

ICP-MS 同时测定鱼肝油中 21 种重金属元素残留量

梁键谋, 王芸(浙江省食品药品检验研究院, 国家药品监督管理局仿制药评价关键技术重点实验室, 浙江省药品接触材料质量控制研究重点实验室, 杭州 310052)

摘要: 目的 建立电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法同时测定鱼肝油中镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 种重金属元素的分析方法。方法 采用密闭超高压微波消解技术对样品进行彻底的物质消解, 然后用 5%硝酸溶液稀释后, 采用 ICP-MS 对 21 种金属元素进行分析。应用八极杆碰撞/反应池(octopole reaction system, ORS)技术消除多原子离子对待测元素的干扰, 并选用铟、锗、铋、铈等元素为内标混合液校正基体干扰和漂移。结果 该方法各元素的检测限为 $0.000\ 2\sim 0.554\ 3\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, 相对标准偏差均 $<5.0\%$, 通过添加标准回收试验, 各元素回收率为 $90\%\sim 109\%$ 。结论 该法快速、简便, 灵敏, 适用于鱼肝油中 21 种微量重金属元素的残留量的同时测定。

关键词: 电感耦合等离子体质谱; 鱼肝油; 重金属元素; 八极杆碰撞/反应池

中图分类号: R917 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2021)10-1161-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2021.10.002

引用本文: 梁键谋, 王芸. ICP-MS 同时测定鱼肝油中 21 种金属元素残留量[J]. 中国现代应用药学, 2021, 38(10): 1161-1165.

Simultaneous Determination of Twenty-one Trace Heavy Metal Elements in Cod Liver Oil Using ICP-MS

LIANG Jianmou, WANG Yun(Zhejiang Institute for Food and Drug Control, NMPA Key Laboratory for Core Technology of Generic Drug Evaluation, Key Laboratory of Drug Contacting Materials Quality Control of Zhejiang Province, Hangzhou 310052, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for simultaneous determination of 21 heavy metals(including Cd, Pb, As, Hg, Co, V, U and so on) in cod liver oil by inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS). **METHODS** Samples were decomposed in the ultra high pressure microwave digestion instrument, followed by dilution with 5% HNO_3 then the above 21 heavy metal elements in the solution were analyzed directly by ICP-MS. The use of octopole reaction system(ORS) could eliminate the interference of polyatomic ions dramatically. In, Ge, Bi and Sc were used to correct the matrix interference and drift. **RESULTS** The detection limits of the elements was in the range of $0.000\ 2\sim 0.554\ 3\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, the relative standard deviation was $<5.0\%$ for all the elements, and the recovery rate of each element was $90\%\sim 109\%$ by adding standard recovery experiment. **CONCLUSION** This method is rapid, simple, sensitive and applicable for the analysis of 21 trace heavy metal elements in cod liver oil.

KEYWORDS: ICP-MS; cod liver oil; heavy metal elements; octopole reaction system

鱼油是一种从多脂类鱼中提取的油脂, 富含二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸, 具有调节血脂等作用。广义的鱼油是包括鱼肝油在内的鱼的脂肪, 而鱼肝油的主要功效成分是维生素 A 和维生素 D, 主要是用于治疗佝偻病和夜盲症以及小儿抽搐症, 并可防治维生素 A、D 缺乏, 常为孕妇及婴幼儿使用。

近年来由于沿海城市的发展与工业化进程, 工农业和生活污水的不断排入, 以及海洋本身的天然源、大气沉降与陆源引入, 共同造成了海洋的重金属污染。由于海洋污染加重, 鱼肉、鱼油和鱼内脏中常富集重金属, 因此传统鱼肝油容易有重金属超标的风险, 对孕妇及婴幼儿产生不利

影响。而且鱼肝油的常用剂型为胶囊剂, 胶囊壳与鱼肝油之间存在包材相容性问题, 通过考察鱼肝油中重金属元素的含量也可以对该品种的包材相容性进行风险评估。

目前, 鱼油中重金属元素的测定方法主要有原子吸收法、氢化物发生-原子荧光法和电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法等^[1-3]。原子吸收光谱法和原子荧光具有较高的灵敏度和较好的检测限(limit of detection, LOD), 但测定周期长, 并不适合多元素的同时分析; ICP-AES 法具有样品处理简单、线性范围宽、分析速度快等特点, 但若用于鱼油中痕量元素的分析, 其 LOD($1\sim 10\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)难以达到分析要求。电感耦合等离子体质谱法

基金项目: “重大新药创制” 国家科技重大专项(2017ZX09101001); 浙江省药品监管系统科技计划项目(2020013)

作者简介: 梁键谋, 男, 硕士, 主管药师 Tel: 13968094398 E-mail: dashi1982530@163.com

(ICP-MS)法具有灵敏度高、分析速度快、应用灵活、可快速半定量分析,且可对多元素同时定量分析的优势,特别适合痕量元素的分析。

ICH 于 2014 年 11 月发布 Q3D 元素杂质指导原则。指导原则分为 3 个部分:评估潜在元素杂质的毒性数据,确定每一种有毒元素的每日允许暴露量,以及运用 ICH Q9 质量风险管理指导原则来评估和控制药品中的元素杂质。Q3D 指导原则适用于原料药和制剂,采用基于风险的方法对元素杂质进行评估,对在改变合成工艺步骤、引入在线或上游控制、原料药和辅料以及容器密闭系统等药品全生命周期内存在的元素杂质进行控制。在此基础上,欧美药典陆续出台一系列通则或指导原则对元素杂质进行控制,历经多次修订完善,目前,元素杂质的种类和限度基本上和 ICH 保持一致。其限度要求参见 USP 41 版通则<232>和 Q3D 指导原则中规定。

本研究利用 ICP-MS 法对鱼肝油中的 7 锂(Li)、 9 铍(Be)、 51 钒(V)、 52 铬(Cr)、 55 锰(Mn)、 59 钴(Co)、 63 铜(Cu)、 71 镓(Ga)、 75 砷(As)、 78 硒(Se)、 85 铷(Rb)、 88 锶(Sr)、 95 钼(Mo)、 111 镉(Cd)、 121 锑(Sb)、 133 铯(Cs)、 137 钡(Ba)、 201 汞(Hg)、 205 铊(Tl)、 208 铅(Pb)、 238 铀(U)共 21 种重金属元素进行了研究。同时,采用 Agilent 8800ICP-MS 特有先进技术即八极杆碰撞/反应池(octopole reaction system, ORS)进行测定,该技术在碰撞池内引入惰性气体氦气,通过能量歧视效应来选择分离多原子干扰离子与待测离子,较好地消除了干扰,以期获得更高的灵敏度。

1 仪器与材料

1.1 仪器

8800ICP-MS 电感耦合等离子体质谱仪(Agilent 公司); Multiwave Pro 微波消解仪、Multiwave 3000 超高压罐(奥地利 Anton Paar 公司); BHW-09A16 电热板(博通公司)^[4-5]。

1.2 标准品

汞元素溶液标准物质(中国计量科学研究院,编号:GBW08617;批号:130134;浓度 $1\ 000\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)。移取该元素溶液标准物质溶液 2.0 mL,置 200 mL 量瓶中,用 5%硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,作汞对照储备溶液($10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)。

混合标准溶液: Multi-element Calibration Standard 2A 混标溶液[Agilent Technologies 公司,批号: 1-92MKBY2,内含 7 锂(Li)、 9 铍(Be)、钒(V)、

52 铬(Cr)、 55 锰(Mn)、 59 钴(Co)、 63 铜(Cu)、 71 镓(Ga)、 75 砷(As)、 78 硒(Se)、 85 铷(Rb)、 88 锶(Sr)、 95 钼(Mo)、 111 镉(Cd)、 121 锑(Sb)、 133 铯(Cs)、 137 钡(Ba)、 201 汞(Hg)、 205 铊(Tl)、 208 铅(Pb)、 238 铀(U)共 21 种元素,浓度均为 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$]。

混合标准品溶液: 移取汞对照储备溶液和上述混标溶液(含 21 种元素)各 1.0 mL,置 100 mL 量瓶中,用 5%硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,作混合标准品溶液(浓度均为 $100\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$)。

内标溶液: ICP-MS Internal Std. Mix 溶液[含内标元素 45 钪(Sc)、 72 锗(Ge)、 115 铟(In)、 209 铋(Bi)](PerkinElmer 公司,5188-6525;批号: CL12-16YPY1;浓度 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)。

1.3 试剂

Millipore 超纯水、Milli-Q advantage A10 纯水仪(美国密里博); 硝酸(Fisher Scientific 公司 A509P-500,批号: 1113041); 双氧水(优级纯,上海试剂厂)。

1.4 样品

本次研究共检测鱼肝油共 3 批分别来自双鲸药业(批号: 1603042)、星鲨药业(批号: 20760504)和海力生药业(批号: 150901)。

2 方法与结果

2.1 仪器条件

采用 8800ICP-MS 电感耦合等离子体质谱仪,配 MicroMist 雾化器,石英双通道旋流雾化室,半导体控温 $2.0\ ^\circ\text{C}$; 载气流速 $1.07\ \text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ 、1 500 W 功率; 炬管为石英一体化,2.4 mm 中心通道; 采样锥材料为镍,8 mm 采样深度、He 模式测定,He 气流速 $4.3\ \text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。扫描方式:全定量扫描^[6-7]。

检测器检测元素的种类、内标元素与检测时间见表 1。

表 1 待测元素、内标元素和检测时间表

Tab. 1 Schedule of the elements to be measured, internal standard elements and the detection time

内标元素	待测元素	检测时间/s
钪	锂 铍 钒 铬 锰 钴	1
锗	铜 镓 砷 硒 铷 锶	1
铟	钼 铈 锑 铯 钡	1
铋	汞 铊 铅 铀	1

2.2 溶液的配制

2.2.1 标准曲线使用液的配制 准确移取“1.1”

项下 21 种元素的混合标准溶液(浓度均为 100 ng·mL⁻¹)适量,依次用硝酸(体积分数 5%)溶液逐级稀释至含 21 种金属元素浓度分别为 100, 50, 10, 5, 1, 0.05, 0.0 ng·mL⁻¹的标准曲线系列溶液。同时采用稀释用硝酸(体积分数 5%)作为标准空白溶液^[8]。

2.2.2 内标使用液的配制 取内标溶液 1.0 mL 置于 20 mL 量瓶中,用硝酸(体积分数 5%)稀释至刻度,摇匀,作为内标储备液(铜、铋、锆和钷元素浓度为 500 ng·mL⁻¹),取内标储备液 2.0 mL 置于 50 mL 量瓶中,用硝酸(体积分数 5%)稀释至刻度,摇匀,作为内标使用液(20 ng·mL⁻¹)^[9]。

2.2.3 供试品溶液和空白溶液制备 分别准确称取 3 批鱼肝油各 0.2 g 于 50 mL 离心管中,加入硝酸 5 mL 进行预消解,之后加入 30%双氧水 2 mL,密闭,置超高压微波消解仪中消解,消解完毕后用电热板加热使硝酸挥发,转移管内剩余溶液至 50 mL 量瓶中,加硝酸(体积分数 5%)定容至 50 mL,摇匀,即得。同法制备试剂空白溶液^[10]。

2.3 线性试验

标准曲线的绘制:取“2.2”项下线性标准使用液分别与内标溶液同时进样,进行 ICP-MS 分析。以校准曲线质量浓度为横坐标,计数值(CPS)为纵坐标,绘制校准曲线。镉、铅、砷、钴、钒、铀等 21 种重金属元素在 1~100 ng·mL⁻¹ 内的信号值与浓度线性关系良好。结果见表 2。

2.4 LOD 和定量限(limit of quantitation, LOQ)的测定

取空白溶液进样 20 次,由软件计算出 LOQ 值,计算公式为:仪器 LOD=3×标准偏差/斜率,LOQ=10×标准偏差/斜率。结果见表 2。由此可知 ICP-MS 灵敏度高。

2.5 进样精密度

取 5 ng·mL⁻¹ 标准使用液,连续进样测定 6 次,测定镉、铅、砷、汞、钴、钒、镍等 21 种元素与相应内标元素的比值(*F*),计算进样精密度,结果 RSD 均≤5%。结果见表 3。

2.6 加标回收率和重复性

由于方法学研究样品中的镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 种金属元素残留量接近仪器的定量限,测定结果较易受仪器状态影响,故采用加标的方式考察回收率和重复性。

表 2 方法的检测限和相关系数

Tab. 2 Detection limit and correlation coefficient of the method

元素	检测限/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	定量限/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	相关系数(<i>r</i>)
锂	0.010 0	0.030 0	1.000 0
铍	0.000 1	0.000 3	1.000 0
钪	0.260 0	0.870 0	1.000 0
铬	1.310 0	4.370 0	0.999 9
锰	0.830 0	2.770 0	0.999 5
钴	0.020 0	0.070 0	0.999 5
铜	0.360 0	1.200 0	0.998 6
镓	0.190 0	0.630 0	0.999 2
砷	0.860 0	2.870 0	0.999 6
硒	0.550 0	1.830 0	0.999 1
铷	0.030 0	0.100 0	0.999 9
锶	0.120 0	0.400 0	1.000 0
钼	0.170 0	0.570 0	0.999 4
镉	0.220 0	0.730 0	1.000 0
铈	0.020 0	0.070 0	1.000 0
铈	0.010 0	0.030 0	0.999 5
钡	1.060 0	3.530 0	0.999 8
汞	0.500 0	1.670 0	1.000 0
铊	0.000 2	0.000 7	1.000 0
铅	1.260 0	4.200 0	0.999 8
铀	0.000 1	0.000 3	0.999 9

分别精密称取海力生(批号:150901)鱼肝油样品约 0.2 g 共 9 份于消解罐中,其中 3 份加入标准溶液(含镉、铅、砷、钴、钒、镍等 21 种元素 1 000 ng·mL⁻¹)100 μL 作为低浓度回收样品、另外 3 份加入上述标准溶液 200 μL 作为中浓度回收样品;最后 3 份加入上述标准溶液 400 μL 作为高浓度回收样品。按“2.2.3”项下方法处理,作为回收率供试品溶液。鱼肝油中的镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 中金属元素在不同水平下的回收率和重复性良好,均在 90%~109%,RSD 均<10%,结果见表 4。

2.7 样品中镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 种金属元素残留量测定

将消解完毕的海力生鱼肝油(批号:150901)、双鲸药业鱼肝油(批号:1603042)和星鲨药业鱼肝油(批号:20760504)样品溶液分别注入 ICP-MS,同时引入在线内标溶液、标准和样品同时进行 ICP-MS 分析。每一样品定量需 3 次积分,取平均值。以校准曲线质量浓度为横坐标,计数值(CPS)为纵坐标,绘制校准曲线,由工作站直接计算出供试品溶液的浓度。3 批样品中的镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 种金属元素含量见表 5。

表3 进样精密度(n=6)

Tab. 3 Sampling precision(n=6)

元素	F[CPS(待测元素)/CPS(内标)]						F 平均	RSD/%
锂	0.45	0.45	0.45	0.46	0.45	0.45	0.45	0.90
铍	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00
钒	289.15	289.65	307.02	317.24	316.90	322.67	307.11	4.76
铬	370.66	376.09	397.13	409.50	412.46	417.68	397.25	4.98
锰	1.41	1.33	1.35	1.28	1.30	1.42	1.35	4.23
钴	6.68	6.67	6.60	6.65	6.61	6.34	6.59	1.93
铜	8.21	8.13	8.07	8.13	8.07	7.79	8.07	1.80
镓	1.22	1.21	1.21	1.21	1.20	1.15	1.20	2.11
砷	0.52	0.51	0.51	0.51	0.5	0.48	0.51	2.73
硒	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.00
铷	2.63	2.57	2.42	2.41	2.43	2.44	2.48	3.74
锶	3.44	3.41	3.39	3.40	3.37	3.26	3.38	1.85
钼	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.18	0.19	2.17
镉	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.00
铈	0.25	0.25	0.26	0.27	0.27	0.24	0.26	4.72
铯	0.71	0.72	0.71	0.71	0.70	0.68	0.71	1.96
钡	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	4.15
汞	0.035	0.036	0.036	0.036	0.036	0.035	0.04	1.97
铊	0.69	0.70	0.70	0.69	0.69	0.66	0.69	2.14
铅	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.47	0.49	2.01
铀	0.86	0.86	0.87	0.87	0.86	0.83	0.86	1.71

表4 回收率试验结果

Tab. 4 Results of recovery test

元素	本底/ μg·L ⁻¹	加标 2 μg·L ⁻¹			加标 4 μg·L ⁻¹			加标 8 μg·L ⁻¹		
		测得浓度/ μg·L ⁻¹	平均回 收率/%	RSD/ %	测得浓度/ μg·L ⁻¹	平均回 收率/%	RSD/ %	测得浓度/ μg·L ⁻¹	平均回 收率/%	RSD/ %
锂	0.012 3	1.811	90.00	1.2	4.262	108.16	1.2	8.411	105.06	0.8
铍	0.000 0	2.019	97.46	3.1	3.744	93.09	0.9	7.593	94.64	0.3
钒	0.259 5	2.169	94.63	2.4	3.870	90.86	0.6	7.562	90.96	0.3
铬	1.312 7	3.302	98.05	3.0	5.253	100.42	1.8	8.628	91.19	0.2
锰	0.832 1	2.875	98.89	3.5	4.909	101.10	0.7	8.158	91.51	0.1
钴	0.021 1	1.866	91.99	0.3	3.659	90.39	0.7	7.235	90.60	0.5
铜	0.357 7	2.448	103.08	1.2	4.500	105.65	6.7	8.803	105.75	0.6
镓	0.192 9	2.101	94.15	1.3	3.857	91.84	1.1	7.518	91.44	1.3
砷	0.821 5	2.735	94.05	1.6	4.968	103.97	1.1	8.854	100.84	0.3
硒	0.552 3	2.358	92.23	2.0	3.923	94.22	1.1	9.190	102.92	1.3
铷	0.026 5	1.834	90.69	0.3	3.780	93.92	0.4	7.210	90.83	1.0
锶	0.123 9	2.303	107.12	1.5	3.737	90.31	1.4	7.509	92.46	0.2
钼	0.173 9	2.061	94.23	0.6	3.838	92.83	2.1	7.624	93.66	0.8
镉	0.216 0	2.148	95.20	1.8	3.919	93.55	1.3	7.896	95.43	1.2
铈	0.020 4	1.904	94.90	1.0	3.860	96.08	0.6	7.467	93.74	0.9
铯	0.008 6	1.849	91.20	0.8	3.706	93.05	0.9	7.353	91.16	1.0
钡	1.059 7	2.976	93.95	4.5	4.827	95.69	1.4	8.860	97.67	0.3
汞	0.498 2	2.485	99.66	0.4	4.432	95.97	2.2	8.473	98.99	1.2
铊	0.000 6	2.030	100.25	1.0	4.007	99.01	1.0	8.031	99.96	0.4
铅	0.365 8	2.320	97.26	2.5	4.186	95.96	1.0	9.071	108.51	0.4
铀	0.005 8	1.988	99.72	0.5	3.908	96.66	1.0	7.738	96.65	0.2

表 5 3 批样品中 21 种金属元素残留测定结果

Tab. 5 Results of residue determination of 21 metal elements in the 3 batch of samples $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

元素种类	批号 150901	批号 1603042	批号 20760504
锂	未检出	未检出	未检出
铍	未检出	未检出	0.01
钒	0.06	0.01	0.01
铬	0.33	0.44	0.29
锰	0.21	0.22	0.10
钴	0.01	0.01	未检出
铜	0.09	3.90	未检出
镓	0.05	0.01	0.02
砷	0.22	0.02	0.14
硒	0.14	未检出	0.14
铷	0.01	0.01	0.01
锶	0.03	0.10	0.12
钼	0.04	0.01	0.02
镉	0.05	0.01	0.02
铈	0.01	0.01	0.01
铉	未检出	0.01	未检出
钡	0.26	0.27	0.26
汞	0.12	0.44	0.19
铊	未检出	未检出	未检出
铅	0.32	0.21	0.28
铀	未检出	未检出	未检出

3 讨论

本研究建立了 ICP-MS 测定鱼肝油中镉、铅、砷、汞、钴、钒、铀等 21 种重金属元素的分析方法。由于 ICP-MS 法是以溶液进样为主的测试技术，复杂基质样品的前处理成为影响试验结果的关键问题，而在使用普通单纯加硝酸和使用常压消解时，本底基质消除不理想，故在试样中加入硝酸溶液和 30% 双氧水并采用密闭超高压微波消解技术进行了彻底的物质消解，从而有效地避免了易挥发元素的损失并消除了复杂基质可能带来的检测干扰。在测量前，需对仪器进行调谐，控制仪器灵敏度，氧化物、双电荷等的干扰，空白干扰背景响应值。并应用 Agilent 专利技术——ORS 技术校正了质谱分析过程中的质谱干扰^[11-12]。同时选用 In、Ge、Bi、Sc 等元素为内标混合液校正基体干扰和漂移，且在测量过程中加入了随行质控，实施回测校准，保证了测定结果的准确性。亦进行了相应的方法学研究，其线性、回收率等各项指标均符合要求，故本法可简便、快速、灵敏、准确的测定鱼油中微量重金属元素的残留量。

对一线生产企业所生产的 3 批鱼肝油样品分别进行了测定，21 种重金属元素均控制良好，镉、

铅、砷、汞、钼、钒、铜等金属元素含量均低于 USP41-NF33 中和 ICH_Q3D_STEP4 列出的限度值，说明国内各生产企业生产的鱼肝油均品质良好且生产工艺稳定，无包材相容性风险问题。本研究建立的方法线性、回收率、精密度等各项指标可有效地控制鱼肝油中重金属元素的残留量，并通过对样品中重金属元素进行测定和开展质量评估，保证了人民群众的用药安全；尤其在保障儿童保健补钙用药方面，提供了良好的技术保障。

REFERENCES

- [1] YU W L, WANG Z S, WANG X Q. Determination of selenium and mercury in river snail by hydride generation-atomic fluorescence spectrometry[J]. *Contem Chem Indust(当代化工)*, 2020, 1(49): 204-207.
- [2] XU Z H. Validation of ICP-MS method for determination of multiple elements in food[J]. *Modern Food(现代食品)*, 2020, 15(51): 163-167.
- [3] LIANG W J. Determination of manganese & magnesium in silicon metal by atomic absorption spectrometry[J]. *Chin J Spectrosc Lab(光谱实验室)*, 2020, 2(19): 241-243.
- [4] CHEN G J. Determination of five elements in sodas by coupled plasma mass spectrometry[J]. *Agricult Sci Technol Equip(农业科技与装备)*, 2012, 11(11): 57-60.
- [5] ZHENG F, HU B. Thermo-responsive polymer coated fiber-in-tube capillary microextraction and its application to on-line determination of Co, Ni and Cd by inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS)[J]. *Talanta*, 2011, 85(2): 1166-1173.
- [6] FU L. Determination of heavy metal elements in carboxy methyl cellulose sodium as a food stabilizer by inductively-coupled plasma mass spectrometry with octopole reaction system[J]. *Food Sci(食品科学)*, 2013, 34(10): 268-271.
- [7] XUE Q, SONG Z W, ZHOU X X. Determination of fifteen elements in natural mineral water by coupled plasma mass spectrometry[J]. *Chin J Health Lab Technol(中国卫生检验杂志)*, 2010, 20(10): 2434-2436.
- [8] HERWIG N, STEPHAN K, PANNE U, et al. Multi-element screening in milk and feed by SF-ICP-MS[J]. *Food Chem*, 2011, 124(3): 1223-1230.
- [9] ZHANG J H. Eliminating the memory effect of determining mercury by ICP-MS[J]. *J Jiyuan Vocat Technol Coll(济源职业技术学院学报)*, 2015, 14(2): 23-25.
- [10] WANG Y J, XIE F, LI R H, et al. Determination of five heavy metals in jelly by ICP-MS after sealed digestion [J]. *Guizhou Sci(贵州科学)*, 30(6): 45-47, 2012.
- [11] YANG L S, KE H N, LIU Z P, et al. Application of ICP-MS to the detection of heavy elements in wine[J]. *Guangdong Trace Elem Sci(广东微量元素科学)*, 2013(3): 10-12.
- [12] HE B B, QIAO Q, LI Q. Determination of lead, arsenic and copper in edible oil by ultrawave digestion-ICP-MS[J]. *China Oils and Fats(中国油脂)*, 2018, 43(11): 133-136.

收稿日期: 2020-06-10
(本文责编: 李艳芳)