

高分辨电感耦合等离子体质谱 测量氯化锶 ^{89}Sr 原料中铝含量

苏冬萍, 梁帮宏, 罗 婷, 张劲松, 陈云明, 罗 宁, 甘 泉, 李顺涛, 曾俊杰

(中国核动力研究设计院 第一研究所, 四川 成都 610005)

摘要:为准确测量氯化锶 ^{89}Sr 溶液中铝含量以控制产品质量和指导生产工艺改进, 采用高分辨电感耦合等离子体质谱(HR-ICP-MS)测量氯化锶 ^{89}Sr 原料中的铝含量, 建立样品准备和标准工作曲线绘制的方法, 优化质谱条件。通过对比实验考察盐酸体系、酸度和锶基体对铝测量的影响, 研究质谱干扰、铝本底的来源及消除方式, 开展内标选择实验。结果表明, 盐酸体系对铝含量测量无显著影响, 0.5% HCl体系可作为标准和样品稀释定容的基体溶液; 分辨率为4 000(峰谷高度为峰高的10%)时可消除铝的双电荷干扰及多原子离子干扰, 优选钇作为内标元素; 该方法的检出限为39 ng/L。本研究建立的方法可快速准确测量氯化锶 ^{89}Sr 溶液中的铝含量, 结果满足产品质量控制和工艺改进的要求。

关键词:高分辨电感耦合等离子体质谱; 氯化锶 ^{89}Sr ; 铝; 质谱干扰; 内标元素

中图分类号: TL92+2

文献标志码: A

文章编号: 1000-7512(2021)05-0468-07

doi: 10.7538/tws.2020.youxian.095

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



The Determination of Aluminum Content in $^{89}\text{SrCl}_2$ Crude Material by HR-ICP-MS

SU Dongping, LIANG Banghong, LUO Ting, ZHANG Jingsong, CHEN Yunming,
LUO Ning, GAN Quan, LI Shuntao, ZENG Junjie

(The First Sub-institute, Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610005, China)

Abstract: The content of aluminum in $^{89}\text{SrCl}_2$ crude material is an important parameter for quality control. The accurate measurement of that in $^{89}\text{SrCl}_2$ solution is the basis of quality control and process improvement. In this paper, we use HR-ICP-MS to determine the aluminum content in $^{89}\text{SrCl}_2$ solution, and we have established the method of sample preparation and constructing calibration curve, and the optimal mass spectrometry conditions were also determined. The effect of hydrochloric acid system, acidity and strontium matrix on the measurement of aluminum concentration were studied by a series of contrast experiments. Moreover, the source and the elimination method of mass spectrum interferences and aluminum background were also investigated by internal standard selection experiments. The experimental results show that the hydrochloric acid system has no significant effect on the measurement, and the 0.5% HCl system can be used as the matrix solution for standard and sample dilution. When the yttrium was selected as the internal standard, the double charged ion interferences and polyatomic

ion interferences of aluminum could be eliminated with a resolution of 4 000 (10% valley), and the detection limit of this method could reach 39 ng/L. The method here can be used to measure the content of aluminum in ⁸⁹SrCl₂ solution quickly and accurately, which can meet the requirements of product quality control and process improvement.

Key words: HR-ICP-MS; ⁸⁹SrCl₂; aluminum; mass spectrum interferences; internal standard element

氯化锶^[89Sr]溶液为转移癌性骨痛的治疗剂,一次给药,止痛时间长,副作用轻微,主要用于前列腺癌、乳腺癌等晚期恶性肿瘤继发骨转移所致骨痛的缓解,是骨转移癌止痛的一种疗法,具有良好的市场前景。生产⁸⁹Sr主要有两种方法:一是通过⁸⁸Sr(n,γ)⁸⁹Sr反应,用热中子照射浓缩⁸⁸Sr₂CO₃靶制备⁸⁹Sr,是国际上通常采用的生产方式;二是通过⁸⁹Y(n,p)⁸⁹Sr反应,用天然 Y₂O₃ 靶制备⁸⁹Sr。

在⁸⁸Sr₂CO₃靶制备⁸⁹Sr过程中,⁸⁸Sr₂CO₃原料、辐照靶管、化学试剂和容器等均可能产生杂质元素铝,氯化锶^[89Sr]注射液中的铝含量是重要的质量控制指标。研究表明,脑组织对铝元素有亲和性,脑组织中的铝沉积过多,可使人记忆力减退、智力低下、行动迟钝等。2020版《中国药典》已纳入氯化锶^[89Sr]注射液,对产品质量提出了明确要求:氯化锶^[89Sr]注射液中铝的含量不得超过 2 μg/mL^[1]。为了控制注射液中的铝含量,需要严格控制氯化锶^[89Sr]原料中的铝含量,一般要求锶^[89Sr]原料中铝的含量远低于药典限值。因此,准确测量氯化锶^[89Sr]原料中铝含量是控制产品质量和指导生产工艺改进的基础,具有重要意义。

氯化锶^[89Sr]原料中锶基体含量高、铝元素含量低,铝和锶的含量相差约 4 个数量级,测量难度大。2020 版《中国药典》规定氯化锶^[89Sr]注射液中铝的浓度测量方法为紫外-可见分光光度法,以 2 μg/mL 的铝标准溶液作为基准溶液进行合格性判定^[1]。该方法具有较好的普适性和通用性,操作简单,仪器价格便宜,但具有测量体系复杂、分析速度慢、灵敏度低等缺点,测量结果易受显色温度、时间和样品酸度影响,不能充分满足工艺过程样品快速分析和产品质量高精度定量测定的要求。《欧洲药典》(EP 9.0)和《英国药典》(BP 2016)中采用原子发射光谱法测量注射液中铝含量^[2-3],该方法快

速准确,但检出限较高,当原料中铝含量较低时可能会低于仪器检出限。《美国药典》(USP 40)中采用原子吸收光谱法^[4],该法选择性好、分析速度快,检出限介于原子发射光谱和质谱之间,但标准工作曲线的线性范围窄,铝的原子化温度高,易对石墨炉造成损坏,影响仪器使用寿命。此外,在食品业和农业中,铝的测量也多采用以上三种方法^[5-10],个别采用四极杆等离子体质谱法(ICP-MS)^[11-14]。高分辨电感耦合等离子体质谱仪(HR-ICP-MS)是一种电场、磁场双聚焦的大型质谱,该仪器价格昂贵、配套实验室和人员要求高,操作较为复杂。但其灵敏度和分辨率高、线性范围宽、干扰少、谱线简单,并可多元素同时测定,在分析微量杂质方面有其独特优势。将 HR-ICP-MS 应用于氯化锶^[89Sr]原料溶液中铝含量测量,有助于在工艺改进和产品质量趋势分析中获得更加准确的数据。针对氯化锶^[89Sr]注射液中铝的分析测试,各国药典给出了多种方法,具有较好的适应性和可推广性,便于规模化生产中推广应用。质谱因其昂贵的价格、苛刻的配套实验室要求,并未被列入药典的测量方法,但其优异的微量元素测量能力使其在氯化锶^[89Sr]原料溶液中铝含量测量方面有着巨大的应用潜力。与其他方法相比,其分析精密密度更高、样品消耗量更小、检出限更低,也更适于高放射性浓度氯化锶^[89Sr]原料的测量。

本文研究氯化锶^[89Sr]溶液中铝含量测定的样品准备方法,确定质谱条件,研究基体、质谱干扰和本底等影响测量准确性的因素,建立测量流程和方法,以期快速准确测量铝含量,用于氯化锶^[89Sr]原料生产工艺改进和产品质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 主要仪器

高分辨电感耦合等离子体质谱仪(HR-

ICP-MS); Thermo Scientific Element XR, 美国热电公司, 动态线性范围 10^{12} , 最高分辨率 20 000(FWHM); 超纯水装置: Q-POD Element 终端精制器, 德国默克密理博; 器皿: 均用 10% 硝酸浸泡 6 h 后清洗, 超纯水润洗后备用。

1.2 主要试剂

氯化锶 [^{89}Sr] 原料溶液: 热中子照射浓缩 $^{88}\text{Sr}_2\text{CO}_3$ 靶制备的 ^{89}Sr 原料, 中国核动力研究设计院产品; 调谐液: Tune-Up Solution Element, 德国不莱梅 Thermo Scientific 生产, 元素浓度 $1\ \mu\text{g}/\text{L}$; 高纯硝酸: 70% (质量浓度), UP-S 级, 苏州晶瑞化学股份有限公司; 药用盐酸: 四川合升创展医药有限责任公司; 铝标准溶液 (浓度为 $1\ 000\ \text{mg}/\text{L}$)、锶标准溶液 (浓度为 $1\ 000\ \text{mg}/\text{L}$): 国家有色金属及电子材料分析测试中心; 超纯水: 电阻率大于 $18.2\ \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$, 由 Q-POD Element 终端精制器制备。

2 实验方法

2.1 仪器工作参数

质谱仪开机预热 72 h 以上, 点火。测量调谐液及铝标准溶液, 调整仪器参数, 在分辨率 300 (峰谷高度为峰高的 10%), 检测器计数模式下, 实时扫描峰形和峰高, 使质谱峰两侧对称、中间平坦, 低分辨率下铝灵敏度达 $2 \times 10^5\ \text{s}^{-1}/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$ 以上。然后进行三种检测模式的交叉校正, 完成低、中、高三种分辨率下的质量校正, 得到优化的仪器工作参数列于表 1。

表 1 仪器工作参数

Table 1 Working parameters of HR-ICP-MS

项目名称	参数值
雾化器	PFA 同心雾化器
雾室	PFA Scott 雾室
样品锥材料	铂锥
等离子功率/W	1 250
蠕动泵转速/($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)	5
炬管坐标(X,Y,Z)/mm	(4.5, 2.8, 0.3)
冷却气流速/($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	13.5
辅助气流速/($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	1.1
样品气流速/($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	1.1

2.2 溶液制备

2.2.1 标准溶液 为避免容量瓶中的铝在酸性条件下溶出, 导致配制的铝标准溶液浓度发生变化, 每次测量的标准溶液均是现配现用, 配制好后转移至洁净的塑料瓶中储存。标准溶液配制过程中的超纯水均由元素终端精制器生产。实验所用铝标准溶液为 $1\ 000\ \text{mg}/\text{L}$, 需多次稀释。首先用移液枪准确移取铝标准溶液 $500\ \mu\text{L}$ 于洁净的 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 以 0.5% (V/V) 高纯硝酸定容至刻度线, 得到 $5\ \text{mg}/\text{L}$ 的铝标准溶液。再将该溶液逐级稀释, 以 0.5% (V/V) 高纯硝酸溶液定容, 得到 5、10、20、50、 $100\ \mu\text{g}/\text{L}$ 铝标准溶液。

2.2.2 样品 将氯化锶 [^{89}Sr] 溶液用 0.5% (V/V) 药用盐酸溶液稀释至溶液总溶解固体 (TDS) 小于 $1\ 000\ \text{mg}/\text{L}$, 控制溶液中铝含量为 $10\ \mu\text{g}/\text{L}$ 量级。每个样品至少配制 2 个平行样, 测量时, 两个平行样数据相对偏差应小于 5%, 否则应重新制样测量, 直到两个样品平行为止。

2.3 测量

采用中分辨, triple 模式进行铝含量测量。钇作为内标, 50% 峰宽, 测量时需确保质谱峰居中, 两侧对称。每个样品测量至少 6 组, 每组 6 次。测量时, 样品进样时间大于 30 s。先测低浓度样品, 再逐一测量高浓度样品。每次测量高浓度样品后需使用 0.5% 硝酸冲洗仪器 2 min 以上, 避免样品间的交叉污染。

样品分析时, 首先测量 0.5% (V/V) 高纯硝酸和药用盐酸, 作为空白样品, 测量标准和样品溶液时分别予以扣除。然后再分别测量 0、5、10、20、50、 $100\ \mu\text{g}/\text{L}$ 铝标准溶液, 标准曲线应过零点, R^2 大于 0.999 5, 没有明显的异常点, 否则应重新配制或测量标准溶液。样品测量时, 应实时监测质谱峰, 确认质谱峰未明显偏离中心, 相对标准偏差应小于 2%, 否则应重新测量或制样。

3 结果与讨论

3.1 本底及扣除

微量铝含量测量时, 水和试剂中的铝本底会使测量结果偏大。特别是稀释倍数较大的样品, 铝本底会被放大。为此, 测量相关试剂和水

的铝本底,减小铝本底影响,并在计算时予以扣除。常用试剂、水和容器中的铝本底测量结果列于表2,从表2结果可知,去离子水、稀盐酸的本底均为每升微克级,因此测量时宜采用

超纯水,且待测样品中铝的浓度尽可能控制在10 μg/L以上。容量瓶浸泡后铝含量会增加,因此铝标准溶液现配现用,并尽快转移至塑料容器中。

表2 常用试剂和水中的铝本底

Table 2 The background of Al in reagent and water

常用试剂和水中铝浓度/(μg·L ⁻¹)						
超纯水	去离子水	自来水	0.5%药用盐酸	0.5%UP-S硝酸	玻璃容量瓶浸泡24 h增量	西林瓶浸泡24 h增量
0.2	2.3	5.7	6.1	5.5	5.1	0.9

为了减小微量铝测量的本底影响,在测量时应扣除本底。测量系列铝标准溶液时,测量值应扣除0.5%高纯硝酸本底再拟合标准曲线,所得标准曲线应接近通过原点,若纵坐标截距较大,则本底扣除不准确,需重新测量或制样。样品测量时,应制备流程空白,样品测量值需减去流程空白本底。

3.2 盐酸体系对铝含量测量的影响

用于质谱测量的样品一般采用硝酸体系,有利于减小多原子离子干扰和对仪器的腐蚀。但由于氯化锶^[89Sr]溶液是盐酸体系,在生产全流程中统一使用药用盐酸,为了在工艺样品和产品检验过程中不引入新的铝本底污染,提高工艺标准化和生产效率,测量时仍然采用相同的药用盐酸稀释。因此,需评价盐酸体系样品是否对铝含量测量有影响。

分别采用0.5%药用盐酸和0.5%硝酸配制相同浓度的铝溶液,并以相同的质谱参数测量样品中铝含量,对两种体系下铝的计数率进行比较,实验结果列于表3。由表3数据可知,相同浓度的铝在两种酸体系下的计数率一致,表明盐酸体系对铝含量测量无显著影响。采用盐酸体系后,为了减小氯离子对仪器的腐蚀,需控制样品中的盐酸浓度,采用PFA抗酸进样系统替换原有的石英进样系统,将镍锥更换为铂锥。

表3 盐酸和硝酸体系下铝的计数率

Table 3 The counting rate of Al in hydrochloric acid and nitric acid

体系	相同铝浓度(μg·L ⁻¹)				
	不同体系铝的计数率/10 ⁴ s ⁻¹				
	1	10	50	100	200
盐酸体系	1.42	14.5	70.4	140	279
硝酸体系	1.41	14.3	70.1	142	280

3.3 酸度对铝含量测量的影响

铝是两性金属,当溶液酸度太低时,会形成氢氧化铝胶体,造成溶液不均匀,测量信号波动较大,甚至堵塞进样管路;酸度过高时,又加大了氯离子对仪器的腐蚀。因此,需通过实验优选合适的盐酸浓度。

采用不同浓度的盐酸对样品进行稀释定容,配制的样品中均含有相同浓度的铝,分别测量不同样品中铝的计数率,测量结果列于表4。由表4中数据可知,直接用超纯水稀释定容,铝的计数率略小。0.5%盐酸体系下,铝计数率趋于稳定,样品澄清透明,测量过程中铝计数率稳定,震荡溶液质谱计数率无变化。因此,最终选择0.5%盐酸体系配制样品。

3.4 锶基体对铝测量的影响

由于质谱离子聚焦系统内的空间电荷效应导致质量歧视,基体离子排斥目标离子,重离子排斥轻离子,从而影响目标离子传输效率,空间电荷效

表4 不同酸度时铝的计数率

Table 4 The counting rate of Al in different concentration of hydrochloric acid

不同盐酸浓度(V/V)时铝计数率/10 ⁴ s ⁻¹					
超纯水	0.01%	0.5%	1%	3%	5%
69.9	70.0	70.4	70.4	70.5	70.5

应是电感耦合等离子体质谱基体效应的主要根源,在基体离子的质量大于分析离子时尤为严重。

本次测量的氯化锶 ^{89}Sr 原料是由 $^{88}\text{Sr}_2\text{CO}_3$ 辐照产生,因此样品中的主要基体为锶,稀释待测样品中锶的浓度约为100 mg/L量级,铝约为10 $\mu\text{g/L}$ 量级,浓度相差约4个量级,部分样品接近5个量级。锶离子质荷比大于铝离子,更加

剧了基体效应。为此需研究基体效应对铝测量的影响,并加以修正。配制锶基体浓度不同的系列铝标准溶液,锶浓度分别为0、0.1、1、10、100、1 000 mg/L,系列标准中铝浓度均为20 $\mu\text{g/L}$ 。测量铝计数率,结果列于表5。从表5结果可知,锶基体浓度超过10 mg/L后,对测量结果的影响较大,需采用内标法进行修正。

表5 不同锶基体浓度下20 $\mu\text{g/L}$ 铝的计数率

Table 5 The counting rate of 20 $\mu\text{g/L}$ Al in different strontium concentration

不同锶基体浓度下(mg/L)铝的计数率/ 10^4 s^{-1}					
0	0.1	1	10	100	1 000
30.2	30.3	29.4	28.7	25.5	20.3

3.5 内标的选择

内标法是用待测元素与内标元素在仪器上对应的信号比来补偿分析信号的波动,能有效降低基体效应和仪器波动的影响,以提高测定的精密度和准确度。根据常用的内标元素选择原则,选择质量数、第一电离能相近的元素,并重点考虑样品中没有的元素,最终选取Sc、Ge、Y、Rh、In、Bi作为备选内标元素开展对比实验。分别配制两份5、50、200 $\mu\text{g/L}$ Al标准溶液,其中一份加入1 g/L 锶基体。使用在线内标分别测量无基体和有基体时铝和内

标元素的计数率,计算有基体时的信号响应率,实验结果列于表6。从表6中可知,钇(Y)与铝在加入基体后的信号响应率最为接近,钪(Sc)次之。因此,优选钇作为内标元素,修正基体对样品的影响。

3.6 质谱干扰及排除

铝测量的主要质谱干扰列于表7。由表7可知, $^{54}\text{Fe}^{++}$ 与 $^{27}\text{Al}^+$ 质量相差最小,为0.012 u。根据分辨率定义可知,将 $^{54}\text{Fe}^{++}$ 分开要求分辨率大于2 250。因此,仪器设置为分辨率4 000(峰谷高度为峰高10%),可将所有干扰分开。

表6 锶基体中铝及内标元素的信号响应率

Table 6 The response rate of Al and internal standard elements in strontium substrate

Al 浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	信号响应率						
	Al	Sc	Ge	Y	Rh	In	Bi
5	66%	58%	40%	70%	33%	35%	20%
50	67%	58%	42%	66%	33%	34%	20%
200	65%	57%	43%	66%	34%	36%	22%
平均值	66%	58%	42%	67%	33%	35%	21%

表7 铝的质谱干扰及质量

Table 7 The mass and mass spectrum interference of Al

离子	$^{27}\text{Al}^+$	$^{54}\text{Cr}^{++}$	$^{54}\text{Fe}^{++}$	$^{11}\text{B}^{16}\text{O}^+$	$^9\text{Be}^{18}\text{O}^+$
质量/u	26.981 54	26.969 44	26.969 81	27.004 22	27.011 34

本实验采用高分辨质谱,其特有的电场和磁场双聚焦分析器具备 10^4 的分辨率,可将常见的复合离子、双电荷离子等干扰分开。而常

规的四极杆质谱只有约500的分辨率,只能通过碰撞/反应池排除部分干扰,干扰排除能力较弱。因此,高分辨电感耦合等离子体在铝测量

时的抗干扰能力强,具有独特优势。

3.7 灵敏度及检出限

HR-ICP-MS 分辨率越高,则灵敏度越低,即选择性和灵敏度二者不可兼得。根据优化的质谱条件,在分辨率为 4 000 时测量铝的灵敏度为 $1.82 \times 10^4 \text{ s}^{-1}/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$ 。

根据检出限定义,对样品制备全流程空白测量 11 次,3 倍标准偏差即为铝测量的检出限。样品测量时,主要为分取、稀释、定容等操作,全流程空白主要基体为 0.5% 盐酸。测量结果列于表 8。从表 8 中数据可知,方法检出限为 39 ng/L,决定测量方法检出限高低的关键因素为流程空白中的铝本底。

表 8 方法检出限测量值

Table 8 The measured value of detection limits in the established method

流程空白计数率/ 10^4 s^{-1}	标准偏差/ s^{-1}	检出限/ $(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$
5.19	239	39

3.8 测量结果

根据优化的质谱条件,设置分辨率为 4 000,得到铝的标准曲线,如图 1 所示, R^2 为 0.999 95。从氯化锶^[89Sr]原料中移取微升级样品稀释 10^3 倍初测浓度,然后根据标准曲线范围和仪器最佳响应范围计算合适的稀释倍数,再次移取适量原料准确定容稀释后上机测量,稀释后样品中铝浓度控制在 $10 \mu\text{g}/\text{L}$ 量级。某批次氯化锶^[89Sr]原料测量数据列于表 9。从表 9 中数据可知,原料中铝含量为 $0.52 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。若按

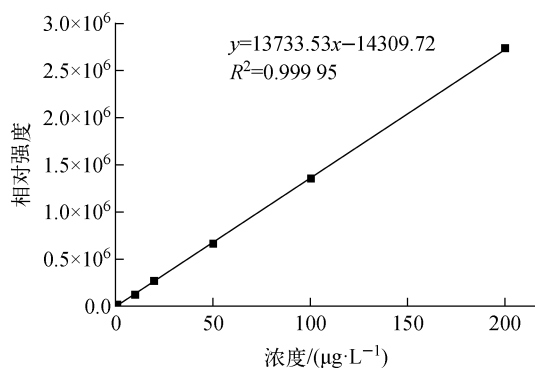


图 1 铝标准曲线

Fig. 1 The standard curve of Al

照《中国药典》2020 版的“放射性浓度不小于 $3.7 \times 10^7 \text{ Bq}/\text{mL}$ ”要求^[1]进行等效计算,本批次产品中铝含量为药典要求 ($2 \mu\text{g}/\text{mL}$) 的 $1/40$,远低于国内外药典指标要求^[1-4]。

表 9 氯化锶^[89Sr]原料中铝含量测量结果

Table 9 Result of Al concentration in the raw material of strontium chloride^[89Sr]

检测项	铝含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	锶含量/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	比活度/ $(\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1} \text{Sr})$	放射性 浓度/ $(\text{Bq} \cdot \text{mL}^{-1})$
测量值	0.52	37.28	1.09×10^{10}	4.07×10^8

3.9 不确定度评定

氯化锶^[89Sr]溶液中铝含量测量的不确定度分量分别为样品定容、标准溶液配制、标准曲线拟合、测量重复性、试剂空白,其相对不确定度分别为 0.05%、0.1%、2%、1%、0.04%,相对扩展不确定度为 4.5% ($k=2$)。

4 结论

以 0.5% 盐酸体系稀释氯化锶^[89Sr]溶液至总溶解固体小于 $1 \text{ g}/\text{L}$,4 000 分辨率下,选择钇为内标元素,该方法测量铝的检出限为 39 ng/L,测量相对扩展不确定度为 4.5% ($k=2$)。

本研究工作在国内首次开展并成功应用于实际生产,实现了高基体氯化锶^[89Sr]原料中的微量铝含量测量。与药典方法相比,本文基于 HR-ICP-MS 建立的测量方法具有灵敏度高、检出限低、分析速度快、操作简单、样品消耗量小等优点,满足氯化锶^[89Sr]原料生产工艺改进和产品质量控制需求,该方法还可应用于 $^{88}\text{Sr}_2\text{CO}_3$ 靶料、氯化锶^[89Sr]注射液中铝含量的检验。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典,一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2020:1893.
- [2] Kevin M G. British Pharmacopoeia 2017[S]. London: The Stationery Office, Radiopharmaceutical Preparations, 2016.
- [3] European Pharmacopoeia[S]. Strasbourg, France: European Directorate for the Quality of Medi-

- cines & Health Care, EP9 Edition; 2017; 1181.
- [4] The United States Pharmacopoeia40, The National Formulary 35[S]. North Bethesda, Maryland, United States; The United States Pharmacopoeial Convention, 2016; 6235-6236.
- [5] 韩笑, 李佳琳, 张美瑄, 等. 槲皮素分光光度法测定食品中铝含量[J]. 包装与食品机械, 2019, 37(6):68-72.
Han Xiao, Li Jialin, Zhang Meixuan, et al. Spectrophotometric (quercetin) method for the determination of aluminum in food[J]. Packaging and Food Machinery, 2019, 37(6): 68-72 (in Chinese).
- [6] 吴志丹, 江福英, 尤志明, 等. 连续5年配施有机肥茶园土壤活性铝含量变化状况[J]. 土壤, 2019, 51(6):1070-1077.
Wu Zhidan, Jiang Fuying, You Zhiming, et al. Variation of active aluminum content in tea garden soil with manure applied for 5 years[J]. Soil, 2019, 51(6): 1070-1077(in Chinese).
- [7] 徐玲萍, 刘秀群, 张芳芳, 等. 高效测定淀粉制品中铝含量的分光光度法[J]. 中国食品添加剂, 2019, 30(11):173-177.
Xu Lingping, Liu Xiuqun, Zhang Fangfang, et al. The spectrophotometry methods of more efficiently detecting aluminum in the starch product [J]. China Food Additives, 2019, 30(11): 173-177(in Chinese).
- [8] 刘越, 李尔春, 张潇, 等. 食品中铝含量国标测定法的改进[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(16):5459-5464.
Liu Yue, Li Erchun, Zhang xiao, et al. Improvement of national standard method for determination of aluminum in food [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2019, 10(16): 5459-5464(in Chinese).
- [9] 杜兴, 郭舒岗, 郝晓宏, 等. 油条中铝含量的测定[J]. 实用医技杂志, 2019, 26(5):554-555.
Du Xing, Guo Shugang, Hao Xiaohong, et al. Determination of aluminum content in oil strips [J]. Journal of Practical Medical Techniques, 2019, 26(5): 554-555(in Chinese).
- [10] 上海原子科兴药业有限公司. 石墨炉原子吸收光谱测氯化铍溶液中铍、铝含量的方法: CN201110223000.4[P]. 2013-02-06.
- [11] 许金媛, 熊晓辉, 游京晶, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定面制食品中的铝含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(14):3784-3787.
Xu Jinyuan, Xiong Xiaohui, You Jingjing, et al. Determination of aluminum element in flour products by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2018, 9(14): 3784-3787(in Chinese).
- [12] 杨小珊, 赵博. 电感耦合等离子体发射光谱法检测蜂蜜中铝含量[J]. 中国药业, 2019, 28(8):22-23.
Yang Xiaoshan, Zhao Bo. Content determination of aluminum in honey by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry [J]. China Pharmaceuticals, 2019, 28(8): 22-23 (in Chinese).
- [13] 徐冲, 赵立琴, 李玉丹, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定面制品中铝含量的不确定度评定及方法改进[J]. 中国粮油学报, 2019, 34(11): 120-127.
Xu Chong, Zhao Liqin, Li Yudan, et al. Evaluating uncertainty and improving methods of determination of aluminum in flour product by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry [J]. Journal of The Chinese Cereals and Oils, 2019, 34(11): 120-127(in Chinese).
- [14] 姜爱芳. 电感耦合等离子体原子发射光谱法对蔗糖铝中铝含量的测定[J]. 首都食品与医药, 2020, 27(2):187-188.
Jiang Aifang. Content determination of Al element in sucralfate chewable tablets by ICP-OES [J]. Capital Food Medicine, 2020, 27(2): 187-188(in Chinese).