

半消解-电感耦合等离子体质谱法 测定分心木中锰、铜、锶和钡

杨 伟¹, 李 蓉¹, 周美丽¹, 李 鹏²

(1. 大理州食品检验检测院, 云南 大理 671000; 2. 大理州食品药品检验所, 云南 大理 671000)

摘要:本研究建立了半消解-电感耦合等离子体质谱法测定分心木中锰、铜、锶和钡元素, 分析了消解液种类、硝酸体积和消解时间对样品中微量元素回收率的影响。在优化的条件下, 各待测元素的标准曲线呈良好的线性关系, 相关系数大于 0.999 8, 检出限为 0.037~0.11 $\mu\text{g/L}$, 相对标准偏差为 0.45%~2.99%, 平均加标回收率为 95.7%~109.3%。使用该方法检测国家标准物质 GBW10020 柑橘叶, 结果均在标准参考值范围内。*t* 检验表明, 该方法与微波消解法的测定结果无显著性差异。该方法操作简单、快速、结果准确, 可为分心木中微量元素的检测提供方法参考。

关键词:半消解法; 分心木; 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS); 微量元素

中图分类号: O657.63 文献标志码: A 文章编号: 1004-2997(2020)03-0290-07

doi: 10.7538/zpxb.2019.0044

Determination of Mn, Cu, Sr and Ba in Diaphragma Juglandis Fructus by Semi-Digestion-ICP-MS

YANG Wei¹, LI Rong¹, ZHOU Mei-li¹, LI Peng²

(1. Dali Institute for Food Control, Dali 671000, China;

2. Dali Institute for Food and Drug Control, Dali 671000, China)

Abstract: Diaphragma Juglandis Fructus, the dry wood diaphragm tissue that grows inside the *Juglans regia* L., has been used for treating many diseases such as kidney asthenia, chronic glomerulonephritis and chronic renal insufficiency. Analytical methods for determination of trace elements in Diaphragma Juglandis Fructus have been reported. The main pretreatment method is wet digestion, which has some shortcomings such as tedious preparation steps, long digestion time and high chemical reagent consumption. Therefore, it is essential to develop an appropriate analytical methodologies for determination of trace elements in Diaphragma Juglandis Fructus. In this work, a method of semi-digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) was developed for the determination of manganese, copper, strontium and barium trace elements in Diaphragma Juglandis Fructus. In order to get good digestion efficiencies of the target

elements, the important factors affecting the semi-digestion procedure were discussed, such as nature of acid solution, volume of concentrated nitric acid and digestion time. Finally, 0.2 g *Diaphragma Juglandis Fructus* sample treated with 2 mL of concentrated nitric acid and then transferred to graphite digestion instrument (120 °C) for 10 min. Then the digestion solution was filtered by 0.45 μm polyethersulfone filtration membrane and detected by ICP-MS. Results of semi-digestion method were compared with those obtained with microwave-assisted digestion as reference method. The results showed that the standard curve of each element has a good linear correlation with a coefficient higher than 0.999 8. The detection limits are 0.037-0.11 μg/L. The relative standard deviations (RSDs) and average recoveries are in the range of 0.45%-2.99% and 95.7%-109.3%, respectively. The results of national standard substance (GBW 10020 citrus leaf) are all within the standard reference value range. The results of *t*-test indicated that difference in the results from semi-digestion and microwave-assisted digestion is not significant. The method is simple, rapid and accurate, which is suitable for determination of the 4 trace elements in *Diaphragma Juglandis Fructus*.

Key words: semi-digestion; *Diaphragma Juglandis Fructus*; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS); trace elements

分心木别名胡桃衣、胡桃夹、胡桃隔、核桃隔,为胡桃科植物胡桃(*Juglans regia* L.)果核内的木质隔膜^[1],具有利尿清热、补肾涩精、健脾等功效^[2-3],用于治疗肾虚、遗精滑泻、尿频遗尿、慢性肾功能不全和慢性肾炎等疾病^[4]。分心木中含有氨基酸、黄酮及其苷、生物碱、多糖、鞣质等物质,同时还含有铁、锌、锰和铜等微量元素。人体必需微量元素,如锰、铜、镉等对维持人体生命活动具有重要作用;非必需微量元素,如钡,在自然界中主要以二价化合物的形式存在,其常见盐类,如氯化钡、碳酸钡和硫酸钡等对人体有不同程度的毒副作用^[5]。非必需微量元素常通过药物、水、食物进入人体,过量摄入会危害人体健康。因此,分析分心木中的微量元素对分心木的质量控制以及保障人体健康具有重要意义。

目前,分心木的研究主要集中在有机成分及其生物活性等方面^[2-3,6-7],对微量元素的研究较少,主要采用原子吸收光谱(AAS)法和原子荧光光谱(AFS)法^[8]等检测方法。AAS法和AFS法的分析速度较慢,批量样品分析时具有局限性,相比之下,电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法可进行多元素和同位素的测定,分析速度较快,拥有更低的检出限和更高的灵敏度,已成为环境、化妆品、食品安全和医

药领域痕量元素分析的主流方法。传统的湿法消解^[8]前处理方法要求样品完全消解,存在操作步骤复杂、耗时长、试剂消耗量大等缺点。半消解法不需要将样品完全消解,有效地减少了操作步骤、试剂用量和消解时间,广泛应用于鱼肉^[9]、生食腌制海产品^[10]、奶粉^[11]等食品的分析。

本工作拟对样品进行半消解处理,通过优化消解酸的种类、硝酸的用量、消解时间等消解条件,希望建立一种操作简单、低消耗且适用于快速测定分心木中锰、铜、镉和钡等微量元素的方法。

1 实验部分

1.1 仪器和设备

Agilent 7900 电感耦合等离子体质谱仪:美国 Agilent 公司产品,配有八极杆碰撞反应池(ORS⁴)系统,MassHunter4.4 工作站;ETHOS UP 微波消解仪:意大利 Milestone 公司产品;VB24 UP 智能样品处理器:北京 Lab Tech 公司产品;DigiPREP Jr 石墨消解仪:加拿大 SCP Science 公司产品,配有50 mL带盖聚丙烯消解管;PURELAB Chorus1 Complete 超纯水仪:英国 ELGA 公司产品;ML204T/02 分析天平:瑞士 Mettler Toledo 公司产品。

1.2 材料与试剂

分心木:市售;柑橘叶(GBW10020/GSB-11):地球物理地球化学勘查研究所产品。

多元标准储备液(含 Mn、Cu、Sr 和 Ba, 质量浓度均为 100 mg/L):国家有色金属及电子材料分析测试中心产品;内标混合溶液(Sc、Ge、Rh、In、Re、Bi, 质量浓度均为 100 mg/L):国家有色金属及电子材料分析测试中心产品,使用前用 4%硝酸稀释至浓度均为 1 mg/L;调谐液(Ce、Co、Li、Mg、Tl、Y, 质量浓度均为 1 μ g/L):美国 Agilent 公司产品;30%过氧化氢(电子级):苏州晶瑞化学股份有限公司产品;65%硝酸(优级纯):德国 Merck 公司产品;实验用水均为超纯水(电阻率 >18 M Ω ·cm)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液的配制 精密量取 10 mL 多元标准储备液至 100 mL 容量瓶中,用 4%硝酸定容,配制成质量浓度均为 10 mg/L 的 Mn、Cu、Sr 和 Ba 标准中间液。精密量取 0、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10 mL 标准中间液至 100 mL 容量瓶中,用 4%硝酸稀释成各元素质量浓度分别为 0、5、10、20、50、100、200、500、1 000 μ g/L 的系列标准溶液。

1.3.2 仪器优化参数 射频功率 1 550 W;雾化气流量 1.01 L/min;辅助气流量 0.90 L/min;蠕动泵转速 0.1 r/s;等离子气流量 15.0 L/min;采样深度 10 mm;雾化室温度 2 $^{\circ}$ C;氦气流量 5.0 mL/min;调谐模式:氦气模式;氧化物比率 $<2\%$,双电荷比率 $<3\%$;重复采样 3 次。

1.3.3 样品预处理 取分心木样品,先用自来水冲洗,然后再用超纯水清洗干净,放入恒温干燥箱,于 70 $^{\circ}$ C 干燥 72 h。粉碎后,过 80 目标准筛,装入塑料自封袋,室温下于干燥器中保存。

1.3.4 半消解法 称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)样品于 50 mL 聚丙烯消解管,加入 2 mL 硝酸,加盖但不旋紧。消解管置于石墨消解仪,于 120 $^{\circ}$ C 加热消解 10 min,消解完毕后取下消解管,冷却至室温,将消解液转入 50 mL 容量瓶,用少量超纯水冲洗盖子内部以及消解管内壁 3~4 次,合并洗涤液于容量瓶中,加水定容至刻度,混匀,稍做静置,过 0.45 μ m 聚醚砜滤膜,待测。以相同的方法做空白实验。

1.3.5 微波消解法 称取 0.2 g(精确至

0.000 1 g)样品于 80 mL 聚四氟乙烯(PTFE)消解罐中,加入 5 mL 硝酸,隔夜浸泡预消解,次日加入 2 mL 双氧水,置于微波消解仪中,按照升温程序:以 20 $^{\circ}$ C/min 从室温升至 120 $^{\circ}$ C,保持 5 min,然后以 6 $^{\circ}$ C/min 升至 150 $^{\circ}$ C,保持 5 min,最后以 4 $^{\circ}$ C/min 升至 190 $^{\circ}$ C,保持 20 min。消解完毕,冷却,取出消解罐于 140 $^{\circ}$ C 加热赶酸至溶液剩余 1~2 mL,取取消解罐,冷却至室温,将消解液转入 50 mL 容量瓶,少量纯水冲洗消解罐 3~4 次,合并洗涤液于容量瓶中,加水定容至刻度,混匀,待测。用相同的方法做空白实验。

2 结果与讨论

2.1 消解过程的优化

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)样品,设置消解温度为 120 $^{\circ}$ C^[12-14],对消解液的种类、用量和消解时间进行优化。

2.1.1 消解液种类的优化 称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)柑橘叶标准物质于 50 mL 聚丙烯消解管。分别加入 2 mL 硝酸,硝酸-双氧水(1:1,1:3,3:1,V:V)消解液,考察不同类型的消解试剂对样品中各待测元素回收率^[15]的影响,结果示于图 1。可知,采用 1:1,1:3 硝酸-双氧水处理样品的回收率相当,但锰和铜的回收率低于硝酸;采用 3:1 硝酸-双氧水消解,锰的回收率低于硝酸;采用硝酸消解,各待测元素的回收率在 94.9%~103.6% 之间,所测结果均与标准参考值吻合。因此

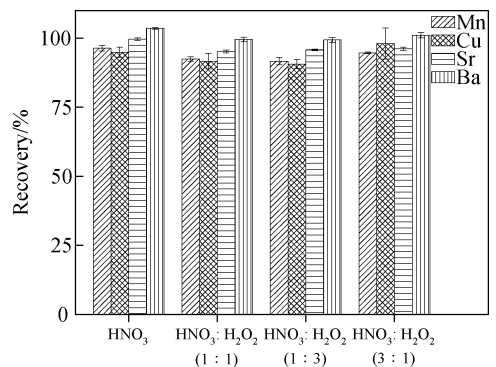


图 1 不同消解体系对锰、铜、锶和钡回收率的影响($n=4$)

Fig. 1 Effect of digestion reagents on the recoveries of Mn, Cu, Sr and Ba ($n=4$)

选择硝酸为消解液。

2.1.2 硝酸用量的优化 称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)柑橘叶标准物质于 50 mL 聚丙烯消解管,分别加入 1、2、3 mL 硝酸溶液,考察不同体积的硝酸对样品中各待测元素回收率的影响,结果示于图 2。结果表明,采用 2 mL 硝酸消解样品,4 种元素的回收率接近 100%。因此,本实验选择 2 mL 硝酸。

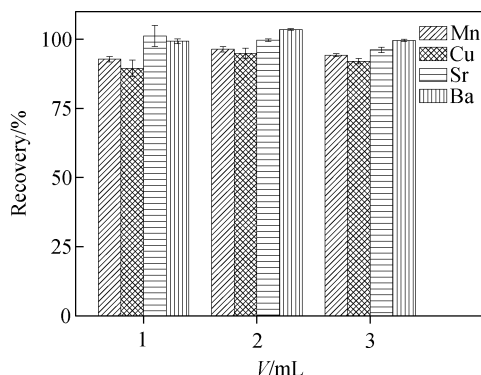


图 2 不同加酸体积对锰、铜、锶和钡回收率的影响($n=4$)

Fig. 2 Effect of HNO₃ volume

on the recoveries of Mn, Cu, Sr and Ba ($n=4$)

2.1.3 消解时间的选择 称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)柑橘叶标准物质于 50 mL 聚丙烯消解管,加入 2 mL 硝酸溶液,分别设定消解时间为 1、5、10 和 20 min,考察消解时间对各元素回收率的影响,结果示于图 3。可见,样品消解 10 min 后,4 种元素的回收率变化不大,标准偏

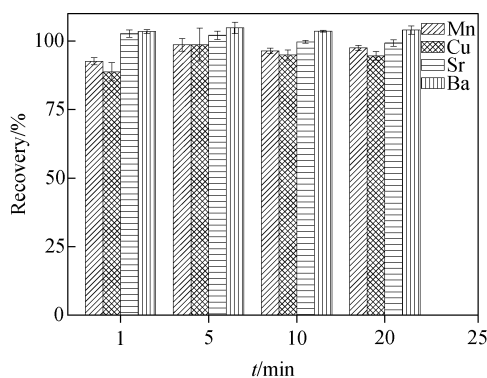


图 3 不同消解时间对锰、铜、锶和钡回收率的影响($n=4$)

Fig. 3 Effect of digestion time

on the recoveries of Mn, Cu, Sr and Ba ($n=4$)

差较小,表明样品中各元素已基本提取完全,试样重复性良好,因此选择消解时间为 10 min。

2.2 干扰及消除

由于分心木中钾、钙、钠等元素的含量较高^[8],且待测溶液中含有大量未消解完全的有机物,会导致 Mn、Cu、Sr、Ba 受到一定的基体干扰。消除基体干扰的方法有基体匹配、内标法和标准加入法等,其中内标法较为常见,实验中使用蠕动泵和 T 型混合三通在线引入内标溶液校正分析信号短期或长期的漂移,有效补偿和校正了基体效应^[16]。依据内标元素的选择原则^[17],待测元素 Mn、Cu、Sr、Ba 分别选择 ⁴⁵Sc、⁷²Ge、¹⁰³Rh 和 ¹¹⁵In 作为内标元素。

本实验中,测定 Mn、Cu、Sr、Ba 元素的质谱干扰主要是由同量异位素和多原子离子造成的。例如: Sr 元素有 ⁸⁴Sr、⁸⁶Sr、⁸⁷Sr、⁸⁸Sr 共 4 种同位素,其中 ⁸⁴Sr、⁸⁶Sr、⁸⁷Sr 易受同量异位素 ⁸⁴Kr、⁸⁶Kr、⁸⁷Rb 的干扰; Ba 元素有 ¹³⁰Ba、¹³²Ba、¹³⁴Ba、¹³⁵Ba、¹³⁶Ba、¹³⁷Ba、¹³⁸Ba 共 7 种同位素,其中 ¹³⁰Ba、¹³²Ba、¹³⁴Ba、¹³⁵Ba、¹³⁶Ba、¹³⁸Ba 易受同量异位素 ¹³⁰Xe、¹³²Xe、¹³⁴Xe、¹³⁶Xe、¹³⁸La、¹³⁸Ce 的干扰。依据丰度大、灵敏度高、干扰小的原则^[18],选取 ⁵⁵Mn、⁶³Cu、⁸⁸Sr 和 ¹³⁷Ba 为待测元素的同位素,可以有效减少同量异位素的干扰。潜在的多原子离子对待测元素的干扰表现为 ³⁶Ar¹⁸O¹H、⁴⁰Ar¹⁴N¹H、³⁹K¹⁶O 对 ⁵⁵Mn 的干扰, ⁴⁰Ar²³Na、⁴⁶Ca¹⁶O¹H、PO₂、³⁶Ar¹⁴C¹²N¹H 对 ⁶³Cu 的干扰, ⁴⁰Ar³²S¹⁶O、⁴⁷Ti⁴¹K 对 ⁸⁸Sr 的干扰, ¹²¹Sb¹⁶O 对 ¹³⁷Ba 的干扰。本实验仪器配有第四代八极杆碰撞/反应池系统,采用 He 气碰撞模式可有效消除多原子离子质谱干扰。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性 and 检出限 分别配制 0~100 μg/L 铜, 0~500 μg/L 锰、钡, 0~1 000 μg/L 锶的混合标准系列溶液,以各元素的浓度为横坐标,待测元素与所选内标元素响应信号的比值为纵坐标进行线性回归。取空白溶液连续重复测定 11 次,以其测定结果标准偏差的 3 倍对应的质量浓度为检出限。各元素的线性范围、标准曲线方程、相关系数和检出限列于表 1。可见,在相应的线性范围内,各元素的线性关系良好,相关系数大于 0.999 8,检出限为 0.037~0.11 μg/L,能够满足待测元

素的检测要求。

2.3.2 方法精密度和加标回收率 称取 6 份 0.2 g(精确至 0.000 1 g)分心木样品,按 1.3.4 节条件处理,测量结果的相对标准偏差(RSD)即为方法的精密度。另称取 21 份样品,对每个

元素进行高、中、低 3 个浓度水平的加标回收实验,每个加标浓度做 3 个平行测试,结果列于表 2。可见,各元素的精密密度为 0.45%~2.99%,平均加标回收率为 95.7%~109.3%,方法的精密度和加标回收率良好。

表 1 线性范围、标准曲线方程、相关系数和检出限

Table 1 Linearity ranges, regression equations, correlation coefficients and detection limits

元素 Elements	线性范围 Linear ranges/($\mu\text{g/L}$)	标准曲线方程 Regression equations	相关系数 Correlation coefficients	检出限 LODs/($\mu\text{g/L}$)
Mn	0~500	$y=0.0231x+0.0318$	0.9999	0.11
Cu	0~100	$y=0.1287x+0.0714$	1.0000	0.037
Sr	0~1000	$y=4.5032 \times 10^{-4}x+1.3893 \times 10^{-4}$	1.0000	0.050
Ba	0~500	$y=0.0017x+0.0023$	0.9999	0.083

表 2 方法精密度和回收率

Table 2 Precisions and recoveries of the method

元素 Elements	初始值 Initial values/ (mg/kg)	相对标准偏差 RSDs/%($n=6$)	加标量 Added values/ (mg/kg)	测定值 Measured values/ (mg/kg)	平均回收率 Average recoveries/%
Mn	53.4	0.45	25.0	77.8	97.6
			50.0	102.9	99.0
			75.0	130.5	102.8
Cu	6.92	2.96	3.75	10.6	95.7
			7.50	14.4	98.5
			15.0	21.6	97.3
Sr	16.9	2.99	7.50	25.0	109.3
			15.0	32.8	106.7
			22.5	40.7	106.2
Ba	22.8	0.76	15.0	37.3	96.7
			22.5	44.9	98.2
			50.0	73.1	100.6

2.3.3 标准物质分析 称取 3 份 0.2 g(精确至 0.000 1 g)柑橘叶标准物质,按 1.3.4 节条件处理,测定结果列于表 3。可见,各元素的测定值与标准参考值吻合,表明方法的准确性良好。

2.4 样品含量的测定

分别用半消解法和微波消解法对市售两种分心木样品进行前处理,测定结果的比较采用 t 检验法^[19],结果列于表 4。查表可知, $t_{0.05,10} = 2.23$, $t_{\text{实验值}} < t_{0.05,10}$,故以 0.95 的置信度认为两种消解方法平均值之间无显著性差异。

表 3 标准物质分析结果($n=3$)

Table 3 Analytical results of standard material ($n=3$)

元素 Elements	标准参考值 Standard reference values/(mg/kg)	测定值* Measured values/ (mg/kg)
Mn	30.5 ± 1.5	29.6 ± 0.1
Cu	6.6 ± 0.5	6.3 ± 0.2
Sr	170 ± 10	169 ± 0.5
Ba	98 ± 6	101 ± 0.3

注:*为“平均值±标准差”

表 4 两种方法处理分心木的结果 ($n=6$)Table 4 Comparative results for the determination of Mn, Cu, Sr and Ba in Diaphragma Juglandis Fructus by two methods ($n=6$)

样品 Samples	元素 Elements	半消解法* Semi-digestion/ (mg/kg)	微波消解法* Microwave-assisted digestion/(mg/kg)	t 实验值 t -Experimental
分心木 1	Mn	36.2±0.5	36.1±0.5	0.34
	Cu	7.99±0.25	8.10±0.2	0.84
	Sr	18.0±0.6	17.7±0.3	1.09
	Ba	25.0±0.4	24.9±0.5	0.38
分心木 2	Mn	52.0±1.4	51.9±0.9	0.14
	Cu	6.29±0.23	6.44±0.11	1.44
	Sr	20.0±0.7	19.3±0.4	2.12
	Ba	22.53±0.65	22.49±0.39	0.12

注: * 为“平均值±标准差”

3 结论

本研究建立了半消解-ICP-MS法测定分心木中 Mn、Cu、Sr 和 Ba 等 4 种微量元素。通过优化消解条件获得元素的最佳消解效果。选择内标法和碰撞反应池技术消除了基体效应和质谱干扰,通过对样品进行重复性实验和加标回收实验,验证了该方法的精密度和准确性,采用国家标准参考物质 GBW10020 柑橘叶进一步验证了方法的准确性,通过与微波消解法对比,验证了方法的可靠性。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草(第五卷)[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999.
- [2] 赵焕新,景援朝,白虹,王英爱,周洪雷. 分心木中的化学成分及抗氧化活性研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(7):54-57.
ZHAO Huanxin, JING Yuanchao, BAI Hong, WANG Ying'ai, ZHOU Honglei. Chemical constituents from Diaphragma Juglandis Fructus and their antioxidant activity[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2016, 22(7): 54-57(in Chinese).
- [3] 高莉,王艳梅,帕提古丽·马合木提. 核桃分心木粗提物抑菌活性的研究[J]. 食品科学,2008,29(11):69-71.
GAO Li, WANG Yanmei, PATIGUL Mahmut. Study on antibacterial activities of walnut diaphragm extracts[J]. Food Science, 2008, 29(11): 69-71(in Chinese).
- [4] 王丹,董红敬,杨鹏,王晓,耿岩玲. 分心木中化学成分分离与鉴定[J]. 食品工业科技,2018,

39(14):231-234.

WANG Dan, DONG Hongjing, YANG Peng, WANG Xiao, GENG Yanling. Separation and identification of chemical constituents from Diaphragma Juglandis Fructus[J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(14): 231-234(in Chinese).

- [5] KRAVCHENKO J, DARRAH T H, MILLER R K, LYERLY H K, VENGOSH A. A review of the health impacts of barium from natural and anthropogenic exposure[J]. Environmental Geochemistry and Health, 2014, 36(4): 797-814.
- [6] MENG Q R, WANG Y Q, CHEN F, XIAO T C, ZHANG L F. Polysaccharides from Diaphragma Juglandis Fructus: extraction optimization, antitumor, and immune-enhancement effects[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2018, 115: 835-845.
- [7] 邵双双,贺亮,韦朝阳,李卫旗. 分心木酸性多糖 SJP-2 的理化性质及其抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技,2016,37(5):59-63.
SHAO Shuangshuang, HE Liang, WEI Chaoyang, LI Weiqi. Physicochemical properties and antioxidant activity of acid polysaccharide sjp-2 from Semen Juglandis[J]. Science and Technology of Food Industry, 2016, 37(5): 59-63(in Chinese).
- [8] 王艳梅,白洁,马木提·库尔班,艾合买提江,帕提古丽·马合木提. 核桃隔膜总黄酮和微量元素的测定[J]. 食品科学,2007(10):477-479.
WANG Yanmei, BAI Jie, MAMUT Kurban, AHMATJAN, PATIGUL Mahmut. Determination of total Flavone and microelements from dissepiment of Walnut[J]. Food Science, 2007

- (10): 477-479(in Chinese).
- [9] 王利,陈晓枫,许雪姣,王静梅. 电感耦合等离子体-原子发射光谱测定鱼肉中常见营养元素的样品消解方法[J]. 分析科学学报, 2016, 32(1): 116-118.
WANG Li, CHEN Xiaofeng, XU Xuejiao, WANG Jingmei. Comparison of various digestion methods for determination of essential elements in fish by ICP-MS[J]. Journal of Analytical Science, 2016, 32(1): 116-118(in Chinese).
- [10] 林洁,黄棉汝,彭乐恺. 半消解-混合基体改进剂石墨炉原子吸收法测定生食腌制海产品中铅镉[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(2): 185-187.
LIN Jie, HUANG Mianru, PENG Lekai. Determination of lead and cadmium in salted aquatic products by GFAAS with mixed matrix modifier after incomplete digestion[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2014, 24(2): 185-187(in Chinese).
- [11] 金晶,许浩. 半消解电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的镉、铬[J]. 中国卫生检验杂志, 2017, 27(21): 3 068-3 070.
JIN Jing, XU Hao. Determination of cadmium and chromium in food by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after incomplete digestion[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2017, 27(21): 3 068-3 070(in Chinese).
- [12] 王欣美,吴思霖,杨仁康,王珂. 快速湿法消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定紫菜中铅、砷、汞、镉含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(23): 2 835-2 837.
WANG Xinmei, WU Silin, YANG Renkang, WANG Ke. Simultaneous determination of lead, arsenic, mercury and cadmium in laver by fast wet digestion-ICP-MS[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2018, 28(23): 2 835-2 837(in Chinese).
- [13] 杨加桂,李先和,张晓天,王颖. 石墨消解-电感耦合等离子体质谱法测定海绵钯中 18 种杂质元素[J]. 冶金分析, 2016, 36(7): 46-50.
YANG Jiagui, LI Xianhe, ZHANG Xiaotian, WANG Ying. Determination of eighteen impurity elements in sponge palladium by inductively coupled plasma mass spectrometry with graphite digestion[J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(7): 46-50(in Chinese).
- [14] 黄鑫彦,乐丽欢. 石墨消解法在电感耦合等离子体质谱测定重金属中的运用[J]. 粮食与油脂, 2018, 31(4): 89-90.
HUANG Xinyan, LE Lihuan. Application of graphite digestion in determination of heavy metals by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Cereals and Oils, 2018, 31(4): 89-90 (in Chinese).
- [15] 张灵莉,丁玉龙,张美,桂瑞,宁曦,李俊,吴玉萍. 微波消解 ICP-MS 法测定中华白海豚额隆中微量元素及其含量特征分析[J]. 光谱学与光谱分析, 2016, 36(10): 3 326-3 331.
ZHANG Lingli, DING Yulong, ZHANG Mei, GUI Rui, NING Xi, LI Jun, WU Yuping. Determination of trace element in the melon of Indo-Pacific Humpback Dolphins (*Sousa Chinensis*) with ICP-MS[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2016, 36(10): 3 326-3 331(in Chinese).
- [16] 赵良成,姜云军,郭秀平,李星,王亦丹,郭小彪,路峰,刘华杰. 电感耦合等离子体发射光谱法/质谱法检测地衣样品中主次微量元素的方法优化[J]. 光谱学与光谱分析, 2016, 36(10): 3 320-3 325.
ZHAO Liangcheng, JIANG Yunjun, GUO Xiuping, LI Xing, WANG Yidan, GUO Xiaobiao, LU Feng, LIU Huajie. Optimization of ICP-AES and ICP-MS techniques for the determination of major, minor and micro elements in lichens[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2016, 36(10): 3 320-3 325(in Chinese).
- [17] 曹璨. 微波消解-ICP-MS 法测定中链甘油三酸酯中铜、铅、铬、镍、锡[J]. 质谱学报, 2014, 35(4): 341-346.
CAO Can. Determination of Cu, Pb, Cr, Ni and Sn in medium chain triglycerides by microwave digestion-ICP-MS[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2014, 35(4): 341-346(in Chinese).
- [18] 刘宏伟,秦宗会,谢华林,曹恕. ICP-OES/ICP-MS 测定葵花子中 28 种无机元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(1): 224-227.
LIU Hongwei, QIN Zonghui, XIE Hualin, CAO Shu. Study on the determination of 28 inorganic elements in sunflower seeds by ICP-OES/ICP-MS[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2013, 33(1): 224-227(in Chinese).
- [19] 万家亮,曾胜年,李俊义. 分析化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2001.