DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20260529001
引用格式: 籍术良, 王芳, 王建国, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定芹菜粉中 25 种元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(15): 144–150.
Ji Shuliang, Wang Fang, Wang Jianguo, et al. Simultaneous determination of 25 kinds of elements in *Apium graveolens* powder by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(15): 144–150. (in Chinese with English abstract).

微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定芹菜粉中 25 种元素

籍术良[1], 王　芳[1], 王建国[1], 毕小艺[1], 吴　云[1], 雷　凯[1], 赵春艳[2*]
(1. 北京市通州区疾病预防控制中心, 北京　101100; 2. 北京市通州区徐辛庄卫生院, 北京　101119)

摘　要: 目的　建立并验证微波消解-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)同时测定芹菜粉中 25 种元素的分析方法, 并通过国家食品安全风险监测的质控考核(测试样品), 评估方法的实际应用能力。**方法**　样品经微波消解处理, 采用 ICP-MS 法在碰撞反应池模式下测定, 在线内标校正基体干扰。考察方法的线性范围、检出限、精密度与准确度。利用各参试实验室 Pb、Cd、Hg、Ni 的质控考核结果, 采用 *Z* 比分数法进行能力评估。**结果**　25 种元素在各自浓度范围内线性关系良好, *r* 均不小于 0.999, 检出限为 0.0001~0.4000 mg/kg, 定量限为 0.00029~1.40000 mg/kg。芹菜叶标准物质 6 次平行测定的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 0.4%~9.9%, 测定值均在不确定度范围内。本研究考核|*Z*|值分别为: Pb: 2、Cd: 0.11、Hg: 0.86、Ni: 0, 全部获得满意评价。与其他参试实验室相比, 本研究 Pb 的 *Z* 值处于边界, Cd、Hg、Ni 的|*Z*|值均小于 1, 表现优异。**结论**　本方法灵敏度高、准确度好、重现性优, 可满足芹菜等基质的多元素同时测定的要求。方法对 Al 元素测定存在已知局限, 需采用氢氟酸辅助消解才能测定总 Al。该方法为食品安全监测提供了可靠的技术支持。

关键词: 微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 多元素测定; 方法验证; 质控考核
中图分类号: TS255.7　　**文献识别码:** A　　**文章编号:** 2095–0381(2026)15–0144–07

Simultaneous determination of 25 kinds of elements in *Apium graveolens* powder by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

JI Shu-Liang[1], WANG Fang[1], WANG Jian-Guo[1], BI Xiao-Yi[1], WU Yun[1], LEI Kai[1], ZHAO Chun-Yan[2*]
(1. *Beijing Tongzhou District Center for Disease Control and Prevention*, *Beijing* 101100, *China*; 2. *Beijing Tongzhou Xuxinzhuang Hospital*, *Beijing* 101119, *China*)

收稿日期: 2026-05-29
基金项目: 北京市卫生系统高层次卫生技术人才队伍建设专项(学科骨干-3-043)
第一作者: 籍术良(1981—), 男, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全检测、卫生学检验技术。E-mail: 563318861@qq.com
***通信作者:** 赵春艳(1982—), 女, 硕士, 主任医师, 主要研究方向为疾病预防控制工作。E-mail: 7485955@qq.com

ABSTRACT: Objective　To establish an analytical method for the simultaneous determination of 25 kinds of elements in *Apium graveolens* powder using microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), and evaluate the practical application capability of the method through quality control assessment (test samples) conducted by the national food safety risk monitoring. **Methods**　The samples were subjected to microwave digestion treatment and measured using the ICP-MS method in collision reaction cell mode, with matrix interference corrected by online internal standard. The linear range, limit of detection, precision and accuracy of the method were investigated. Utilizing the quality control assessment results of Pb, Cd, Hg and Ni from each participating laboratory, the proficiency was evaluated using the *Z*-score method. **Results**　The 25 kinds of elements exhibited good linear relationships within their respective concentration ranges, with *r* no less than 0.999. The limits of detection ranged from 0.0001 mg/kg to 0.4000 mg/kg, while the limits of quantitation spanned from 0.00029 mg/kg to 1.40000 mg/kg. For the *Apium graveolens* leaf reference material, the relative standard deviation (RSD) of 6 parallel measurements ranged from 0.4% to 9.9%, and all measured values fell within the uncertainty range. The assessment |*Z*| values for our laboratory were as follows: Pb: 2, Cd: 0.11, Hg: 0.86 and Ni: 0. All received satisfactory evaluations. Compared to other participating laboratories, our laboratory's lead *Z* value was at the borderline, while the |*Z*| absolute values of cadmium, mercury and nickel were all less than 1, indicating excellent performance. **Conclusion**　This method has high sensitivity, good accuracy and good reproducibility, and can meet the requirements of simultaneous determination of multiple elements in *Apium graveolens* and other substrates. The method has known limitations for the determination of aluminum, and it needs hydrofluoric acid assisted digestion to determine total aluminum. This method provides reliable technical support for food safety monitoring.

KEY WORDS: microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; multi-element determination; method validation; quality control assessment

0　引　言

食品中多元素的同步测定是食品安全风险监测的重要组成部分[1–4]。芹菜作为全球广泛种植和消费的叶菜类蔬菜, 不仅富含 K、Ca、Mg、Fe 等必需元素, 同时也因根系对土壤中重金属具有较强的富集能力, 可能蓄积 Pb、Cd、Hg、As 等有害元素, 成为膳食暴露评估的重点关注对象[5–6]。国内外研究表明, 芹菜对 Cd、Pb、Zn 等重金属的富集能力在常见叶菜中处于较高水平, 其对 Cd 的富集系数显著高于莴笋、菜薹等茎菜类蔬菜; 在重金属复合污染条件下, 芹菜根和叶中重金属含量随土壤中外源添加量增大而升高, 富集能力顺序为 Cd>Zn>Pb, 迁移能力顺序为 Zn>Cd>Pb[7]。不同产区芹菜中元素含量差异显著, 其污染水平与土壤背景、施肥方式及灌溉水质密切相关[8]。值得注意的是, 芹菜不同食用部位的元素分布存在明显差异, 叶片中 K、Ca、Zn、Mg 等元素的含量远高于茎部, 而重金属(如 Pb、As)在芹菜茎内部也有大量累积[9]。因此, 建立一种适用于芹菜基质的高通量、高灵敏度多元素同步检测方法, 对于准确评估其营养与安全品质具有重要现实意义[10]。

目前, 芹菜中元素的测定多采用原子吸收光谱法或电感耦合等离子体发射光谱法, 但这些方法或耗时较长, 或难以同时满足痕量元素与常量元素的同步分析需求[11–14]。近年来, 电感耦合等离子体质谱(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)技术已逐步应用于芹菜的元素分析。有研究者采用 ICP-MS 测定了 5 种芹菜不同部位的 9 种元素, 发现芹菜中 K、Na、Ca、Mg 含量较高; 也有研究利用 ICP-MS 建立了农产品中 6 种痕量元素的测定方法。此外, ICP-MS 还被用于分析不同芹菜叶片、茎和种子中的宏量及微量元素含量[15–19]。然而, 芹菜富含纤维素和有机酸, 消解不彻底易导致基体干扰, 且不同元素的质谱干扰需通过碰撞反应池和内标校正加以克服[20–22]。目前虽有文献报道了蔬菜中多元素的 ICP-MS 测定方法, 但针对芹菜粉基质进行系统方法学验证, 并联合质控考核与实验室间比对来评估方法实际应用能力的研究仍较有限。基于此, 本研究在优化微波消解条件和 ICP-MS 参数的基础上, 系统考察了方法的线性、检出限、精密度和准确度, 并结合国家食品安全风险监测的质控考核及多家参试实验室的横向比对数据, 利用 *Z* 比分数法客观评价方法的实际应用效能[23–26]。同时, 针对芹菜叶标准物质中 Al 测定值偏低的现象, 探讨了硝酸消解体系的局限性及改进方向, 为芹菜及其他类似基质中多元素的常规监测提供可靠的技术支撑[27–30]。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 8800电感耦合等离子体质谱仪(美国安捷伦科技有限公司); MARS6 密闭微波消解仪(美国 CEM 公司); 09C20 赶酸仪(上海博通化学科技有限公司); BS323S 千分之一分析天平(德国赛多利斯公司)。

硝酸(65%, 优级纯, 德国默克公司); 实验用水为超纯水(电阻率 18.2 MΩ·cm): 单元素标准溶液: K、Na、Mg、Ca、Fe(质量浓度 1000 μg/mL, 中国计量科学研究院); Hg(质量浓度 100 μg/mL, 中国计量科学研究院); 多元素混合标准溶液(GNM-M259345-2013, 含 Al、As、B、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Rb、Sb、Se、Sn、Sr、V、Zn)[质量浓度 100 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心国标(北京)检验认证有限公司]; 内标储备液(5191-4570, 含 Bi、Ge、In、Lu、Rh、Sc)(质量浓度 100 μg/mL, 美国安捷伦有限公司); 有证标准物质: 芹菜叶(GBW10048a)、柑橘叶(GSB-11a)(中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所)。

1.2 标准工作溶液配制

标准使用液: K、Na、Mg、Ca、Fe 的质量浓度为 50.0 μg/mL; Li、B、Al、Mn、Cu、Zn、Sr、Ba、Sn、Rb、V、Cr、Co、Ni、As、Se、Mo、Cd、Sb、Pb 的质量浓度为 500 ng/mL; Hg 的质量浓度为 10.0 μg/mL。

标准系列: K、Na、Mg、Ca、Fe 质量浓度为 0~50.0 μg/mL; Li、B、Al、Mn、Cu、Zn、Sr、Ba、Sn、Rb 质量浓度为 0~500 ng/mL; V、Cr、Co、Ni、As、Se、Mo、Cd、Sb、Pb 质量浓度为 0~100 ng/mL; Hg 质量浓度为 0~2.0 ng/mL(现用现配)。内标溶液(1.0 μg/mL)在线引入。

1.3 样品前处理

称取粉碎均匀的芹菜粉样品 0.5 g 于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 6 mL 硝酸, 加盖放置过夜。旋紧罐盖, 按以下程序进行微波消解: 120 ℃保持 5 min, 160 ℃保持 10 min, 190 ℃保持 25 min, 功率 1600 W。消解结束后冷却至室温, 缓慢排气, 将消解罐置于赶酸装置上 120 ℃赶酸至近干, 用超纯水将消解液转移定容至 25 mL, 混匀离心后取上清液待测。同时制备 2 个试剂空白。本研究未使用氢氟酸, 因此不能完全消解 Al 硅酸盐。如需测定总 Al, 应在消解体系中加入 0.5 mL 氢氟酸, 并额外进行赶酸处理。

1.4 ICP-MS 工作条件

射频功率 1550 W; 等离子体气流量 15.0 L/min; 载气流量 1.0 L/min; 辅助气流量 0.9 L/min; 采样深度 8 mm; 雾化室温度 2 ℃; 碰撞气为氦气(4.0 mL/min)。采集模式为跳峰, 重复 3 次。

1.5 方法学验证指标

考察线性关系与相关系数。检出限和定量限: 连续测定 10 次全程空白溶液, 以 3 倍和 10 倍标准偏差除以斜率计算。精密度: 对芹菜叶标准物质 6 次平行测定, 计算相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。准确度: 测定标准物质, 比较测定值与证书标准值。质控考核: 依据 *Z* 比分数法, 计算公式为: *Z*=(测定值–标准值)/评价标准差, *Z* 的绝对值大于 2 为满意。

1.6 质控考核方案

本研究参加国家食品安全风险监测质控考核(测试样品), 测定 Pb、Cd、Hg、Ni 4 种元素, 同时收集其他参试实验室的考核结果。

1.7 数据处理

使用 Excel 2019 版对测定数据进行计算及统计, 精密度以 6 次平行测定的相对标准偏差表示, 不逐一列出单次测定值。

2 结果与分析

2.1 方法优化

2.1.1 微波消解条件优化

考察了 120、160、190 ℃, 保持时间 25 min 组合对芹菜粉消解效果的影响。以消解液澄清透明、无可见残渣为指标, 并兼顾仪器安全。最终确定 190 ℃保持 25 min, 功率 1600 W, 该条件下样品消解完全, 无残留。

2.1.2 碰撞池条件优化

以 Co、Y、Tl 混合调谐液优化氦气碰撞气流量。当氦气流量为 4.0 mL/min 时, 多原子离子干扰(如 $^{40}Ar^{16}O^{+}$对 $^{56}Fe^{+}$、$^{40}Ar^{35}Cl^{+}$对 $^{75}As^{+}$)得到有效抑制, 同时保持目标元素灵敏度不低于无碰撞模式的 80%。最终确定碰撞气流量为 4.0 mL/min。

2.1.3 内标元素的选择

比较 Sc、Ge、Rh、In、Bi 等内标对 25 种元素的基体效应校正效果。依据各元素质量数与内标接近且不受样品中天然含量显著影响的原则, 确定最终匹配方案为: Li、B、Na、Mg、Al、K、Ca 采用 Sc 校正; V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se 采用 Ge 校正; Rb、Sr、Mo、Cd、Sn、Sb、Ba 采用 Rh 或 In 校正; Hg、Pb 采用 Bi 校正。该方案下内标回收率稳定在 80%~120%之间。

2.2 方法学验证

2.2.1 线性范围、检出限与定量限

25 种元素的标准曲线相关系数均不小于 0.999, 线性关系良好。各元素的检出限和定量限见表 1。常量元素 K、Na、Ca、Mg、Fe 的检出限为 0.0020~0.4000 mg/kg, 痕量有害元素 As、Cd、Hg、Pb 的检出限低至 0.0001~0.0010 mg/kg, 能够满足 GB 2762—2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》对食品中污染物限量的检测要求。Cd 的检出限最

低, 体现了 ICP-MS 在超痕量分析中的优势。

2.2.2　精密度与准确度

称取芹菜叶标准物质, 测定 6 次, 结果见表 2。各元素 RSD 为 0.4%~9.9%, Mo 的 RSD 最低, Li 最高, 低含量元素 Hg、Se 的 RSD 均小于 10%, 满足痕量分析要求。以柑橘叶标准物质进一步验证, 结果见表 3, 测定值均在证书标准值不确定度范围内, 表明方法具有良好的准确度, 且方法对不同基质的适应性良好。

2.2.3　质控考核与实验室间比对

本研究考核结果: 本研究参加国家食品安全风险监测质控考核, 测定 Pb、Cd、Hg、Ni, 结果及 *Z* 值见表 4。4 种元素的|*Z*|≤2, 全部获得满意评价。Pb 的 *Z* 值等于 2, 处于满意边界, 提示痕量 Pb 测定仍需关注污染控制和基体干扰; Cd 和 Ni 的测定值与标准值吻合; Hg 在低含量水平下表现良好, 验证了赶酸温度控制和“现用现配”质控措施的有效性。

与其他参试实验室的比较: 收集 17 家参试实验室的质控考核数据, 统计各元素的 *Z* 值分布及通过率, 结果见表 5。本研究 4 种元素全部通过, 优于总体平均通过率。Cd、Ni 测定表现突出, Pb 处于边界但优于多数实验室, 进一步证明了方法的稳健性。

2.2.4　方法局限性: 芹菜叶标准物质中铝测定值偏低的讨论

在本研究准确度验证中, 芹菜叶标准物质中 Al 的测定值为 143 mg/kg, 低于证书值(400±70) mg/kg。分析认为, 植物性样品中部分 Al 以稳定的铝硅酸盐形式存在, 本研究所采用的硝酸微波消解体系无法破坏此类硅酸盐, 导致测定结果偏低。该现象属于方法在特定基质上的已知局限。若需准确测定植物样品中的总 Al, 建议在消解体系中加入 0.5 mL 氢氟酸, 并额外进行赶酸处理。

表 1　线性范围、相关系数、检出限和定量限(*n*=10)

Table 1　Linear range, correlation coefficient, limit of detection and limit of quantitation (*n*=10)

元素	线性范围	相关系数	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
Li	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0040
B	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0100	0.0300
Na	0~50.0 μg/mL	0.999	0.1000	0.4000
Mg	0~50.0 μg/mL	0.999	0.1000	0.2000
Al	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0200	0.0800
K	0~50.0 μg/mL	0.999	0.4000	1.4000
Ca	0~50.0 μg/mL	0.999	0.4000	1.3000
V	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0020
Cr	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0020	0.0070
Mn	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0050
Fe	0~50.0 μg/mL	0.999	0.0020	0.0060
Co	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0020
Ni	0~100.0 ng/mL	1.000	0.0010	0.0030
Cu	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0030	0.0100
Zn	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0200	0.0700
As	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0002	0.0008
Se	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0040	0.0100
Rb	0~500.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0030
Sr	0~500.0 ng/mL	1.000	0.0100	0.0200
Mo	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0004	0.0010
Cd	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0001	0.0003
Sn	0~500.0 ng/mL	1.000	0.0010	0.0050
Sb	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0003	0.0009
Ba	0~500.0 ng/mL	1.000	0.0020	0.0070
Hg	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0002	0.0006
Pb	0~100.0 ng/mL	0.999	0.0010	0.0030

注: 计算公式为: 检出限=3SD/B, 定量限=10SD/B, SD 为 10 次全程空白测定的标准偏差, B 为校准曲线斜率。

表 2　芹菜叶标准物质的精密度和准确度试验结果(*n*=6)

Table 2　Precision and accuracy test results of *Apium graveolens* leaf reference material (*n*=6)

元素	平均值/(mg/kg)	RSDs/%	标准值/(mg/kg)	元素	平均值/(mg/kg)	RSDs/%	标准值/(mg/kg)
Li	0.813	9.9	0.840±0.150	Cu	5.86	1.4	6.30±0.70
B	34.6	3.8	37.0±3.0	Zn	24.2	2.1	26.0±3.0
Na	1.97×10^4	3.4	1.70×10^4±3000.00	As	0.12	2.3	0.13±0.02
Mg	3.81×10^3	4.3	3.70×10^3±200.00	Se	0.0555	5.2	0.0630±0.0220
Al	143	3.0	400±70	Rb	4.73	1.4	5.20±0.50
K	1.22×10^4	1.4	1.25×10^4±800.00	Sr	89.2	1.1	94.0±6.0
Ca	9.50×10^3	2.0	9.30×10^3±400.00	Mo	0.372	0.4	0.400±0.030
V	0.24	1.6	0.28±0.04	Cd	0.167	5.1	0.160±0.020
Cr	0.66	3.4	0.73±0.11	Sn	0.0344	4.9	(0.03)*
Mn	33.7	4.0	33.0±3.0	Sb	0.0293	3.8	0.0300±0.0060
Fe	128	3.4	130±10	Ba	9.09	2.7	9.30±0.70
Co	0.0518	4.3	0.0600±0.0100	Hg	0.0102	5.4	0.0113±0.0019
Ni	0.692	2.3	0.780±0.10	Pb	0.158	2.2	0.190±0.040

注: *表示为参考值; 证书中标准值单位全部转换为 mg/kg; 平均值≥100 保留整数, 10≤数值<100 保留 1 位小数, 数值<10 保留 3 位小数。

表 3 柑橘叶标准物质试验结果
Table 3 Test results of citrus leaf reference material

元素	测定值/(mg/kg)	柑橘叶/(mg/kg)	元素	测定值/(mg/kg)	柑橘叶/(mg/kg)
As	0.589	0.580±0.070	Mo	0.0762	0.0900±0.0200
B	38	36±3	Na	131	120±20
Ba	213	200±20	Ni	6.32	7.10±0.70
Ca	3.62×10^4	3.60×10^4±2000.00	Pb	2.64	2.40±0.40
Cd	0.0596	0.0580±0.0070	Rb	5.45	5.80±0.70
Co	0.264	0.300±0.040	Sb	0.106	0.120±0.020
Cr	1.19	1.20±0.20	Se	0.385	0.360±0.050
Cu	4.42	4.60±0.50	Sn	0.224	0.190±0.050
Fe	501	480±50	Sr	167	150±20
K	7.60×10^3	8.10×10^3±900.00	V	0.964	0.980±0.150
Li	1.27	1.30±0.20	Zn	23.3	23.0±3.0
Mg	3.20×10^3	3.20×10^3±200.00	Hg	0.121	0.130±0.020
Mn	142	140±10			

注: 证书中标准值单位全部转换为 mg/kg。

表 4 本研究质控考核结果
Table 4 Quality control assessment results of this study

元素	测定值/(mg/kg)	标准值/(mg/kg)	评价标准差	*Z* 值	评价
Pb	0.180	0.120	0.028	2.00	满意
Cd	0.069	0.071	0.018	–0.11	满意
Hg	0.028	0.022	0.007	0.86	满意
Ni	0.940	0.940	0.188	0	满意

2.3 实际样品测定

应用本方法对实际样品进行 25 种元素测定, 每个样品平行测定, 结果见表 6。常量元素 K、Ca、Na、Mg、Fe 含量较高; 微量元素 Zn、Mn、Ba 等处于正常水平; 有害元素 Pb、Cd、As、Hg 均低于 GB 2762—2022 中蔬菜类食品的污染物限量标准。在重复条件下两次独立测定结果相对相差, 所有元素平行测定相对相差均小于等于 10.0%, 方法重复性良好。

表 5 实验室质控考核 *Z* 值分布统计
Table 5 Statistics of *Z*-value distribution for laboratory quality control assessment

元素	*Z* 值范围	满意实验室数(|*Z*|≤2)	通过率/%	本研究排名
Pb	–1.16~9.41	12	70.6	第 8 位
Cd	–2.00~0.64	16	94.1	第 5 位
Hg	–2.26~9.81	12	70.6	第 7 位
Ni	–1.24~4.68	14	82.4	第 1 位

表 6 实际样品检测结果
Table 6 Test results of actual sample

元素	结果/(mg/kg)	不确定度/(mg/kg)	相对相差/%	元素	结果/(mg/kg)	不确定度/(mg/kg)	相对相差/%
Ba	6.8400	0.10600	2.0	Na	1.24×10^4	354.00000	4.0
V	2.4200	0.03540	2.0	Ni	3.0200	0.13400	6.0
Ca	1.38×10^4	141.00000	1.0	B	19.3000	0.28300	2.0
Cd	1.0800	0.02120	3.0	Pb	0.9390	0.00707	1.0
Cr	7.3800	0.14800	3.0	Rb	5.7200	0.06360	2.0
Hg	0.0292	0.00134	6.0	As	0.3400	0.01130	5.0
Co	0.4460	0.00919	3.0	Sr	24.6000	0.49500	3.0
K	5.00×10^4	636.00000	2.0	Sb	0.0516	0.00339	9.0
Li	4.3300	0.01410	0.5	Fe	1.08×10^3	28.30000	4.0
Al	1.36×10^3	49.50000	5.0	Cu	6.4400	0.47400	10.0
Mg	3.52×10^3	77.80000	3.0	Se	0.1000	0.00113	2.0
Mn	214.0000	3.540000	2.0	Sn	0.1380	0.00495	5.0
Mo	0.0983	0.00523	8.0	Zn	103.0000	2.83000	4.0

注: 不确定度是测量重复性的标准偏差。

3　结论与讨论

本研究建立的微波消解-ICP-MS 法实现了芹菜粉中 25 种元素的同步测定。25 种元素在各自浓度范围内线性关系良好, r 均不小于 0.999, 检出限为 0.0001~0.4000 mg/kg, 定量限为 0.00029~1.40000 mg/kg。痕量有害元素检出限达 0.0001~0.0010 mg/kg, 优于多数同类方法, 得益于碰撞反应池有效抑制多原子离子干扰, 以及按质量数分区匹配内标对高盐分基质效应的良好补偿。与国家标准相比, 本方法在元素覆盖范围、前处理效率和灵敏度上基本相当, 但在芹菜等富含纤维素基质的消解完全性和基体抗干扰能力上进行了针对性优化。结果表明, 本方法灵敏度、准确度及抗干扰能力均具显著优势, 适用于芹菜等复杂基质中常量与痕量元素的同步检测。

质控考核进一步验证了方法的实际应用能力。本研究 Pb、Cd、Hg、Ni 的$|Z|$值分别为 2、0.11、0.86、0, 全部满意; 与多家参试实验室相比, Cd、Hg、Ni 表现优异, Pb 的 Z 值处于满意边界。该结果提示, 痕量 Pb 测定仍是叶菜基质的难点, 可能与 Pb 在环境中广泛存在及其在芹菜中较高的富集系数有关, 后续应强化全过程空白控制, 必要时引入标准加入法校正。值得注意的是, 本方法对 Al 的测定存在已知局限—芹菜叶标准物质中 Al 测定值低于证书值, 归因于硝酸体系无法消解 Al 硅酸盐, 该现象与相关报道一致, 建议在含 Al 样品的消解方案中添加氢氟酸。综上, 本方法可靠实用, 后续研究可进一步拓展基质适用范围并完善总 Al 测定方案。

参考文献

[1] 冯雪英, 王桂强, 郑重, 等. 2010—2024 年我国食品安全风险监测研究热点及趋势可视化分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(17): 290–298.
Feng Xueying, Wang Guiqiang, Zheng Zhong, et al. Visual analysis of research hotspots and trends in food safety risk monitoring in China from 2010 to 2024 [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(17): 290–298.

[2] 曾云夏, 曾晓龙, 薛丰, 等. 超级微波消解-碰撞反应池电感耦合等离子体质谱法测定蔬菜中 21 种元素含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(19): 18–25.
Zeng Yunxia, Zeng Xiaolong, Xue Feng, et al. Determination of 21 kinds of elements content in vegetables by inductively coupled plasma mass spectrometry with super microwave digestion and collision reaction cell [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(19): 18–25.

[3] Patriarca M, Barlow N, Cross A, et al. Atomic spectrometry update: review of advances in the analysis of clinical and biological materials, foods and beverages [J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2023, 38(3): 496–577.

[4] 戴璇, 唐文杰, 周颖, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定蔬菜中 8 种重金属元素[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(9): 1220–1226.
Dai Xuan, Tang Wenjie, Zhou Ying, et al. Determination of eight heavy metal elements in vegetables by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) with microwave digestion [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(9): 1220–1226.

[5] 熊文明, 李拥军, 莫桂民, 等. 4 种蔬菜对复合污染土壤中重金属的积累差异研究[J]. 湖南农业科学, 2022(10): 41–44, 48.
Xiong Wenming, Li Yongjun, Mo Guimin, et al. Study on the differences of heavy metals accumulation in four kinds of vegetables in multi-contaminated soils [J]. Hunan Agricultural Sciences, 2022(10): 41–44, 48.

[6] 康茂约, 张崇生, 张晶, 等. 轮作模式下多种农作物 8 种重金属的富集特征与膳食风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(5): 335–343.
Kang Maoyue, Zhang Chongsheng, Zhang Jing, et al. Enrichment characteristics and dietary risk assessment of 8 kinds of heavy metals in multiple crops under rotation planting systems [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(5): 335–343.

[7] 代玉冰, 孙帅, 耿柠波, 等. 我国东部沿海地区蔬菜中稀土元素的累积分布特征及健康风险评价[J]. 环境化学, 2023, 42(7): 2180–2189.
Dai Yubing, Sun Shuai, Geng Ningbo, et al. Accumulation characteristics and health risk assessment of rare earth elements in vegetables from the eastern coastal region of China [J]. Environmental Chemistry, 2023, 42(7): 2180–2189.

[8] 李静, 岳小琳, 程月红, 等. 土壤重金属污染现状及其对蔬菜重金属残留影响的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(16): 5299–5305.
Li Jing, Yue Xiaolin, Cheng Yuehong, et al. Research progress on heavy metal pollution in soil and the effect on heavy metal residues in vegetables [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(16): 5299–5305.

[9] 张芳, 张曲, 甘红梅, 等. 电感耦合等离子体质谱法检测叶类蔬菜中铅镉砷和铬含量[J]. 农产品加工, 2026(3): 73–76.
Zhang Fang, Zhang Qu, Gan Hongmei, et al. Determination of lead, cadmium, arsenic and chromium in leafy vegetables by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) [J]. Agricultural Products Processing, 2026(3): 73–76.

[10] 张小燕, 李毅, 林彩琴, 等. 动能歧视碰撞模式-电感耦合等离子体质谱法同时测定扇贝不同组织内的 29 种元素[J]. 中国食品卫生杂志, 2025, 37(7): 605–614.
Zhang Xiaoyan, Li Yi, Lin Caiqin, et al. Simultaneous determination of 29 kinds of elements in different tissues of scallops by KED-ICP-MS [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2025, 37(7): 605–614.

[11] 刘会, 齐红, 仝令坤, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定香橼中 21 种元素[J]. 化学分析计量, 2025, 34(6): 8–13.
Liu Hui, Qi Hong, Tong Lingkun, et al. Determination of 21 elementals in *Citri Fructus* by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2025, 34(6): 8–13.

[12] 严俊, 王娇, 任韧, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定新鲜食用菌中 20 种金属元素[J]. 化学分析计量, 2025, 34(8): 81–87, 103.
Yan Jun, Wang Jiao, Ren Ren, et al. Determination of 20 metal elements in fresh edible fungi by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2025, 34(8): 81–87, 103.

[13] 陈亮, 李沁, 邹义栩, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定七

叶莲中 20 种元素[J]. 化学分析计量, 2025, 34(7): 35–41.
Chen Liang, Li Qin, Zou Yixu, et al. Determination of 20 elements in *Schefflera arboricola* by microwave digestion inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2025, 34(7): 35–41.

[14] Sheehan A, Furey A. Advanced review of the contributing factors for the microwave digestion of food matrices for trace elemental analysis [J]. Talanta Open, 2024, 9: 100309.

[15] 罗永成, 王星, 户国, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定林蛙油中 19 种元素含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(9): 53–60.
Luo Yongcheng, Wang Xing, Hu Guo, et al. Determination of 19 kinds of elements content in Oviductus ranae by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(9): 53–60.

[16] Leufroy A, Mazurais C, Zephyr N, et al. Advanced ICP-MS method for multi-element determination in food: validation by the accuracy profile approach and application to a wide range of matrices [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2026, 149: 108711.

[17] 郑正, 金凤华, 刘业飞. 基于稳健Z比分数法丹参饮片中丹酚酸B的含量限度研究[J]. 药学前沿, 2026, 30(1): 71–77.
Zheng Zheng, Jin Fenghua, Liu Yefei. Research on the content limit of salvianolic acid B in *Salvia miltiorrhiza* decoction pieces based on the robust Z-score method [J]. Frontiers in Pharmaceutical Sciences, 2026, 30(1): 71–77.

[18] 李雪转. Z 比分数法在实验室能力验证中运用的探讨[J]. 计量与测试技术, 2023, 50(7): 86–88.
Li Xuezhuan. Discussion on the application of Z ratio score method in laboratory ability verification [J]. Metrology & Measurement Technique, 2023, 50(7): 86–88.

[19] 姚真真, 徐妍, 孙元洁, 等. 超级微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定作物中 16 种元素[J]. 中国无机分析化学, 2025, 15(3): 424–432.
Yao Zhenzhen, Xu Yan, Sun Yuanjie, et al. Determination of 16 elements in crops by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) with ultra-microwave digestion [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2025, 15(3): 424–432.

[20] 连莹莹, 丁国涛, 方彦飞, 等. 邯郸市 6 种常见蔬菜中农药与重金属残留检测及其健康风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(18): 84–92.
Lian Yingying, Ding Guotao, Fang Yanfei, et al. Detection and health risk assessment of pesticides and heavy metal residues in 6 kinds of common vegetables in Handan City [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(18): 84–92.

[21] 王涛. ICP-MS 法在食品多元素分析检测中的应用[J]. 食品安全导刊, 2024(16): 166–168.
Wang Tao. Application of ICP-MS method in multi-element analysis and detection of food [J]. Journal of Food Safety Guide, 2024(16): 166–168.

[22] 赵兰涛. 电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）联用技术的应用[J]. 化学工程与装备, 2022(6): 226–227, 233.
Zhao Lantao. Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) coupling technology [J]. Chemical Engineering & Equipment, 2022(6): 226–227, 233.

[23] 张妮娜, 陈绍占, 刘洋, 等. 北京市售畜禽肉类预制菜和方便菜肴中多元素含量分析及有害元素健康风险评价[J]. 中国无机分析化学, 2025, 15(4): 598–608.
Zhang Nina, Chen Shaozhan, Liu Yang, et al. Content analysis of multi-elements and health risk assessment of harmful elements in prepared dishes and convenient dishes of livestock and poultry meat sold in Beijing [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2025, 15(4): 598–608.

[24] 赖志坚, 陈秋玲, 刘国伟, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定不同产地莲子心中 19 种金属元素及其主成分分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(4): 185–193.
Lai Zhijian, Chen Qiuling, Liu Guowei, et al. Determination and principal component analysis on 19 kinds of metal elements in *Nelumbo* nucifere Gaertn. from different origins by inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(4): 185–193.

[25] 李海燕, 尹盼盼, 彭腾腾, 等. 甘草中 20 种无机元素的测定及对有害元素的健康风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(8): 281–291.
Li Haiyan, Yin Panpan, Peng Tengteng, et al. Determination of 20 kinds of inorganic elements in *Glycyrrhizae Radix* et *rhizoma* and their health risk assessment [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(8): 281–291.

[26] 杨宽, 胡光辉, 杨蕊蕊, 等. 不同产地栀子中 32 种矿物元素含量分析及其产地鉴别[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(13): 193–199.
Yang Kuan, Hu Guanghui, Yang Ruirui, et al. Analysis of the content of 32 kinds of mineral elements and identification of origin in *Gardenia jasminoides* from different locations [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(13): 193–199.

[27] 徐晓伟, 肖景成. 电感耦合等离子体质谱法测定大米粉中砷、铬、镉和铅元素的两种前处理方法比对研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(21): 87–92.
Xu Xiaowei, Xiao Jingcheng. Comparative study of 2 kinds of pretreatment methods for determination of arsenic, chromium, cadmium and lead in rice flour by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(21): 87–92.

[28] 李建伟, 李昌安, 章剑. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定药食同源性食品中 34 种元素[J]. 安徽预防医学杂志, 2023, 29(4): 346–351.
Li Jianwei, Li Chang'an, Zhang Jian. Microwave digestion followed by ICP-MS for the determination of 34 elements in medicine-food homologous food [J]. Anhui Journal of Preventive Medicine, 2023, 29(4): 346–351.

[29] 杨永建, 夏莎莎, 李红华, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定茶叶中的砷、镉、铜、铅[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(12): 1611–1616.
Yang Yongjian, Xia Shasha, Li Honghua, et al. Determination of arsenic, cadmium, copper, lead in tea by inductively coupled plasma mass spectrometry with microwave digestion [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(12): 1611–1616.

[30] 雷美康, 汪小红, 杨珺, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定衢枳壳中 17 种微量元素的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(1): 165–169.
Lei Meikang, Wang Xiaohong, Yang Jun, et al. Determination of 17 trace elements in Qu aurantii fructus by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(1): 165–169.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)