

微波消解-电感耦合等离子体质谱法 测量小麦粉中铅、镉、砷和铬

刘淑萍 乔继浩

(甘肃省计量研究院,兰州 730000)

摘 要 在我国局部存在不同程度的铅、镉、砷和铬的土壤和水资源污染,土壤和水域中的有毒有害元素经食物链累积在人体,对人们的身体造成极大的危害,因此对食品中这些限量元素进行准确高效定量非常必要。建立微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法对小麦粉中 Pb、Cd、As 和 Cr 的测定方法,采用内标法定量,内标元素选择 Rh、In 和 Bi。通过对微波消解前处理方法和 ICP-MS 使用参数进行优化,标准工作曲线呈良好的线性关系,相关系数均大于 0.999 9。采用 GBW(E)100493 小麦粉和 NIST 1567b Wheat Flour 标准物质对实验方法进行验证,结果显示测量值和标准值一致,表明所建立的小麦粉中 Pb、Cd、As 和 Cr 的测定方法是准确可靠的。

关键词 重金属;电感耦合等离子体质谱法;小麦粉;微波消解;食品污染物

中图分类号:O657.63 TH843 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2022)03-0017-07

Determination of Lead, Cadmium, Arsenic and Chromium in Wheat Flour by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Microwave Digestion

LIU Shuping, QIAO Jihao

(Gansu Institute of Metrology, Lanzhou, Gansu 730000, China)

Abstract In some parts of China, soil and water resources are polluted with different degrees for the elements of lead, cadmium, arsenic and chromium. These toxic and harmful elements in soil and water enter the human body through the food chain, causing great harm to people's health. Therefore, it is necessary to accurately and efficiently quantify these limited elements in food. Microwave digestion combined inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) were established to measure Pb, Cd, As and Cr in wheat flour. The internal standard method was adopted, Rh, In and Bi were selected as the internal standard elements. In addition, the pretreatment method of microwave digestion and the instrument conditions were optimized. The detection method was quick and simple. The working standard curves showed good linear

收稿日期:2022-02-17 **修回日期**:2022-03-25

基金项目:国家市场监督管理总局资助项目(2017QK162)

作者简介:刘淑萍,女,副高级工程师,主要从事食品类基体标准物质研制。E-mail:spliu100@163.com

引用格式:刘淑萍,乔继浩.微波消解-电感耦合等离子体质谱法测量小麦粉中铅、镉、砷和铬[J].中国无机分析化学,2022,12(3):17-23.

LIU Shuping, QIAO Jihao. Determination of Lead, Cadmium, Arsenic and Chromium in Wheat Flour by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Microwave Digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022,12(3):17-23.

relationship with correlation coefficients greater than 0.999 9. GBW(E)100493 and wheat flour SRM 1567B were used to verify the method used in this experiment. The results showed that the measured values were consistent with the standard values, indicating that the method used in this experiment is reliable for the determination of Pb, Cd, As and Cr in wheat flour.

Keywords heavy metal; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS); wheat flour; microwave digestion; food contaminants

Pb、Cd、As 和 Cr 污染属于全球问题,这些有毒有害元素超过耐受摄入量会对人的器官造成不同程度的伤害,引发不同的病症^[1-3],甚至危及生命。因此,各个国家针对当地情况制定了适合自己国情或区域的食物污染物限量标准。我国 GB 2762—2017《食品安全国家标准-食品污染物限量》中对不同食品种类中的 Pb、Cd、As 和 Cr 含量作了明确的规定,其中谷物中 Pb、Cd、As 和 Cr 含量分别不高于 0.2、0.1、0.5 和 1.0 mg/kg。欧盟发布的(EC)NO 1881/2006 号法规中谷物中 Pb 含量不超过 0.2 mg/kg, Cd 含量不高于 0.1 mg/kg。国际食品法典委员会(CAC)在 2010 年第 72 次会议颁布了《食品和饲料中污染物和毒素通用标准》,规定谷物中铅限量为 0.2 mg/kg,小麦中 Cd 限量为 0.2 mg/kg,精米中 As 限量为 0.2 mg/kg。

目前,小麦粉中 Pb、Cd、As 和 Cr 的测量方法主要有电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法^[4],电感耦合等离子体光谱(ICP-OES)法^[5],原子吸收光谱(AAS)法,As 也常用原子荧光光谱(AFS)法测量^[6]。其中 ICP-MS 方法线性范围宽,灵敏度好,而且能同时进行多元素测量,具有简便、快捷、准确和高效等特点,已成为复杂基体多元素检测的重要工具^[7-8]。

本实验采用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定小麦样品中的 Pb、Cd、As 和 Cr,从多方面优化了实验条件。通过对 GBW(E) 100493 小麦粉成分分析标准物质和 NIST SRM 1567 Wheat Flour 标准物质进行验证,测定结果与标准值一致,可为小麦粉中多元素准确可靠的检验检测提供方法参考,对保护人民身体健康具有非常重要的意义。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

7900 电感耦合等离子体质谱仪 ICP-MS (安捷伦科技有限公司), XPR204 电子天平 (Mettler-Toledo 公司, 最小分度 0.1 mg), Multiwave PRO 微波消解仪 (Anton Paar 公司), ZM200 碾磨仪

(Retsch 公司), AS200 筛分仪 (Retsch 公司), Milli-Q Integral 5 超纯水机 (Millipore 公司); DHG-9920A 鼓风干燥箱 (上海一恒公司); Mastersizer2000 激光粒度分析仪 (马尔文公司)。

铅单元素标准储备溶液 (GBW08619, 标准值 1 000 $\mu\text{g/mL}$, 中国计量科学研究院), 镉单元素标准储备溶液 (GBW08612, 标准值 1 000 $\mu\text{g/mL}$, 中国计量科学研究院), 砷单元素标准储备溶液 (GBW08611, 标准值 1 000 $\mu\text{g/mL}$, 中国计量科学研究院), 铬单元素标准储备溶液 (GBW08614, 标准值 1 000 $\mu\text{g/mL}$, 中国计量科学研究院), Wheat Flour (SRM 1567b, NIST), 小麦粉成分分析标准物质 (GBW(E) 100493, 钢研纳克检测技术有限公司), 内标溶液 (Agilent 公司), 优级纯硝酸 (默克公司), 超纯水 ($18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备

小麦粉原材料采自于白银市东大沟沿岸重金属严重污染区, 首先将采集到的小麦由脱皮机脱壳并除杂, 然后进行清洗, 再置于鼓风干燥箱中在 80 $^{\circ}\text{C}$ 的条件下烘干 24 h; 接着用碾磨机碾磨, 再用 150 μm 筛网经筛分仪筛分; 筛分后的样品放置在 360 $^{\circ}$ 旋转的滚筒式均分仪中, 摇至 12 h, 从不同位置取样 6 次, 用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定, 计算其相对标准偏差小于 5% 时, 样品可认为均匀。随后将样品在洁净工作台上进行双层分装, 先取样品按 20 g/瓶的规格, 装入 50 mL 的棕色玻璃瓶中, 再装入复合膜铝箔袋抽真空熔封。以双层包装主要避免样品稳定性遭受外界环境的影响。最后所有样品采用 ^{60}Co 辐照杀菌处理, 储存于避光干燥处。

1.2.2 样品消解

消解样品前, 首先在各消解罐中分别加入 6 mL 的分析纯浓硝酸, 设置清洗消解方法 (见表 1), 在微波消解仪中消解, 完成后冷却然后依次使用自来水和纯净水各冲洗 2 遍, 重复上述清洗操作步骤 1 次, 以保证前处理整个系统清洁, 防止样品污染。其次采用重量法在罐中依次称取约 0.5 g (准确到 0.000 1 g)

的小麦粉样品 6 份,小麦粉成分分析标准物质(GBW(E)100493) 4 份,NIST SRM 1567b 标准物质 4 份,空白 2 份。然后在各消解罐中依次加入优级纯浓硝酸 6 mL,置于微波消解仪中消解(消解方法见表 2)。接着将消解好的样品转移到带盖的 50 mL 聚乙烯管中,使用超纯水清洗消解管内壁多次,再转移到聚乙烯管中,尽可能让消解罐中的残留样品转移完全,以防损失;最后用超纯水定容至大约 50 mL,准确称量,记录称量数据。

表 1 微波消解清洗方法

Table 1 Microwave digestion cleaning method			
步骤	功率 P/W	时间 t/min	温度 T/℃
功率爬坡	1 300	5	
功率保持	1 300	15	内部温度限值 240
功率保持	550	10	红外温度限值 190
冷却			70

表 2 微波消解小麦粉方法

Table 2 Microwave digestion method for the wheat flour			
步骤	功率 P/W	时间 t/min	温度 T/℃
功率爬坡	700	10	
功率保持	700	5	内部温度限值 240
功率爬坡	1 400	10	
功率保持	1 400	25	红外温度限值 210
冷却			70

1.2.3 标准曲线配制

用重量法依次称取一定量(精确到 0.000 1 g) Pb、Cd、As 和 Cr 的单元素溶液标准物质到带盖 50 mL 聚乙烯管中,加 HNO₃ (2%) 逐级稀释成 Pb 为 0、0.25、0.5、1、2.5 和 5.0 μg/kg, Cd 为 0、2.5、5.0、10、25 和 50 μg/kg, As 和 Cr 为 0、0.5、1.0、2.0、5.0 和 10 μg/kg 的系列混合标准溶液。

1.2.4 内标溶液配制

采用重量法称量 1 mg/kg 的内标储备溶液 2.5 g(准确到 0.000 1 g)到 50 mL 聚乙烯管中配制 成 50 μg/kg 的内标溶液,通过自动进样方式引入。

1.2.5 样品测定

首先对仪器进行调谐,使其灵敏度达到最佳水平,保证氧化物产率¹⁵⁶CeO⁺/¹⁴⁰Ce⁺ 低于 1.5%,双电荷产率⁷⁰Ce⁺⁺/¹⁴⁰Ce⁺ 低于 2.0%。

调谐后的仪器条件:RF 功率 1 500 W,载气流速 0.90 L/min,He 流速 4.3 mL/min,Ω 透镜电压为 10.8 V,Ω 偏转电压为-80 V,提取透镜-160 V,Deflect 1.4 V,截取锥和采样锥均为铂锥,PFA 同心雾化器,积分时间 0.3 s,采样深度 8 mm。

2 结果和讨论

2.1 粒径分布分析

小麦粉样品粒径分布分析采用 Mastersizer 2000 激光粒度分析仪,将约 0.2 g 小麦粉样品置于清洁的 800 mL 烧杯中,加入约 700 mL 蒸馏水作为分散剂,在 3 000 r/min 的转速下搅拌 12 s,超声 1.5 min;其后,在小麦粉的折射参数为 1.52,吸光值为 0.01,折光率为 10%~20% 的条件下,置于激光粒径分析仪中进行测定,每个样品重复 3 次,通过数据处理获得分析结果和样品的粒径分布的频率曲线图,小麦粉样品分析结果和频率分布分别见表 3 和图 1。表 3 中 d(0.1)、d(0.5)和 d(0.9) 分别表示粒径大小占 10%、50%和 90% 的微粒量。由表 3 和图 1 可知,此样品中,粒径小于 130 μm 的粒子大于 90%,符合筛分时使用的筛网孔径(150 μm)值;另外,每个样品重复测定 3 次,测定结果的标准偏差均小于 3%,说明制作的小麦粉样品粒径分布比较均匀。

表 3 小麦粉粒径分析结果

Table 3 Analysis results of grain size of wheat flour				
测量次数	单位	d(0.1)	d(0.5)	d(0.9)
1	μm	6.31	32.95	122.62
2	μm	6.18	31.74	119.57
3	μm	6.28	32.51	121.40
平均值	μm	6.26	32.40	121.20
标准偏差	μm	0.07	0.61	1.54
相对标准偏差	%	1.12	1.88	1.27

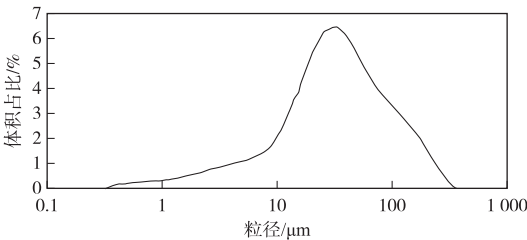


图 1 小麦粉粒径分布

Figure 1 Particle size distribution of wheat flour.

2.2 样品失水率

小麦粉样品在整个制备过程中,经过很多步骤,因此成品中会引入少量水分,尤其是打开包装后泄真空的样品,易吸收外界环境中的水分。为保证测量结果准确可靠,一方面消解样品时在一定条件下提前烘干样品;另一方面通过失水验证,计算样品中

的失水率进行水分校正。本次实验分别在 60、80 和 100 °C 三个温度下进行水分测定,首先准确称量约 0.5 g(精确到 0.000 1 g)的样品,置于烘箱中干燥,每隔 1 h 称量一次,记录称量结果,连续测量 9 h,测量结果如图 2 所示。图 2 表示,当在 60 °C 时,样品烘至 5 h 后失水率趋向稳定;当温度处于 80 °C 时,烘至 2 h 后样品失水率呈稳定趋势;而温度处于 100 °C 时,烘至 2 h 样品失水率已趋向稳定。综合上述分析,建议在温度为 80 °C,烘干时间为 2 h 时,进行小麦粉样品测量前的失水校正,既确保效率,也防样品中易挥发成分损耗。

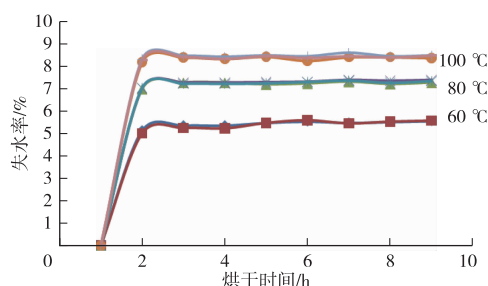


图 2 小麦粉样品在不同温度下的失水率对比

Figure 2 Comparison of the water loss rate for different temperature in wheat flour.

2.3 同位素的选择

元素周期表中绝大多数元素有多个同位素,选择待测元素同位素除考虑同位素天然丰度外,还要考虑同位素的受干扰情况,通常用丰度高,干扰小的同位素为待测元素的质量数。在 Pb、Cd、As 和 Cr 中,Pb、Cd 和 Cr 均为多同位素元素。Pb 的同位素有 ^{204}Pb 、 ^{206}Pb 、 ^{207}Pb 和 ^{208}Pb ,其相对丰度分别为 1.4%、24.1%、22.1% 和 52.4%,其中 ^{204}Pb 和 ^{204}Hg 是同量异位素;Cd 的同位素有 ^{106}Cd 、 ^{108}Cd 、 ^{110}Cd 、 ^{111}Cd 、 ^{112}Cd 、 ^{113}Cd 、 ^{114}Cd 和 ^{116}Cd ,其相对丰度分别为 1.25%、0.89%、12.49%、12.80%、24.13%、12.22%、28.73% 和 7.49%,其中 ^{106}Cd 、 ^{108}Cd 、 ^{110}Cd 、 ^{113}Cd 、 ^{114}Cd 、 ^{116}Cd 分别与 ^{106}Pd 、 ^{108}Pd 、 ^{110}Pd 、 ^{113}In 、 ^{114}Sn 、 ^{116}Sn 是同量异位素;Cr 的同位素为 ^{50}Cr 、 ^{52}Cr 、 ^{53}Cr 和 ^{54}Cr ,其相对丰度分别为 4.34%、83.79%、9.50% 和 2.37%,且 ^{50}Cr 、 ^{54}Cr 与 ^{50}V 、 ^{50}Ti 、 ^{54}Fe 是同量异位素。为消除 ICP-MS 方法测量过程中同量异位素的干扰,并结合各元素在自然界中同位素相对丰度的高低,选择 ^{208}Pb 、 ^{111}Cd 、 ^{75}As 和 ^{53}Cr 为待测同位素。

2.4 质谱干扰和消除

Pb、Cd、As 和 Cr 的质谱干扰有多原子离子、氧化物、双电荷和同量异位素等干扰。多原子离子干

扰主要有氢氧化物、氟化物和氯化物等,如 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ 和 $^{40}\text{Ca}^{35}\text{Cl}^+$ 干扰 $^{75}\text{As}^+$, $^{38}\text{Ar}^{15}\text{N}^+$ 、 $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^1\text{H}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{13}\text{C}^+$ 干扰 $^{53}\text{Cr}^+$, $^{94}\text{Zr}^{16}\text{O}^1\text{H}^+$ 干扰 $^{111}\text{Cd}^+$;氧化物 $^{35}\text{Cl}^{18}\text{O}^+$ 和 $^{36}\text{Ar}^{17}\text{O}^+$ 干扰 $^{53}\text{Cr}^+$, $^{59}\text{Co}^{16}\text{O}^+$ 干扰 $^{75}\text{As}^+$, $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$ 干扰 $^{111}\text{Cd}^+$, $^{192}\text{Pd}^{16}\text{O}^+$ 干扰 $^{208}\text{Pb}^+$;双电荷是因元素的第二电离能低于 Ar 的第一电离能导致的,在这四种元素中主要是 $^{150}\text{Nd}^{2+}$ 和 $^{150}\text{Sm}^{2+}$ 对 $^{75}\text{As}^+$ 的干扰;上述三种干扰通过优化 ICP-MS 测量条件和选择适当的监测模式来消除,此次使用具有八极杆质量分析器技术并结合 He 碰撞池模式来消除以上干扰。而同量异位素导致的干扰通过同位素的选择予以避免。

2.5 内标元素选择

小麦粉样品基体比较复杂,既有常见的质谱干扰又有复杂基体导致的基体效应,而基体效应也是元素准确测量的重要干扰因素之一^[9-10]。研究发现使用适当的内标元素既可弥补样品本身引起的基体效应,提高测量的灵敏度,并能准确定量各质量段的元素^[9,11]。一般用于内标的元素有 Li、Sc、Ge、Y、Rh、In、Lu、Tb、Ho 和 Bi 等,选择内标元素时要求样品本身应不含有内标元素;而且内标元素的质量数和第一电离能与待测的元素相接近,加入内标的浓度最好是标准曲线的中间范围,多元素分析时最好选用双内标和多内标。加入内标前,首先对样品进行全元素半定量分析,发现样品中含有 Li、Sc、Ge 的量较大,而 Y 是调谐的关键元素,故 Pb、Cd、As 和 Cr 分别选择 Bi、In 和 Rh 作为内标元素,内标在线加入浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$,其回收率在 85.0%~115%。

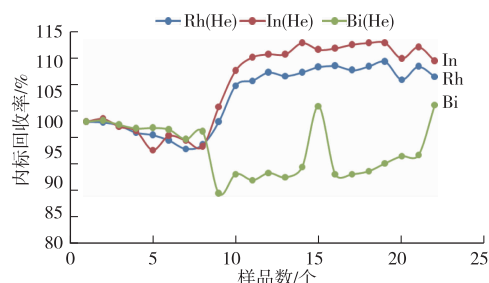


图 3 小麦粉中 Pb、Cd、As 和 Cr 元素 ICP-MS 分析内标回收率

Figure 3 Internal standard recovery of Pb, Cd, As and Cr in wheat flour by ICP-MS.

2.6 校准曲线绘制

用配制的标准系列溶液绘制标准工作曲线,待测元素的信号和内标元素信号的比值(比率)为纵坐

标,标准溶液的浓度为横坐标,见图 4。由图 4 可见 Pb、Cd、As 和 Cr 分别在 0~5、0~50、0~10 和 0~

10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 质量浓度范围内呈线性关系,其相关系数均大于 0.999 9。

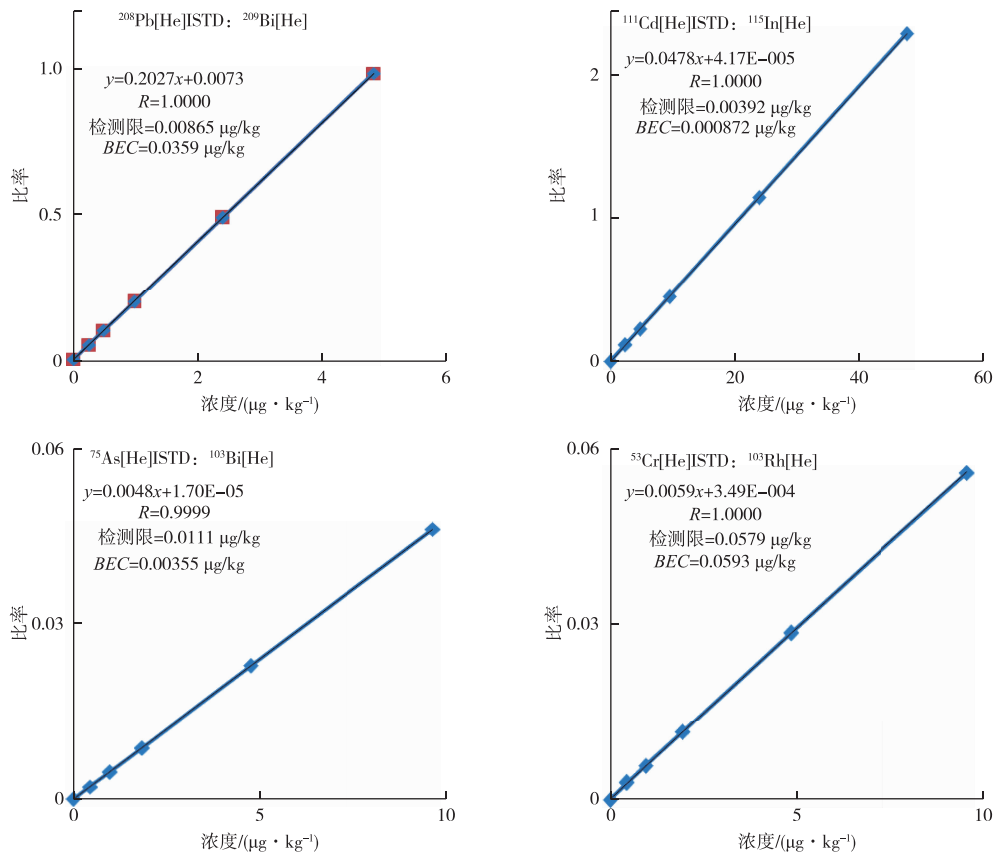


图 4 ICP-MS 法测量小麦粉中 Pb Cd As 和 Cr 的校准曲线

Figure 4 Calibration curve of Pb Cd As and Cr in wheat flour by ICP-MS.

2.7 检出限和定量限

首先,通过标准曲线校正重复测量空白溶液 11 次,计算 11 次空白结果的标准偏差(s),标准偏差的 3 倍($3s$),即为检出限(DL);而标准偏差的 10 倍($10s$)则为定量限(QL),结果见表 4。

表 4 小麦粉中 Pb Cd As 和 Cr 元素的检出限和定量限

Table 4 Detection limit and quantification limit of Pb,Cd,As and Cr in wheat flour

元素	质量数	监测模式	$s/$ $(\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$	$DL/$ $(\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$	$QL/$ $(\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$
Pb	208	He	0.001 9	0.005 6	0.018 7
Cd	111	He	0.031 0	0.093 1	0.310
As	75	He	0.092 9	0.279	0.929
Cr	53	He	0.090 2	0.271	0.902

2.8 测量结果

将消解好的样品溶液通过电感耦合等离子体质

谱仪对 Pb、Cd、As 和 Cr 元素按照实验方法进行测定,每个样品平行测定 2 次,由表 5 计算结果可知 Pb、Cd、As 和 Cr 元素在小麦粉样品中含量分别用质量分数(w)表示为 0.110、2.70、0.289 和 0.416 mg/kg ,其标准偏差分别为 0.003 1、0.042 6、0.005 4 和 0.017 1 mg/kg ;相对标准偏差分别为 2.82%、1.58%、1.87%和 4.11%,均小于 5%,说明该方法测量精度较好。

2.9 准确度实验

为了验证该方法的准确可靠,选择了 NIST SRM1567b 和 GBW(E)100493 小麦粉有证标准物质进行方法验证,同时用归一化偏差(E_n)对结果进行评价。由表 6 中验证和评价结果显示,各元素的测定结果和标准值是一致的,说明用于各元素定值的方法是准确可靠的。

表 5 小麦粉中 Pb、Cd、As、Cr 元素含量测定结果

Table 5 Determination results of Pb, Cd, As and Cr in wheat flour

/(mg · kg⁻¹)

项目	1	2	3	4	5	6	平均值	标准偏差	相对标准偏差 ¹⁾
Pb	1	0.110	0.108	0.110	0.122	0.106	0.110	0.003	2.8
	2	0.108	0.113	0.110	0.111	0.111	0.106		
Cd	1	2.71	2.74	2.66	2.80	2.71	2.62	2.70	0.04
	2	2.73	2.69	2.65	2.67	2.77	2.66		1.6
As	1	0.285	0.289	0.289	0.276	0.282	0.290	0.289	0.005
	2	0.290	0.297	0.298	0.282	0.292	0.292		1.9
Cr	1	0.429	0.421	0.401	0.434	0.39	0.394	0.416	0.017
	2	0.404	0.458	0.423	0.420	0.389	0.424		4.1

注: ¹⁾ 单位为 %。

表 6 小麦粉中 Pb Cd As 和 Cr 元素测定方法验证结果

Table 6 Verification result for the determination method of Pb Cd As and Cr in wheat flour

/(mg · kg⁻¹)

元素	NIST SRM1567b			GBW(E)100493		
	SV-U	MV-s	E _n	SV-U	MV-s	E _n
Pb	0.010 4±0.002 4	0.011 2±0.0015	0.42	0.24±0.02	0.243±0.013	0.18
Cd	0.025 4±0.000 9	0.025 1±0.000 6	0.40	0.63±0.04	0.641±0.019	0.40
As	0.004 8±0.000 3	0.004 7±0.000 4	0.18	0.04±0.01	0.039±0.003	0.21
Cr				0.07±0.01	0.066±0.005	0.57

注: SV-U 表示标准值和不确定度; MV-s 表示测量值和标准偏差

3 结论

采用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定小麦粉中的 Pb、Cd、As 和 Cr 含量, Pb、Cd、As 和 Cr 分别在 0~5、0~50、0~10 和 0~10 μg/kg 质量浓度范围内呈良好的线性关系, 其相关系数均大于 0.999 9; 各元素测定结果相对标准偏差均小于 5%; 通过检出限和定量限的结果显示该方法可满足绝大部分类似基体样品的测定。同时使用 NIST SRM 1567b 和 GBW(E)100493 标准物质验证了本实验所采用的方法是准确可靠的, 可用于类似食品基体中这些元素的检验检测。

参考文献

- [1] MICHAEL H A. An arsenic forecast for China[J]. Science, 2013, 341: 852-853.
- [2] 郭健, 姚云, 赵小旭, 等. 粮食中重金属铅离子、镉离子的污染现状及对人体的危害[J]. 粮食科技与经济, 2018, 43(3): 33-35.
GUO Jian, YAO Yun, ZHAO Xiaoxu, et al. Pollution status of lead and cadmium ions in grain and its harm to human[J]. Grain Science and Technology and Economy, 2018, 43(3): 33-35.
- [3] 万涛, 李发活, 黄玲, 等. 我国不同产地小麦籽粒有害金属含量分析[J]. 现代农业科技, 2018(16): 248-252.
WAN Tao, LI Fahuo, HUANG Ling, et al. Research on content of harmful metals in wheat grain from different places in China[J]. Modern Agricultural Technology, 2018(16): 248-252.
- [4] 陈璐, 丁敏, 李霞, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定小麦粉中 6 种重金属的不确定度评定[J]. 分析仪器, 2020(4): 72-79.
CHEN Lu, DING Min, LI Xia, et al. Uncertainty evaluation for the determination of six kinds of heavy metals in wheat flour by ICP-MS[J]. Journal of Analytical Instrumentation, 2020(4): 72-79.
- [5] 吴政宙, 陈文君. 小麦粉中痕量砷的测定研究[J]. 光谱实验室, 2004, 21(6): 1146-1150.
WU Zhengzhou, CHEN Wenjun. Determination of trace arsenic in wheat[J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2004, 21(6): 1146-1150.
- [6] 王娅楠, 龚治湘, 刘瑞萍, 等. 畜禽养殖场土壤中砷的测定-以水作载流的氢化物发生原子荧光光谱法[J]. 中国无机分析化学, 2022, 12(1): 26-34.
WANG Yanan, GONG Zhixiang, LIU Ruiping, et al. Determination of arsenic in the soil of livestock and poultry farms by water carrier-hydride generation-atomic fluorescence spectrophotometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(1): 26-34.
- [7] 杨晓霞, 史文, 郭伟, 等. 硝酸-过氧化氢敞口消解/ICP-MS 测定植物样品砷含量[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(3): 6-11.
YANG Xiaoxia, SHI Wen, GUO Wei, et al. Determining arsenic concentration in plant samples digested by inductively coupled plasma mass spectrometry with nitric acid and hydrogen peroxide[J]. Chinese Journal

- of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(3): 6-11.
- [8] 李林川, 吴建伟, 胡建西, 等. 固相萃取分离-电感耦合等离子体质谱法测定海产品中的无机砷[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(1): 20-25.
- LI Linchuan, WU Jianwei, HU Jianxi, et al. Determination of inorganic arsenic in seafood by solid phase extraction inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(1): 20-25.
- [9] 鲁照玲, 胡红云, 姚洪. 土壤中重金属元素电感耦合等离子体质谱定量分析方法研究[J]. 岩矿测试, 2012, 31(2): 241-246.
- LU Zhaoling, HU Hongyun, YAO Hong. Study on quantitative analysis method for several heavy metals in soil sample by inductively coupled plasma-mass spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis, 2012, 31(2): 241-246.
- [10] 赵小学, 赵宗生, 陈纯, 等. 电感耦合等离子体质谱法内标元素选择的研究[J]. 中国环境监测, 2016, 32(1): 84-87.
- ZHAO Xiaoxue, ZHAO Zongsheng, CHEN Chun, et al. Study on selection of internal standard element of ICP-MS[J]. Environmental Monitoring of China, 2016, 32(1): 84-87.
- [11] 陈杭亭, 曹淑琴, 曾宪津. 电感耦合等离子体光谱和质谱法分析贻贝标准物质[J]. 分析化学, 1999, 27(5): 504-508.
- CHEN Hangting, CAO Shuqin, ZENG Xianjin. Analysis of mussel standard reference material by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 1999, 27(5): 504-508.