

基于微波消解的 ICP-OES/ICP-MS 法测定鸡内金中 24 种元素*

张治军¹, 雷超海¹, 李沛¹, 蒋平香¹, 丁香^{2**}

(1. 桂林市食品药品检验所, 桂林 541012; 2. 中国人民解放军第 181 医院药剂科, 桂林 541002)

摘要 目的: 建立电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) - 电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 测定鸡内金中 24 种元素的方法。**方法:** 取样品, 加入硝酸 8 mL 和 30% 过氧化氢 2 mL, 经预消解, 置微波消解仪中经升温消解、冷却、赶酸至液体剩余约 1 mL, 将试样溶液转移至 50 mL 塑料量瓶中, 用水稀释至刻度, 选择合适的分析谱线和观测方式, 以 ICP-OES (射频功率 1.15 kW, 载气流量 12 L·min⁻¹, 雾化器压力 0.23 MPa, 冲洗泵速 50 r·min⁻¹, 分析泵速 50 r·min⁻¹; 积分时间: 短波长 15 s, 长波长 5 s; 样品冲洗时间 30 s) 测定了鸡内金中 Na (钠)、Mg (镁)、P (磷)、S (硫)、K (钾) 和 Ca (钙); 通过选择合适的同位素, 以 Sc (钪)、Ge (锗)、In (铟)、Bi (铋) 为内标溶液消除基体干扰, ICP-MS 用 KED 模式 (碰撞反应池技术) 测定了 Li (锂)、Al (铝)、V (钒)、Cr (铬)、Mn (, 锰)、Fe (铁)、Co (钴)、Ni (镍)、Cu (铜)、Zn (锌)、As (砷)、Rb (铷)、Sr (锶)、Mo (钼)、Cd (镉)、Ba (钡)、Hg (汞) 和 Pb (铅)。**结果:** 各元素的线性良好, 相关系数 $R^2 > 0.999$, ICP-OES 和 ICP-MS 检出限分别在 0.74~10.26 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 0.002~0.098 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 之间, 方法精密度 (RSD) 在 1.8%~8.4% 范围内。利用本方法测定了鸡肉国家标准物质 (GBW10018), 测定值与标准值基本相符。样品测定结果表明: 鸡内金中含量较高的元素有 Na、Mg、P、S、K、Ca、Al、Mn、Fe、Cu 和 Zn 等。**结论:** 本方法适用于鸡内金等动物类中药中多元素的同时测定。

关键词: 鸡内金; 微波消解; 电感耦合等离子体发射光谱; 电感耦合等离子体质谱; 元素

中图分类号: R 917 文献标识码: A 文章编号: 0254-1793(2018)09-1500-07

doi: 10.16155/j.0254-1793.2018.09.06

Determination of 24 elements in chicken gizzard membrane by ICP-OES/ICP-MS based on microwave digestion*

ZHANG Zhi-jun¹, LEI Chao-hai¹, LI Pei¹, JIANG Ping-xiang¹, DING Xiang^{2**}

(1. Guilin Institute for Food and Drug Control, Guilin 541012, China; 2. Pharmacy Department, The No.181 Centre Hospital of the People's Liberation Army, Guilin 541002; China)

Abstract Objective: To establish a method based on inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) and inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) for determination of 24 elements in chicken gizzard membrane. **Methods:** ICP-OES was applied to determine the elements of Na, Mg, P, S, K and Ca by choosing suitable analytical spectral lines and observation mode, the elements (Li, Al, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni,

* 广西食品药品监督管理局科研项目 (桂食药监科评 [2015] 20 号)

** 通信作者 Tel: 13471355527; E-mail: 459021959@qq.com

第一作者 Tel: (0773) 2267161; E-mail: vangaoyi@163.com

Cu, Zn, As, Rb, Sr, Mo, Cd, Ba, Hg and Pb) were determined by ICP-MS, and the matrix effect and the mass spectrum interferences were corrected by selecting the appropriate isotopes, using internal standards (Sc, Ge, In, Bi) and KED mode (collision reaction cell technology). **Results:** Linear correlation coefficients of these elements were better than 0.999. The limits of detection of ICP-OES and ICP-MS were in the range of 0.74–10.26 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ and 0.002–0.098 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, respectively. The precision for this method varied from 1.8% to 8.4%. The established method was applied to determine the certified reference materials of chicken (GBW10018), giving results in consistency with the certified values. The results showed that there were rich Na, Mg, P, S, K, Ca, Al, Mn, Fe, Cu and Zn in chicken gizzard membrane. **Conclusion:** The method is suitable for the determination of multi-elements in traditional Chinese medicine based on animal origin, such as chicken gizzard membrane.

Keywords: chicken gizzard membrane; ICP-OES; ICP-MS; elements

鸡内金为常用中药,始载于《神农本草经》(禽)上品丹雄鸡项下,《中华人民共和国药典》2015年版收载为雉科动物家鸡 *Gallus gallus domesticus* Brisson 的干燥沙囊内壁。具有健胃消食、涩精止遗、通淋化石作用。主要用于食积不消,呕吐泻痢,小儿疳积,遗尿,遗精等^[1]。鸡内金主要成分有氨基酸,但现代医学研究表明,中药中除有机成分能发挥药理药效的作用外^[2-3],微量元素也是决定中药性味或药性的物质基础和关键成分^[4-5],微量元素具有多种多样的生理效应,是构成生命体内许多重要酶的组分。同时,由于环境的污染及某些中药材在生长过程中易于富集有害元素等原因,中药材中重金属含量超标问题并不鲜见^[6-7]。因此建立快速高效的中药材微量元素及重金属元素的检测方法,对于中药现代化具有十分重要的意义。电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES仪)和电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS仪)具有分析速度快、线性范围宽、可多元素同时测定、检出限低等优点,已被广泛地应用于中药中无机元素的分析检测^[8-10],但目前采用ICP-OES和ICP-MS对中药材中元素的分析主要集中在植物类中药上,对动物类中药检测分析的报道并不多。本文以微波消解处理样品,通过选择合适的分析谱线和观测方式,使用内标校正基体干扰、采用KED模式(碰撞反应池技术)消除复杂多原子离子质谱干扰等方式,建立了ICP-OES/ICP-MS法简便快速分析鸡内金中24种元素的方法,为鸡内金进一步的药理药效研究与开发提供科学依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

XS205DU 电子分析天平(Mettler Toledo公司); MARS6 微波消解仪(CEM公司),配恒温加热板; Milli-Q 超纯水机(Millipore公司); iCAP™ 7400Duo 电感耦合等离子体发射光谱仪(赛默飞公司); iCAP Q 电感耦合等离子体质谱仪(赛默飞公司)。

1.2 试剂

鸡肉国家标准物质[GBW 10018(GSB-9),地球物理地球化学勘察研究所]。鸡内金样品于60℃干燥2h,粉碎成粗粉,备用。

硝酸(Trace Metal Grade, Fisher Chemical公司); 30%过氧化氢(优级纯,国药集团化学试剂有限公司); 质谱调谐液(Li、Co、In、U, Thermo Fisher公司); Na、Mg、P、S、K、Ca、Li、Al、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Rb、Sr、Mo、Cd、Ba、Hg和Pb单元素标准溶液(均为1000 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,国家有色金属及电子材料分析测试中心); Sc、Ge、In、Bi内标溶液(均为1000 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,国家有色金属及电子材料分析测试中心)。

2 方法与结果

2.1 仪器工作条件

iCAP 7400Duo 电感耦合等离子体发射光谱仪经光谱仪最佳化后工作条件为:射频功率1.15 kW,载气流量12 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$,辅助气流量0.5 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$,雾化器压力0.23 MPa,冲洗泵速50 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$,分析泵速50 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$;积分时间:短波长15 s,长波长5 s;样品冲洗时间30 s;样品测定次数3次。

iCAP Q 电感耦合等离子体质谱仪使用质谱调谐液对 ICP-MS 仪进行调谐,优化仪器的工作参数,使仪器灵敏度(Li、Co、In、U 的强度)、氧化物(CeO^+/Ce^+)、双电荷($^{137}\text{Ba}^{++}/^{137}\text{Ba}^+$)、分辨率等各项指标达到最佳,仪器工作条件为:射频功率 1.55 kW,采样深度 6.5 mm,等离子体气流量 $16.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,辅助气流量 $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,雾化气流量 $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,He 气流量(KED 模式) $4.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,样品提升速率 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$,积分时间 0.100 s,样品测定次数 3 次。

2.2 溶液的配制

2.2.1 标准溶液及内标溶液 用 2% 硝酸溶液逐级稀释 Na、Mg、P、S、K、Ca 标准溶液至 0、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,稀释 Li、Al、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Rb、Sr、Mo、Cd、Ba 和 Pb 标准溶液至 0、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0、300.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$,稀释 Hg 标准溶液至 0、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$,稀释 Sc、Ge、In、Bi 内标溶液至 $10 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.2.2 供试品溶液 分别准确称量粉碎后鸡内金

样品 0.5 g 于消解罐中,加入硝酸 8 mL 和 30% 过氧化氢 2 mL,放置过夜进行预消解,放入微波消解仪中,按以下程序进行消解:室温至 $130 \text{ }^\circ\text{C}$,升温时间 10 min,保持时间 5 min; $130 \text{ }^\circ\text{C}$ 至 $160 \text{ }^\circ\text{C}$,升温时间 5 min,保持时间 5 min; $160 \text{ }^\circ\text{C}$ 至 $190 \text{ }^\circ\text{C}$,升温时间 5 min,保持时间 20 min。冷却后取出,恒温加热板上 $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 赶酸至液体剩余约 1 mL,将试样溶液转移至 50 mL 塑料量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,即得。同法制备试剂空白溶液。

2.3 标准曲线及检出下限

在 ICP-OES 和 ICP-MS 工作条件下测定标准工作溶液系列,得各元素标准曲线方程及线性相关系数。平行测定样品空白溶液 20 次,按 IUPAC 的方法计算检测下限($3\delta/b$),得到各待测元素的检出限。结果见表 1。表 1 表明,方法的线性关系良好,各线性相关系数不小于 0.999,ICP-OES 检测下限在 $0.74\sim 10.26 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 之间,ICP-MS 检测下限在 $0.002\sim 0.098 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 之间。

表 1 各元素的相关系数和检测下限

Tab. 1 Correlation coefficients and detection limits of the elements

元素 (element)	标准曲线方程 (standard curve equation)	r^2	检测下限 (detection limit) / ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	元素 (element)	标准曲线方程 (standard curve equation)	r^2	检测下限 (detection limit) / ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
Na	$Y=1.744 \times 10^5 X+1.717 \times 10^4$	0.999 5	10.26	Co	$Y=3.895 \times 10^4 X-4.998 \times 10^3$	0.999 5	0.002
Mg	$Y=7.667 \times 10^4 X+7.157 \times 10^3$	0.999 2	0.74	Ni	$Y=1.070 \times 10^4 X-1.749 \times 10^3$	0.999 1	0.024
P	$Y=161.7X-31.3$	0.999 6	7.42	Cu	$Y=3.0573 \times 10^4 X+8.481 \times 10^3$	0.999 5	0.056
S	$Y=401.4X-21.5$	0.999 9	3.74	Zn	$Y=6.394 \times 10^3 X+842.0$	0.999 5	0.098
K	$Y=6.792 \times 10^4 X-9.559 \times 10^3$	0.999 1	2.46	As	$Y=2.429 \times 10^3 X-352.2$	0.999 5	0.029
Ca	$Y=1.497 \times 10^5 X+5.828 \times 10^3$	0.999 7	5.28	Rb	$Y=1.241 \times 10^4 X-1.151 \times 10^3$	0.999 3	0.020
Li	$Y=2.610 \times 10^3 X-27.4$	0.999 4	0.048	Sr	$Y=1.759 \times 10^4 X-2.896 \times 10^3$	0.999 4	0.030
Al	$Y=2.853 \times 10^3 X+255.1$	0.999 3	0.080	Mo	$Y=2.108 \times 10^4 X-321.4$	0.999 2	0.069
V	$Y=1.356 \times 10^4 X-1.724 \times 10^3$	0.999 4	0.006	Cd	$Y=3.5640 \times 10^4 X-4.709 \times 10^3$	0.999 4	0.004
Cr	$Y=2.462 \times 10^4 X-2.127 \times 10^3$	0.999 4	0.012	Ba	$Y=1.295 \times 10^4 X-1.483 \times 10^3$	0.999 1	0.033
Mn	$Y=1.137 \times 10^4 X-860.3$	0.999 6	0.034	Hg	$Y=3.131 \times 10^4 X+445.5$	0.999 3	0.033
Fe	$Y=2.581 \times 10^4 X+8.375 \times 10^3$	0.999 9	0.093	Pb	$Y=3.039 \times 10^5 X+8.250 \times 10^3$	0.999 4	0.014

2.4 国家标准物质的测定

按“2.2.2”项下方法处理鸡肉国家标准物质 [GBW 10018(GSB-9)],并按“2.1”项下条件测定,

测定结果见表 2。鸡肉国家标准物质测定结果与标准参考值基本相符,说明本方法准确可靠,可满足鸡内金中多种元素测定的要求。

表 2 标准物质分析结果 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

Tab. 2 Analytical results of standard material

元素 (element)	标准值 (standard value)	测定值 (determined value)	元素 (element)	标准值 (standard value)	测定值 (determined value)
Na*	1.44 ± 0.09	1.41	Co	(0.010)	0.013
Mg*	1.28 ± 0.10	1.32	Ni	0.15 ± 0.03	0.14
P*	9.6 ± 0.8	9.43	Cu	1.46 ± 0.12	1.43
S*	8.6 ± 0.5	8.67	Zn	26 ± 1	25.4
K*	14.6 ± 0.7	14.51	As	0.109 ± 0.013	0.113
Ca*	0.22 ± 0.02	0.24	Rb	33 ± 2	32.7
Li	0.034 ± 0.007	0.041	Sr	0.64 ± 0.08	0.67
Al	160 ± 30	143.1	Mo	0.11 ± 0.01	0.12
V	(0.06)	0.08	Cd	(0.005)	0.006
Cr	0.59 ± 0.11	0.68	Ba	1.5 ± 0.4	1.43
Mn	1.65 ± 0.07	1.69	Hg	0.0036 ± 0.0015	0.006
Fe	31 ± 3	32.2	Pb	0.11 ± 0.02	0.12

* 含量单位为 $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ (unit of content is $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)

2.5 精密度试验

按“2.2.2”项下方法平行处理 6 份鸡肉国家标准物质 [GBW 10018 (GSB-9)], 并按“2.1”项下条件测定, 计算得各元素的 RSD ($n=6$), 结果见表 3。由表 3 可知, 各元素的 RSD 在 1.8%~8.4% 之间, 表明本方法的精密度良好。

表 3 精密度试验结果 ($n=6$)

Tab. 3 Results of test for precision

元素 (element)	RSD/%	元素 (element)	RSD/%
Na	2.9	Co	5.4
Mg	3.6	Ni	5.2
P	4.7	Cu	6.3
S	4.3	Zn	3.2
K	2.6	As	3.9
Ca	6.5	Rb	2.5
Li	2.8	Sr	2.7
Al	2.6	Mo	5.7
V	4.4	Cd	8.4
Cr	3.0	Ba	1.8
Mn	1.2	Hg	8.2
Fe	4.4	Pb	2.2

2.6 样品测定和结果分析

按“2.2.2”项下方法制备鸡内金供试品溶液, 并按“2.1”项下条件以 ICP-OES 测定鸡内金中 Na、Mg、P、S、K 和 Ca; 以 ICP-MS 测定 Li、Al、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Rb、Sr、Mo、Cd、Ba、Hg 和 Pb, 测定结果见表 4。

从测定结果可知, 鸡内金样品中含有丰富的金属元素, 其中含量较高的依次为 Na、Mg、P、S、K、Ca、Fe、Al、Cu 和 Zn, 其中 Fe、Mg、Zn、Mn 等元素为人体内许多重要酶的组成部分, 并参与各种的生理功能, 鸡内金中富含的这些元素可能与其健胃消食, 涩精止遗, 通淋化石的功效具有一定的关联性。重金属元素中值得注意的是 Cu 含量普遍较高。

某些元素不同批次鸡内金之间的含量差异较大, 如 Al 的含量范围为 34.10~465.61 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Fe 的含量范围为 61.40~479.67 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。可能与养殖过程中的食物和生长环境有关。具体原因及影响因素仍有待进一步研究。

表 4 鸡内金样品分析结果 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

Tab. 4 Analytical results of samples chicken gizzard membrane

元素 (element)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Na*	0.34	0.12	0.13	0.45	0.12	0.13	0.16	0.12	0.32	0.10
Mg*	0.24	0.13	0.17	0.50	0.19	0.19	0.23	0.10	0.20	0.19
P*	1.50	2.47	2.54	2.70	3.72	2.74	3.17	2.81	3.73	4.05
S*	11.47	11.09	11.44	16.62	11.40	11.89	12.91	12.22	17.76	11.96
K*	0.23	0.14	0.19	0.37	0.15	0.23	0.28	0.13	0.24	0.17
Ca*	1.12	0.43	0.76	2.05	1.47	1.58	1.96	1.36	1.49	1.27
Li	0.19	0.19	0.24	0.44	0.31	0.31	0.35	0.24	0.47	0.23
Al	130.72	34.10	69.34	465.61	156.92	152.13	160.39	64.09	324.57	87.29
V	0.52	0.38	0.57	1.39	0.67	0.59	0.63	0.52	0.92	0.48
Cr	0.84	0.51	0.67	4.40	1.06	1.00	1.34	0.60	1.74	1.02
Mn	7.20	3.10	8.45	18.34	18.83	14.28	15.44	13.15	15.49	10.16
Fe	147.34	61.40	100.10	479.67	177.31	135.44	145.94	131.58	424.73	112.37
Co	0.19	0.15	0.15	0.44	0.21	0.20	0.20	0.19	0.29	0.16
Ni	0.43	0.33	0.39	2.31	0.64	0.64	0.84	0.44	0.89	0.53
Cu	52.21	29.90	46.51	27.31	54.16	43.63	48.60	39.56	31.21	47.34
Zn	12.62	16.47	15.05	17.15	20.15	23.49	23.47	20.36	14.18	16.95
As	0.37	3.15	0.24	1.07	0.28	0.26	0.30	1.04	0.32	0.28
Rb	0.90	0.33	1.05	1.34	0.87	1.18	1.33	0.61	1.24	0.93
Sr	6.75	0.39	1.70	7.72	5.11	5.00	6.15	3.63	4.91	4.28
Mo	0.60	0.88	0.73	0.50	0.51	0.36	0.36	0.59	0.82	0.55
Cd	0.34	0.18	0.29	0.22	0.28	0.25	0.26	0.29	0.19	0.23
Ba	1.70	0.55	1.48	5.19	2.83	2.99	2.83	1.47	3.76	1.92
Hg	0.03	0.03	0.04	0.06	0.05	0.03	0.03	0.01	0.02	0.01
Pb	0.60	0.55	0.52	0.98	0.60	0.91	0.92	0.76	0.79	0.60

* 含量单位为 $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ (unit of content is $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)

3 讨论

3.1 分析线和同位素的选择

选择合适的分析线从而避免光谱干扰,是 ICP-OES 最简单实用的消除光谱干扰的方法。在 ICP-OES 分析中,待测元素分析线应具有较高的灵敏度,并免受其他谱线的光谱干扰。故本实验中对各个待测元素选取 2~3 条谱线进行测定,综合分析强度、干扰情况及稳定性,选择谱线干扰少、灵敏度高的分析线,并选择相应的观测方式。结果见表 5。在 ICP-

MS 中,同质异位素干扰是试样中与分析离子质量相同的其他元素的同位素引起的质谱重叠干扰,如 ^{50}Cr 会受到 ^{50}Ti 和 ^{50}V 的干扰及 ^{48}Ti 会受到 ^{48}Ca 的干扰等,因此选择合适的同位素是获得准确分析结果的关键。实际工作中一般按丰度大、干扰小、灵敏度高的原则来选择同位素。选择的各待测元素同位素为: ^7Li 、 ^{27}Al 、 ^{51}V 、 ^{52}Cr 、 ^{55}Mn 、 ^{56}Fe 、 ^{59}Co 、 ^{60}Ni 、 ^{63}Cu 、 ^{66}Zn 、 ^{75}As 、 ^{85}Rb 、 ^{88}Sr 、 ^{95}Mo 、 ^{111}Cd 、 ^{138}Ba 、 ^{202}Hg 、 ^{208}Pb 。

表 5 各元素分析线

Tab. 5 Analytical spectral lines of each element

元素 (element)	分析谱线 (analytical spectral line)/nm	观测方式 (observation mode)
Na	589.592	垂直观测 (vertical observation)
Mg	279.553	垂直观测 (vertical observation)
P	177.495	水平观测 (horizontal observation)
S	180.731	水平观测 (horizontal observation)
K	766.490	水平观测 (horizontal observation)
Ca	393.366	垂直观测 (vertical observation)

3.2 ICP-MS 干扰及校正

ICP-MS 在测量时会产生基体效应,通过加入内标元素可有效地监控和校正分析信号的短期和长期漂移,并对基体效应具有明显的补偿作用。内标元素应在样品中含量极低,且电离能与待测元素接近,本实验选择 $10 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 Sc、Ge、In、Bi 混合内标溶液,三通管在线加入进行校正。

ICP-MS 分析中的质谱干扰主要有同质异位素干扰、多原子离子干扰、双电荷离子干扰。常用的 ICP-MS 消除质谱干扰的方法有同位素稀释、化学沉淀、流动注射、电热蒸发和校正方程法等^[11-15],这些方法操作复杂,且容易引入新的污染或干扰。碰撞反应池技术的引入是解决 ICP-MS 质谱干扰问题的一个重要突破,本实验采用碰撞反应池技术的 KED 模式消除质谱干扰。KED 模式操作简单,且对干扰类型没有特定的选择性,不同基体的样品均可采用同一条件来消除干扰,从而被广泛应用于消除复杂基体样品的质谱干扰^[16-17]。

3.3 小结

鸡内金样品经硝酸-过氧化氢微波消解后,以 ICP-OES 测定了其中 Na、Mg、P、S、K 和 Ca,以 ICP-MS 的 KED 模式(碰撞反应池技术)测定了 Li、Al、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Rb、Sr、Mo、Cd、Ba、Hg 和 Pb。将本方法用于鸡肉国家标准物质的测定,结果与标准值基本相符。试验结果表明,本方法操作简单,分析速度快,灵敏度高,准确性好,

适用于鸡内金等动物类中药材中多元素的同时测定分析。

参考文献

- [1] 中华人民共和国药典 2015 年版.一部[S]. 2015: 193
ChP 2015. Vol I [S]. 2015: 193
- [2] 李晔,王继红,亚雄. 重楼提取液对人结肠癌 SW480 细胞增殖的影响及其作用机制[J]. 中国生物制品学杂志, 2010, 23(6): 619
LI X, WANG JH, YA X. Effect of paridis extract on proliferation of human colon cancer sw480 cells and mechanism of the effect[J]. Chin J Biol, 2010, 23(6): 619
- [3] 何帅兵,张百霞,王慧慧,等. 基于“中药作用机理辅助解析系统”的丹参治疗心血管疾病作用机制解析[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(19): 3713
HE SB, ZHANG BX, WANG HH, et al. Study on mechanism of *Salvia miltiorrhiza* treating cardiovascular disease through auxiliary mechanism elucidation system for Chinese medicine[J]. China J Chin Mater Med, 2015, 40(19): 3713
- [4] 赵军,金日光,罗璐. 8 味抗艾滋病中药的性味与微量元素的相关性[J]. 北京化工大学学报(自然科学版), 2007, 34(5): 467
ZHAO J, JIN RG, LUO L. 8 flavour anti-hiv medicine tastes and trace elements of relevance[J]. J Beijing Univ Chem Technol (Nat Sci Ed), 2007, 34(5): 467
- [5] 周蓓,武喧,蒋勇,等. 重庆产青蒿药材中微量元素与有效成分含量评价及其相关性分析[J]. 西南大学学报(自然科学版), 2013, 35(10): 159
ZHOU B, WU X, JIANG Y, et al. Contents of nutrient elements and active ingredients in the medicinal material *Artemisia annua* produced in Youyang, Chongqing and their correlation analysis[J]. J Southwest Univ (Nat Sci Ed), 2013, 35(10): 159
- [6] 韩小丽,张小波,郭兰萍,等. 中药材重金属污染现状的统计分析[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(18): 2041
HAN XL, ZHANG XB, GUO LP, et al. Statistical analysis of residues of heavy metals in Chinese crude drugs[J]. China J Chin Mater Med, 2008, 33(18): 2041
- [7] 赵连华,杨银慧,胡一晨,等. 我国中药材中重金属污染现状分析及对策研究[J]. 中草药, 2014, 45(9): 1199
ZHAO LH, YANG YH, HU YC, et al. Current situation analysis and countermeasures on contamination of heavy metal in traditional Chinese medicinal materials in China[J]. Chin Tradit Herb Drugs, 2014, 45(9): 1199
- [8] 陈福北,刘辉庭,黄巧燕,等. 微波消解 ICP-MS/ICP-AES 法测定广藿香中 24 种无机元素[J]. 食品科技, 2011, 36(10): 259
CHEN FB, LIU HT, HUANG QY, et al. Determination of 24 inorganic elements in *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth. by ICP-MS/ICP-AES with microwave digestion[J]. Food Sci Technol, 2011, 36(10): 259
- [9] 刘威,王振中,胡军华,等. 基于 ICP-MS 法对桂枝中 24 种微量元素测定及形态分析和量变规律研究[J]. 药物分析杂志,

- 2016, 36(10): 1745
- LIU W, WANG ZZ, HU JH, *et al.* Speciation analysis and content variation of 24 trace elements in *Ramulus Cinnamomi* by ICP-MS [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2016, 36(10): 1745
- [10] 杨雁芳, 张友波, 杨秀伟. 基于微波消解的 ICP-OES 和 ICP-MS 法测定中药独活中的 24 种微量元素 [J]. *药物分析杂志*, 2016, 36(11): 2004
- YANG YF, ZHANG YB, YANG XW. Simultaneous determination of 24 trace elements of *Angelicae Pubescentis Radix* by ICP-OES and ICP-MS methods based on the microwave digestion [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2016, 36(11): 2004
- [11] 万渝平, 潘红红, 洗燕萍, 等. 同位素稀释电感耦合等离子体质谱法测定食品中的碘 [J]. *现代食品科技*, 2013, 29(10): 2528
- WAN YP, PAN HH, XIAN YP, *et al.* Determination of iodine in food by isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2013, 29(10): 2528
- [12] 倪张林, 汤富彬, 屈明华, 等. 磷酸铵沉淀-DRC-ICP-MS 法测定菜籽油中的微量硫 [J]. *分析试验室*, 2014, 33(3): 325
- NI ZL, TANG FB, QU MH, *et al.* Determination of sulphur in rapeseed oil by DRC-ICP-MS with an ammonium phosphate precipitation method [J]. *Chin J Anal Lab*, 2014, 33(3): 325
- [13] 王琛, 赵永刚, 张继龙, 等. 流动注射-电感耦合等离子体质谱联用分析土壤样品中的铀 [J]. *质谱学报*, 2010, 31(1): 34
- WANG C, ZHAO YG, ZHANG JL, *et al.* Determination of uranium in soil samples by flow injection-ICP-MS [J]. *J Chin Mass Spectrom Soc*, 2010, 31(1): 34
- [14] 王樊, 何蔓, 陈贝贝, 等. 二氧化钛涂覆中空纤维膜微萃取-电热蒸发-电感耦合等离子体质谱分析环境样品中痕量重金属 [J]. *分析化学*, 2015, 43(9): 1313
- WANG F, HE M, CHEN BB, *et al.* TiO₂-coated hollow fiber micro-extraction combined with electrothermal vaporization-inductively coupled plasma mass spectrometry for trace elements analysis in environmental water samples [J]. *Chin J Anal Chem*, 2015, 43(9): 1313
- [15] 陆美斌, 王步军, 李静梅, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定谷物中重金属含量的方法研究 [J]. *光谱学与光谱分析*, 2012, 32(8): 2234
- LU MB, WANG BJ, LI JM, *et al.* Research of heavy metals determination in cereals by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2012, 32(8): 2234
- [16] 孙耀帆, 李群, 江志刚, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定花生中 34 种元素 [J]. *分析试验室*, 2012, 31(6): 108
- SUN YF, LI Q, JIANG ZG, *et al.* Study on determination of 34 elements in peanuts by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2012, 31(6): 108
- [17] 吴训, 江永红. ICP-MS 法测定动物肝脏中重金属元素的含量 [J]. *食品研究与开发*, 2016, 37(18): 136
- WU X, JIANG YH. Determination of heavy elements in animal liver by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Food Res Dev*, 2016, 37(18): 136

(本文于 2018 年 6 月 25 日修改回)