

# 不完全消化-微乳液进样-HR-CS GFAAS测定 休闲食品中5种金属元素

刘全德<sup>1,2</sup>, 陈尚龙<sup>1,2</sup>, 张建萍<sup>1,2</sup>, 李同祥<sup>1,2</sup>, 刘 辉<sup>1,2</sup>, 刘 益<sup>1</sup>

(1.徐州工程学院食品(生物)工程学院, 江苏 徐州 221111;

2.徐州工程学院 江苏省食品资源开发与质量安全重点建设实验室, 江苏 徐州 221111)

**摘 要:** 建立不完全消化-微乳液进样-高分辨-连续光源石墨炉原子吸收光谱法测定休闲食品中Cu、Al、Cr、Cd和Pb的方法。以不完全消化作为样品的前处理方式, 正丁醇作为助乳化剂, 研究微乳液的形成条件, 系统地分析基体改进剂及其添加体积、灰化温度和原子化温度对吸光度和吸收峰峰形的影响, 通过单因素试验确定Cu、Al、Cr、Cd和Pb的最佳测定条件。将本法所测得的结果与微波消解作为前处理方式所测得的结果进行比较, 两者相近, 本法的加标回收率为96.4%~105.6%。该方法快速、准确、稳定, 具有较高的实用价值, 为休闲食品中多元素检测提供了科学依据。

**关键词:** 不完全消化; 微乳液; 高分辨-连续光源石墨炉原子吸收光谱法; 休闲食品; 金属元素

## Determination of Five Metal Elements in Leisure Foods by Incomplete Digestion-Microemulsion Sampling-High Resolution-Continuum Source Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

LIU Quan-de<sup>1,2</sup>, CHEN Shang-long<sup>1,2</sup>, ZHANG Jian-ping<sup>1,2</sup>, LI Tong-xiang<sup>1,2</sup>, LIU Hui<sup>1,2</sup>, LIU Yi<sup>1</sup>

(1. College of Food (Biological) Engineering, Xuzhou Institute of Technology, Xuzhou 221111, China; 2. Jiangsu Key Construction Laboratory of Food Resources Development and Quality Safe, Xuzhou Institute of Technology, Xuzhou 221111, China)

**Abstract:** A fast and effective method was developed for the determination of Cu, Al, Cr, Cd and Pb in leisure foods by incomplete digestion-microemulsion sampling-high resolution-continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry. The samples were digested by incomplete digestion and the conditions for forming microemulsion were studied using *N*-butyl alcohol as an auxiliary emulsifier. The effects of matrix modifier, modifier volume, ashing temperature and atomizing temperature on absorbance and absorption peak were investigated. The optimum parameters for determining Cu, Al, Cr, Cd and Pb were chosen, respectively. The results showed a good agreement with the results obtained by the conventional method, using incompletely digested and microwave digested samples. The recoveries for spiked samples ranged from 96.4% to 105.6%. Therefore, the proposed method is rapid, accurate and stable with a high practical value. It may provide a scientific basis for multi-element determination of leisure foods.

**Key words:** incomplete digestion; microemulsion; high resolution-continuum source graphite furnace atomic absorption spectrophotometry (HR-CS GFAAS); leisure food; metal element

中图分类号: O657.31

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630 (2014) 24-0277-05

doi:10.7506/spkx1002-6630-201424053

近年来, 重金属元素污染越来越严重, 其超标引发的食品安全问题越来越多。研究<sup>[1]</sup>表明一部分金属对人体具有毒害作用, 长期摄入会在人体内累积, 对身体健康造成极大的危害。如: Cd会在肾脏和肝脏蓄积, 从而引起肾脏慢性中毒<sup>[2]</sup>; Pb会造成神经、消化、血液、泌尿等多个系

统损害, 严重影响人体内正常的新陈代谢<sup>[3]</sup>。因此, 建立快速、准确地检测食品中多种重金属元素的方法非常必要。目前, 检测金属常用的方法有原子吸收光谱、原子发射光谱、原子荧光光谱、X射线荧光光谱、电感耦合等离子体质谱等。其中, 电感耦合等离子体质谱检测速

收稿日期: 2014-03-26

基金项目: 江苏省食品资源开发与质量安全重点建设实验室资助项目 (SPKF201317); 国家自然科学基金面上项目 (31270577);

江苏省省级科技创新与成果转化 (重大科技支撑与自主创新) 专项引导资金项目 (BE2011644);

江苏省高校自然科学研究项目 (12KJB550002)

作者简介: 刘全德 (1958—), 男, 教授, 学士, 研究方向为食品分析。E-mail: lqd@xzit.edu.cn

度最快<sup>[4]</sup>, 但因其价格昂贵、维护成本高等缺点严重影响其推广, 而原子吸收光谱以其较高的灵敏度和分析精度被广泛应用, 成为检测食品中金属的首选方法。本实验使用高分辨-连续光源原子吸收光谱 (high resolution-continuum source atomic absorption spectrometry, HR-CS GFAAS) 仪, 实现了多元素的顺序测定, 与传统锐线光源AAS相比, 具有无需空心阴极灯、分辨率高、分析速度快、背景校正好、光谱信息多等突出优点, 弥补了传统AAS检测速度慢这一缺点<sup>[5-7]</sup>。国内外已有使用HR-CS AAS测定食品中金属的报道, Luana等<sup>[8]</sup>建立了以无机标准品为参比, 将样品制成微乳液, 使用HR-CS GFAAS对大豆油、橄榄油和葵花籽油中的Cu、Fe、Ni和Zn进行直接测定的方法, 取得了良好的效果。

样品的前处理是影响食品中金属元素检测速度的重要因素。传统的前处理方式有湿法消解和干法灰化<sup>[9]</sup>, 这两种方法的缺点是耗时长, 干法灰化有时需要几十个小时, 而湿法消解还需要大量的强酸。微波消解作为一种新型的前处理方式已被广泛应用, 任婷等<sup>[10]</sup>采用微波消解作为样品的前处理方式, 使用HR-CS GFAAS测定面粉食品中的Al, 经精密度和加标回收率实验, 证明该方法是一种检出限低、重复性好、简便快捷的检测方法。但是由于休闲食品成分复杂, 在进行微波消解前, 通常需要进行一个较长时间的预处理, 同时微波消解样品量较小, 不能满足低含量重金属测定的要求。不完全消化<sup>[11-14]</sup>是利用强酸在低温加热条件下, 将样品中大部分有机物除去。它只要求消化液均匀透明, 不要求除去全部有机物, 也不要求消化液呈无色, 这样大大加快了样品处理速度, 一般耗时在20 min左右。本实验采用不完全消化作为样品的前处理方式, 正丁醇为助乳化剂, 形成微乳液<sup>[15]</sup>, 利用HR-CS GFAAS测定6种休闲食品中5种金属元素, 以期休闲食品中多元素检测提供科学依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

休闲食品 (薯条、方便面、曲奇、鸡味块、雪饼、仙贝) 市售。

浓硝酸、高氯酸、正丁醇、无水乙醇、磷酸二氢铵、硝酸镁、硝酸钡、硝酸铵、酒石酸、30%过氧化氢 (均为优级纯) 国药集团化学试剂有限公司; Cu、Al、Cr、Cd和Pb标准溶液 (1 g/L) 国家化学试剂质检中心; 18.2 MΩ·cm超纯水; 氩气 (纯度大于99.99%); 玻璃器皿均用5% HNO<sub>3</sub>溶液浸泡24 h以上。

### 1.2 仪器与设备

ContrAA 700高分辨连续光源原子吸收光谱仪 (配有MPE60自动进样器) 德国Analytik Jena公司;

Cascade™实验室超纯水系统 美国Pall公司; FA-2004B电子天平 上海越平科学仪器有限公司; 220V-AC电子电炉 (0~2 000 W) 上海树立仪器仪表有限公司; 移液器 德国Eppendorf公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 仪器工作参数

HR-CS GFAAS工作参数见表1, 石墨炉加热程序见表2。

表1 HR-CS GFAAS工作参数  
Table 1 Working parameters of HR-CS GFAAS

元素	波长/nm	载气	基体改进剂	基体改进剂体积/μL	进样体积/μL
Cu	324.754 0	高纯氩气	1 g/L硝酸钡	5	20
Al	396.152 0	高纯氩气	10 g/L磷酸二氢铵	9	20
Cr	357.868 7	高纯氩气	1 g/L硝酸镁	7	20
Cd	228.801 8	高纯氩气	10 g/L磷酸二氢铵	4	20
Pb	283.306 0	高纯氩气	10 g/L磷酸二氢铵	4	20

表2 石墨炉加热程序  
Table 2 Temperature-rising program of graphite furnace

元素	灰化温度/℃	原子化温度/℃	原子化升温速率/(℃/s)
Cu	1 000	2 000	1 500
Al	1 200	2 400	1 500
Cr	1 400	2 300	1 500
Cd	700	1 400	1 400
Pb	800	1 400	1 500

#### 1.3.2 基体改进剂溶液的配制

准确称取1.00 g硝酸镁置于50 mL小烧杯中, 用0.5% HNO<sub>3</sub>溶液溶解后转移至100 mL容量瓶中, 用0.5% HNO<sub>3</sub>溶液定容至刻度, 配制成质量浓度为10 g/L硝酸镁溶液。再准确移取2.50 mL此溶液置于25 mL容量瓶中, 用无水乙醇定容至刻度, 配制成质量浓度为1 g/L硝酸镁溶液, 冷藏保存, 保存期限为30 d。

同理, 配制成质量浓度为10 g/L磷酸二氢铵、1 g/L硝酸钡、1 g/L硝酸铵、1 g/L酒石酸溶液。

#### 1.3.3 标准工作曲线的配制

用0.5% HNO<sub>3</sub>溶液将Cu标准溶液 (1 g/L) 逐级稀释至质量浓度为20 μg/L的标准使用液, 再通过MPE自动进样器实现标准曲线质量浓度梯度为2、5、10、15、20 μg/L, 现配现测 (12 h内)。

同理, 配制Al标准使用溶液 (100 μg/L)、Cr标准使用溶液 (20 μg/L)、Cd标准使用溶液 (5 μg/L)、Pb标准使用溶液 (50 μg/L)。

#### 1.3.4 样品处理

取适量的休闲食品置于干燥的玛瑙研钵中, 充分研磨后, 制成粉末状样品, 装入自封袋中备用, 并贮藏在干燥器中。

准确称取0.5 g左右 (精确至0.1 mg) 粉末状样品

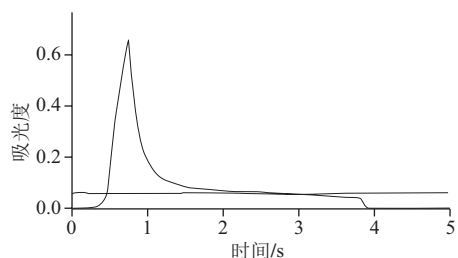
置于50 mL小烧杯中,加入8 mL浓 $\text{HNO}_3$ 和2 mL高氯酸,用玻璃棒缓慢搅匀,放到电子电炉上,调节电炉功率至1 000 W,在通风橱内加热,低温条件下消解至溶液透明,再加入10 mL超纯水继续加热赶酸至体积在2.0~3.0 mL之间,自然冷却后,用正丁醇多次冲洗小烧杯中的样液,并将冲洗液转移至25 mL容量瓶中,用正丁醇定容至刻度,振荡、摇匀备用,同时按照实验方法做空白实验。

## 2 结果与分析

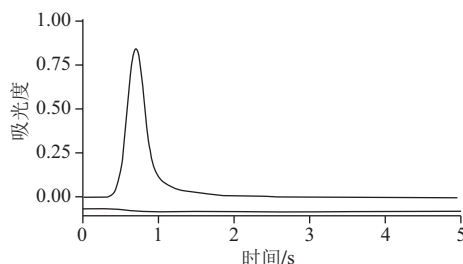
### 2.1 微乳液的制备

在不完全消化实验中,由于休闲食品中含有大量油脂类物质,这些物质在低温常压下很难被消解完全,虽然实验过程中,可以观察到消解液呈现透明状,但自然冷却后,发现消解液液面上漂浮大量油状物质。为了形成均匀、透明、稳定的微乳液,必须控制消解液的体积<sup>[16-21]</sup>。经实验发现,当消解液体积大于3.0 mL时,用正丁醇定容至25 mL容量瓶中,形成的微乳液浑浊、不稳定,静置一段时间后分层;当消解液体积小于2.0 mL时,如果继续加热,极易发生炭化现象;当消解液体积在2.0~3.0 mL之间时,用正丁醇定容至25 mL容量瓶中,形成的微乳液均匀、透明、长时间静置不会出现分层现象。因此,实验中控制赶酸后的消解液体积在2.0~3.0 mL之间,选择正丁醇作为助乳化剂。

### 2.2 基体改进剂的优化



a. 硝酸镁作为基体改进剂



b. 磷酸二氢铵作为基体改进剂

图1 基体改进剂对Al吸收峰的影响

Fig.1 Effect of matrix modifiers on aluminum absorption peak

为了使待测样品中基体更容易挥发,同时防止待测元素挥发,通常选择添加一定量的基体改进剂。由于微乳

液成分比较复杂,基体干扰严重,因此添加合适的基体改进剂能有效地降低干扰,提高测定的灵敏度。实验选择磷酸二氢铵、硝酸镁、硝酸钡、硝酸铵和酒石酸作为基体改进剂,研究其对吸光度和吸收峰峰形的影响。结果表明,硝酸镁能显著地提高Al的吸光度,但其吸收峰的拖尾现象严重(图1a),而磷酸二氢铵不仅能提高Al的吸光度,还可以有效地改善吸收峰的峰形(图1b),因此实验选择磷酸二氢铵作为测定Al的基体改进剂。同理,磷酸二氢铵还作为测定Cd和Pb的基体改进剂,这与任婷等<sup>[22]</sup>研究结果一致,硝酸钡作为测定Cu的基体改进剂,硝酸镁作为测定Cr的基体改进剂。

### 2.3 添加基体改进剂体积的优化

添加适量的基体改进剂有助于最大限度地消除干扰,提高吸光度。固定其他参数,只改变添加基体改进剂的体积,测定其吸光度,结果如图2所示。

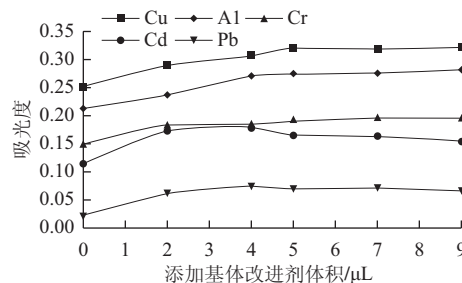


图2 基体改进剂的体积对吸光度的影响

Fig.2 Effect of matrix modifier volume on absorbance

由图2可知,添加基体改进剂能显著地提高吸光度,特别是Cd和Pb,这是由于不添加基体改进剂时,灰化温度过高,Cd和Pb挥发损失严重,导致吸光度偏低,添加适量的磷酸二氢铵作为基体改进剂,可以有效地防止Cd和Pb的挥发,提高吸光度。在测定Cd和Pb时,添加4  $\mu\text{L}$ 的磷酸二氢铵能使吸光度达到最大,故实验选择添加4  $\mu\text{L}$ 的磷酸二氢铵(10 g/L)作为基体改进剂;同理,测定Cu时,选择添加5  $\mu\text{L}$ 的硝酸钡(1 g/L);测定Al时,选择添加9  $\mu\text{L}$ 的磷酸二氢铵(10 g/L);测定Cr时,选择添加7  $\mu\text{L}$ 的硝酸镁(1 g/L)。

### 2.4 灰化温度的优化

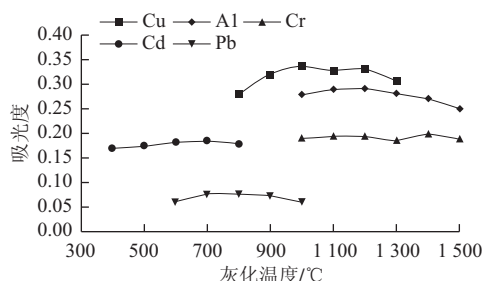


图3 灰化温度对吸光度的影响

Fig.3 Effect of ashing temperature on absorbance

灰化温度是石墨炉原子吸收光谱法测定金属的一个重要参数。灰化温度不宜过高,否则会造成被测元素损失,灵敏度降低,重复性变差;而灰化温度过低则会造成基体挥发不完全,导致背景吸光度偏高。固定其他参数,只改变灰化温度,测定其吸光度,结果如图3所示。

由图3可知,测定Cu时,最佳的灰化温度为1 000 ℃;测定Al时,最佳的灰化温度为1 200 ℃;测定Cr时,最佳的灰化温度为1 400 ℃;测定Cd时,最佳的灰化温度为700 ℃,这与高加龙等<sup>[23]</sup>研究结果一致;测定Pb时,最佳的灰化温度为800 ℃,这与任婷等<sup>[22]</sup>研究结果一致。

2.5 原子化温度的优化

原子化温度也是石墨炉原子吸收光谱法测定金属的一个重要参数。原子化温度不宜过低,否则被测元素的原子化不彻底,导致吸光度偏低;而原子化温度过高则会降低石墨管使用的次数。固定其他参数,只改变原子化温度,测定其吸光度,结果如图4所示。

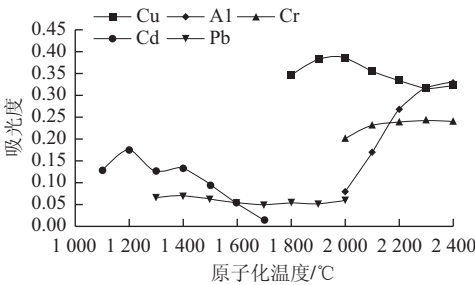


图4 原子化温度对吸光度的影响  
Fig.4 Effect of atomizing temperature on absorbance

由图4可知,测定Cu时,最佳的原子化温度为2 000 ℃;测定Al时,最佳的原子化温度为2 400 ℃;测定Cr时,最佳的原子化温度为2 300 ℃;测定Cd时,当原子化温度在1 200 ℃时,吸光度最大,但此时吸收峰的峰形很差(图5a),导致峰面积偏高,当原子化温度在1 400 ℃时,吸光度次之,此时吸收峰的峰形很好(图5b),因此最佳的原子化温度为1 400 ℃;测定Pb时,最佳的原子化温度为1 400 ℃,而任婷等<sup>[22]</sup>在测定Pb时,选择1 500 ℃作为最佳原子化温度。

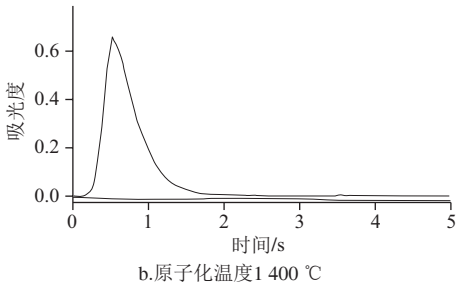
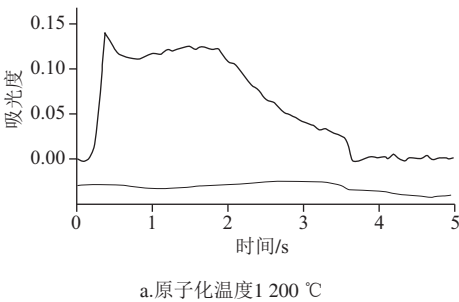


图5 原子化温度对Cd吸收峰的影响  
Fig.5 Effect of atomizing temperature on cadmium absorption peak

2.6 标准工作曲线和检出限

在ASpect CS软件中,设置好方法,建立好测定序列,将Cu、Al、Cr、Cd和Pb的标准使用液、基体改进剂、空白溶液和样品溶液放入MPE自动进样器的对应位置,使用HR-CS GFAAS进行顺序测定。以质量浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,经ASpect CS软件绘制标准工作曲线(非线性),所得回归方程、相关系数和特征质量浓度见表3。

表3 回归方程、相关系数和特征质量浓度					
Table 3 Regression equations, correlation coefficients and characteristic concentrations					
元素	回归方程	线性范围/( $\mu\text{g/L}$ )	相关系数	特征质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	
Cu	$A = (0.040\ 176\ 0 + 0.039\ 474\ 8c) / (1 + 0.013\ 792\ 9c)$	2~20	0.998 5	0.11	
Al	$A = (0.043\ 422\ 7 + 0.003\ 708\ 0c) / (1 + 0.000\ 621\ 9c)$	10~100	0.996 4	1.18	
Cr	$A = (0.011\ 601\ 3 + 0.025\ 200\ 9c) / (1 + 0.007\ 064\ 6c)$	2~20	0.993 3	0.17	
Cd	$A = (0.026\ 716\ 1 + 0.208\ 292\ 1c) / (1 + 0.143\ 658\ 9c)$	0.5~5	0.996 6	0.02	
Pb	$A = (0.007\ 261\ 8 + 0.007\ 224\ 6c) / (1 + 0.003\ 965\ 4c)$	5~50	0.997 5	0.61	

由表3可知,所有回归方程的相关系数均大于0.993,表明在一定质量浓度范围内,各金属元素质量浓度与吸光度呈现良好的关系。

2.7 样品测定

在最佳条件下测定6种休闲食品中Cu、Al、Cr、Cd和Pb的含量,结果见表4。

表 4    休闲食品中Cu、Al、Cr、Cd和Pb的含量 (n=3)						
Table 4    The contents of Cu, Al, Cr, Cd and Pb in leisure foods (n = 3)						
		mg/kg				
方法	样品	Cu	Al	Cr	Cd	Pb
本法	薯条	0.424±0.011	8.87±0.21	0.089±0.005	0.0151±0.000 5	0.181±0.007
	方便面	0.596±0.028	1.97±0.13	0.030±0.003	0.0097±0.000 7	0.094±0.006
	曲奇	0.776±0.034	1.07±0.07	ND	0.0087±0.000 7	ND
	鸡味块	0.463±0.019	1.07±0.04	ND	0.0011±0.000 2	0.048±0.002
	雪饼	0.559±0.029	3.13±0.12	0.643±0.028	0.0139±0.000 6	0.305±0.013
	仙贝	0.714±0.033	2.80±0.15	0.701±0.034	0.0199±0.000 8	0.345±0.017
对比方法 <sup>[24]</sup>	薯条	0.433±0.009	8.34±0.17	0.083±0.004	0.0157±0.000 3	0.188±0.006

注:本法为不完全消化-微乳液进样-HR-CS GFAAS;对比方法为微波消解-HR-CS GFAAS<sup>[24]</sup>;ND.未检出,即含量过低,使用本法不能准确进行定量分析。

由表4可知,采用本法(不完全消化-微乳液进样-HR-CS GFAAS)测定薯条中Cu、Al、Cr、Cd和Pb的含量与微波消解-HR-CS GFAAS测得的结果相近。



## 2.8 加标回收率实验

将一定量的标准溶液和样品(薯条)一起加入到小烧杯中进行不完全消化,按1.3.4节进行操作,在最佳条件下进行测定,计算各金属元素的加标回收率<sup>[25]</sup>,结果见表5。

表5 加标回收率 ( $n=3$ )

Table 5 Recoveries of Cu, Al, Cr, Cd and Pb in spiked chips ( $n=3$ )

元素	待测样品质量 浓度/ $(\mu\text{g/L})$	加标质量浓 度/ $(\mu\text{g/L})$	测定质量浓 度/ $(\mu\text{g/L})$	加标回 收率/%	相对标准 偏差/%
Cu	10.02	5	14.94	98.3	2.4
Al	45.31	50	93.51	96.4	1.9
Cr	6.73	10	16.88	101.5	1.9
Cd	0.223	1	1.279	105.6	2.9
Pb	7.11	20	27.81	103.5	2.5

由表5可知,加标回收率为96.4%~105.6%,表明用不完全消化-微乳液进样-HR-CS GFAAS测定休闲食品中Cu、Al、Cr、Cd和Pb,结果准确可靠。

## 3 结 论

实验选择正丁醇作为助乳化剂,控制赶酸后的消解液体在2.0~3.0 mL之间,可形成均匀、透明、稳定的微乳液。通过单因素试验确定Cu、Al、Cr、Cd和Pb的最佳测定条件,在此条件下,使用不完全消化-微乳液进样-HR-CS GFAAS测定了薯条、方便面、曲奇、鸡味块、雪饼和仙贝这6种休闲食品中Cu、Al、Cr、Cd和Pb的含量,并将结果与微波消解-HR-CS GFAAS测得的结果进行了比较,两者所测结果相近,本方法的加标回收率为96.4%~105.6%。

## 参考文献:

- [1] FÁBIO G L, DANIEL L G B, RENNAN G O A, et al. Determination of heavy metals in activated charcoals and carbon black for lyocell fiber production using direct solid sampling high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption and inductively coupled plasma optical emission spectrometry[J]. *Talanta*, 2010, 81(3): 980-987.
- [2] 刘全德,李超,宋慧,等.石墨炉原子吸收法分析食醋中镉测定条件的响应曲面法优化[J]. *食品科学*, 2011, 32(22): 196-200.
- [3] 梁剑锋,李亚.石墨炉原子吸收光谱法测定龟苓膏粉中铅含量[J]. *现代食品科技*, 2011, 27(11): 1419-1420; 1371.
- [4] ISELA L, MARTA C, SANDRA G, et al. Simplified and miniaturized procedure based on ultrasound-assisted cytosol preparation for the determination of Cd and Cu bound to metallothioneins in mussel tissue by ICP-MS[J]. *Talanta*, 2012, 93: 111-116.
- [5] INGRID M D, JESSEE S A S, RENNAN G O A, et al. Direct and simultaneous determination of Cr and Fe in crude oil using high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. *Spectrochimica Acta, Part B*, 2009, 64(6): 537-543.
- [6] ZHAO L J, REN T, ZHONG R G. Determination of lead in human hair by high resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry with microwave digestion and solid sampling[J]. *Analytical Letters*, 2012, 45(16): 2467-2481.
- [7] ALINE R B, EMILENE M B, CÉLINE L, et al. Method development for the determination of cadmium in fertilizer samples using high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry and slurry sampling[J]. *Spectrochimica Acta Part B*, 2011, 66(7): 529-535.
- [8] LUANA S N, JOSE T P B, ANDREA P F, et al. Multi-element determination of Cu, Fe, Ni and Zn content in vegetable oils samples by high-resolution continuum source atomic absorption spectrometry and microemulsion sample preparation[J]. *Food Chemistry*, 2011, 127(2): 780-783.
- [9] AFRIDI H, KAZI T, ARAIN M, et al. Determination of cadmium and lead in biological samples by three ultrasonic-based samples treatment procedures followed by electrothermal atomic absorption spectrometry[J]. *Journal of AOAC International*, 2007, 90(2): 470-478.
- [10] 任婷,赵丽娇,钟儒刚.高分辨连续光源石墨炉原子吸收光谱法测定面粉制品中的铝[J]. *光谱学与光谱分析*, 2011, 31(12): 3388-3391.
- [11] LIU Lihang, FAN Wanlun. Incomplete digestion FAAS-FAES determination of calcium, magnesium and potassium in human foot-exuviae[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*, 2005, 37(2): 348-352.
- [12] LIU Lihang, WANG Yi, MA Xueliang. Determination of potassium and zinc in human hair by non-complete digestion-flame atomic absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2001, 29(3): 365-367.
- [13] LIU Lihang, LI Ping, LI Yuze. Incomplete digestion FAAS determination of calcium and magnesium in hen eggs[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*, 2000, 36(12): 529-530.
- [14] 吴瑶庆,孟昭荣.非完全消解-石墨炉原子吸收光谱法测定炸蚕蛹中铅、镉[J]. *光谱实验室*, 2007, 24(2): 132-134.
- [15] 陈尚龙,刘全德,李超,等.微乳液直接进样-石墨炉原子吸收光谱法测定食用油中的镉[J]. *食品科学*, 2011, 32(18): 278-281.
- [16] BURGUERA J, BURGUERA M. Pretreatment of oily samples for analysis by flow injection-spectrometric methods[J]. *Talanta*, 2011, 83(3): 691-699.
- [17] de JESUS A, SILVA M M, VALE M G. The use of microemulsion for determination of sodium and potassium in biodiesel by flame atomic absorption spectrometry[J]. *Talanta*, 2008, 74(5): 1378-1384.
- [18] 吴晓云,向国强,温圣平,等.微乳液进样-火焰原子吸收光谱测定食用油中的钙[J]. *河南工业大学学报:自然科学版*, 2010, 31(3): 8-11.
- [19] 李胜清,贺小敏,杜平,等.微乳液进样-石墨炉原子吸收光谱法测定生物柴油及其原料菜籽油中铅含量[J]. *光谱学与光谱分析*, 2008, 28(10): 2431-2435.
- [20] 曹兆进,李华建,罗兰.微乳液进样石墨炉原子吸收光谱法测定色拉油中铅[J]. *中国卫生检验杂志*, 2006, 16(11): 1381-1382.
- [21] LAKATOS J, BAGDI G, LAKATOS I, et al. Application of emulsions for direct flame atomic absorption spectrometric analysis of organic liquids[J]. *Microchemical Journal*, 1996, 54(3): 303-319.
- [22] 任婷,赵丽娇,曹珏,等.高分辨连续光源石墨炉原子吸收光谱法测定食品中铅、镉和铬含量[J]. *光谱学与光谱分析*, 2012, 32(9): 2566-2571.
- [23] 高加龙,章超桦,梁家辉,等.湿法消化-石墨炉原子吸收法测定贝肉中镉含量的条件优化[J]. *现代食品科技*, 2012, 28(11): 1585-1589.
- [24] 张建萍,陈尚龙,刘恩岐,等.微波消解-HR-CS AAS法测定几种调味品中的微量元素[J]. *现代食品科技*, 2013, 29(6): 1424-1427.
- [25] 郭金英,李丽,刘开永,等.石墨炉原子吸收光谱直接进样法测定葡萄酒中铅[J]. *食品科学*, 2009, 30(18): 233-236.