缺陷多动障碍儿童血清维生素及微量元素营养水平分析[J]. 当代医学, 2021, 27(18): 112-115.  
GUO LL, LI J, ZENG HH, *et al.* Analysis of serum vitamin and trace element nutrition levels in children with attention deficit hyperactivity disorder [J]. Contemp Med, 2021, 27(18): 112-115.
- [6] 孙艺, 罗小宝, 黄志芬, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法直接测定纯牛奶中的钙、钾、镁[J]. 现代食品, 2021, (5): 172-178.  
SUN Y, LUO XB, HUANG ZF, *et al.* Direct determination of calcium, potassium and magnesium in pure milk by ICP-OES [J]. Mod Food, 2021, (5): 172-178.
- [7] 王冀宁, 熊哲超, 王雯熠. 食用酱油铁含量的食品安全风险分析及对策影响[J]. 中国调味品, 2021, 46(1): 166-169.  
WANG JN, XIONG ZC, WANG WY. Analysis of food safety risk and countermeasures of iron content in edible soy sauce [J]. China Cond, 2021, 46(1): 166-169.
- [8] 李波平, 陈文锐, 卢丽, 等. 保健品中钙含量测定的 ICP-OES 法和 FAAS 法比较[J]. 食品工业, 2020, 41(6): 307-309.  
LI BP, CHEN WR, LU L, *et al.* Comparison the detection methods of ICP-OES and FAAS on calcium element in health care products [J]. Food Ind, 2020, 41(6): 307-309.
- [9] 胡江红. 微量元素铁与人体健康[J]. 微量元素与健康研究, 2013, 30(3): 73-75.  
HU JH. Trace elements of Fe and human health [J]. Stud Trace Elem Health, 2013, 30(3): 73-75.
- [10] 马姣, 胡娅琳, 赵益侠, 等. 减肥保健品非法添加 3 种化学药物的 TLC-Micro FTIR 检测[J]. 中国测试, 2018, 44(5): 53-57.  
MA J, HU YL, ZHAO YX, *et al.* Determination of three chemical drugs added illegally into anti-obesity and healthcare products by TLC-Micro FTIR method [J]. China Meas Test, 2018, 44(5): 53-57.
- [11] 戴欣, 李媛媛, 王伟, 等. 高效液相色谱法检测保健品中西地那非的含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(6): 1470-1474.  
DAI X, LI YY, WANG W, *et al.* Uncertainty evaluation for determination sildenafil in health products by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(6): 1470-1474.
- [12] 王琳, 王雪, 田静秒, 等. 表面增强拉曼光谱检测保健品中的盐酸吡格列酮, 盐酸罗格列酮与盐酸苯乙双胍[J]. 食品工业科技, 2016, 37(13): 295-303.  
WANG L, WANG X, TIAN JM, *et al.* Surface-enhanced raman spectroscopy (SERS) assay method for pioglitazone hydrochloride,

- rosiglitazone hydrochloride and phenformin hydrochlorid in health care products [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2016, 37(13): 295–303.
- [13] 方文清, 郭娜, 董昌平, 等. 9 种中药材中 25 种微量元素含量的 ICP-MS 法测定及统计分析[J]. *中国野生植物资源*, 2021, 40(10): 31–38.
- FANG WQ, GUO N, DONG CP, *et al.* Determination of 25 trace elements in 9 kinds Chinese herbal medicine by ICP-MS and its statistical analysis [J]. *Chin Wild Plant Res*, 2021, 40(10): 31–38.
- [14] 王佳丽, 陈嘉玲, 陈光倩, 等. 微量元素指纹分析在地理标志产品绍兴黄酒鉴别中的应用[J]. *绍兴文理学院学报*, 2021, 41(4): 63–68.
- WANG JL, CHEN JL, CHEN GQ, *et al.* Geographic indication product Shaoxing Rice Wine [J]. *J Shaoxing Univ Arts Sci*, 2021, 41(4): 63–68.
- [15] 贾永娟, 雒琴, 刘春冉, 等. 电感耦合等离子体质谱法与原子吸收光谱法在测定微量元素中的比较分析[J]. *标记免疫分析与临床*, 2021, 28(3): 307–309.
- JIA YJ, LUO Q, LIU CR, *et al.* A comparison between inductively coupled plasma mass spectrometry and atomic absorption spectrometry in the determination of trace elements [J]. *Labeled Immun Clin Med*, 2021, 28(3): 307–309.
- [16] 阮明颖, 田妍基. 三叶青中微量元素的分析比较[J]. *当代化工研究*, 2021, (16): 29–31.
- RUAN MY, TIAN YJ. Analysis and comparison of trace elements in *Tetragium hemsleyanum* Diels et Gilg [J]. *Mod Chem Res*, 2021, (16): 29–31.
- [17] 端爱玲, 王思远, 董艳红, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定植物样品中的磷、硫[J]. *中国无机分析化学*, 2021, 11(6): 126–130.
- DUAN AIL, WANG SY, DONG YH, *et al.* Determination of phosphorus and sulfur in plants by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with microwave digestion [J]. *Chin J Inorg Anal Chem*, 2021, 11(6): 126–130.
- [18] 姬桂花, 郭超晖, 杜志毅, 等. 不同前处理方式对电感耦合等离子体发射光谱法测定饲料中 4 种微量元素的影响[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(11): 4394–4399.
- JI GH, GUO CH, DU ZY, *et al.* Effects of different pretreatment methods on the determination of 4 kinds of trace elements in feeds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(11): 4394–4399.
- [19] 高喜凤, 刘艳明, 张喜琦, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中钠关键影响因素探究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(9): 3777–3783.
- GAO XF, LIU YM, ZHANG XQ, *et al.* Research on key influencing factors of determination of sodium in food by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(9): 3777–3783.
- [20] 朱腾高, 陈静, 吴德波, 等. ICP-MS 顺次分析鸡蛋壳中微量元素[J]. *质谱学报*, 2021, 42(4): 487–494.
- ZHU TG, CHEN J, WU DB, *et al.* Sequential analysis of trace elements in egg shells by ICP-MS [J]. *J Chin Mass Spectr Soc*, 2021, 42(4): 487–494.
- [21] 李梅, 关智维. 食品中碘的测定衍生电感耦合等离子体发射光谱法[J]. *广东化工*, 2021, 48(9): 255–256.
- LI M, GUAN ZW. Determination of iodine in food by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. *Guangdong Chem*, 2021, 48(9): 255–256.
- [22] 黄开胜, 徐董育, 陈树娣, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定 E10 乙醇汽油中的钠和锌[J]. *光谱学与光谱分析*, 2021, 41(3): 973–977.
- HUANG KS, XU DY, CHEN SD, *et al.* Determination of sodium and zinc in ethanol gasoline for motor vehicles (E10) by ICP-OES [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2021, 41(3): 973–977.
- [23] 聂西度, 谢华林. 柴油中微量硫的发射光谱研究[J]. *光谱学与光谱分析*, 2016, 36(5): 1464–1467.
- NIE XD, XIE HL. Study on the detection of trace sulphur in diesel with inductively coupled plasma optical emission spectroscopy [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2016, 36(5): 1464–1467.
- [24] 廖上富, 余德清, 凌飞, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定车用汽油中硅含量的方法研究[J]. *化工时刊*, 2015, 29(6): 31–34.
- LIAO SF, YU DQ, LING F, *et al.* Analysis and applications of silicon in the gasoline by ICP-OES [J]. *Chem Ind Times*, 2015, 29(6): 31–34.
- [25] 王小雨, 姜丽燕, 李继文, 等. 直接有机进样-电感耦合等离子体串联质谱法测定加氢裂化尾油中痕量 Na, Ni, V, Pb, As, Hg[J]. *石油化工*, 2021, 50(10): 1075–1080.
- WANG XY, JIANG LY, LI JW, *et al.* Determination of trace amounts of Na, Ni, V, Pb, As and Hg in hydrocracking tail oil by direct organic sampling-inductively coupled plasma series mass spectrometry [J]. *Petrochem Technol*, 2021, 50(10): 1075–1080.
- [26] ZHU YB, YUKO K, MASAHIKO N. Simultaneous direct determinations of Na, Mg, K, Ca, P, and S in biodiesel fuel by ICP-QMS/QMS after xylene dilution: Development and application of a high-throughput method for a homogeneity assessment of a candidate reference material [J]. *Anal Sci*, 2017, 33: 209–215.
- [27] POIRIER L, NELSON J, LEONG D, *et al.* Application of ICP-MS and ICP-OES on the determination of nickel, vanadium, iron, and calcium in petroleum crude oils via direct dilution [J]. *Energ Fuel*, 2016, 5: 3783–3790.
- [28] LIENEMANN CP, DREYFUS S, PECHEYRAN C, *et al.* Trace metal analysis in petroleum products: Sample introduction evaluation in ICP-OES and comparison with an ICP-MS approach [J]. *Oil Gas Sci Technol*, 2007, 62: 69–77.
- [29] BARIN JS, MELLO PA, MESKO MF, *et al.* Determination of elemental impurities in pharmaceutical products and related matrices by ICP-based methods: A review [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2016, 408: 4547–4566.
- [30] SWEARINGEN KJ, OMOTO TS, WALL NA. Analysis of organic and high dissolved salt solutions using inductively coupled plasma optical emission spectrometry [J]. *J Anal Atom Spectrom*, 2017, 32(7): 1297–1305.
- [31] NANCY L. Preparation of pharmaceutical samples for elemental impurities analysis: Some potential approaches [J]. *Spectroscopy*, 2016, 31(4): 36–43.
- [32] 张玲帆, 王艳萍, 刘鑫, 等. ICP-OES 法快速检测药品中催化剂残留的 14 种重金属元素[J]. *分析测试学报*, 2012, 31(4): 475–479.
- ZHANG LF, WANG YP, LIU X, *et al.* Rapid determination of 14 heavy metal elements of catalysts residues in pharmaceutical ingredients by ICP-OES method [J]. *J Instrum Anal*, 2012, 31(4): 475–479.
- [33] 乐粉鹏, 辛明亮, 吴瑛, 等. ICP-OES 有机进样法测定食用油脂中聚二

甲基硅氧烷的含量[J]. 食品科技, 2013, 38(11): 303-306.

YUE FP, XIN ML, WU Y, *et al.* Determination of content of polydimethylsiloxane in edible oils by organic direct injection ICP-OES [J]. Food Sci Technol, 2013, 38(11): 303-306.

- [34] 高峰, 李小林, 冯骞, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中聚二甲硅氧烷的含量[J]. 食品科学, 2013, 34(8): 182-185.

GAO F, LI XL, FENG Q, *et al.* Determination of dimethylpolysiloxanes in foodstuffs by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Food Sci, 2013, 34(8): 182-185.

- [35] 杨蓓, 萧达辉, 李涵, 等. 有机直接进样-电感耦合等离子体原子发射光谱法直接测定醇系食品模拟物中特定元素的迁移量[J]. 理化检验-化学分册, 2015, 51(8): 1084-1086.

YANG B, XIAO DH, LI H, *et al.* ICP-AES determination of specific migration elements in alcoholic food simulants with organic direct injection [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2015, 51(8): 1084-1086.

(责任编辑: 张晓寒 韩晓红)

## 作者简介



陈 双, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为无机元素分析。

E-mail: 122409825@qq.com



李 莹, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。

E-mail: liying20000210@163.com