

不同消解方式对电感耦合等离子体质谱法测定水产品中无机元素的影响

段元慧^{1,2}, 宁劲松^{1,2*}, 翟毓秀^{1,2}, 尚德荣^{1,2}, 赵艳芳^{1,2}

(1. 中国水产科学研究院黄海水产研究所, 青岛 266071; 2. 国家水产品质量监督检验中心, 青岛 266071)

摘要: **目的** 为研究不同消解方法对水产品中重金属元素测定的影响, 找到最佳的前处理方法。分别采用高压消解罐消解、微波消解和湿法消解 3 种方法对紫菜(GBW10023)、扇贝(GBW10024)、大虾(GBW10050)等成分分析标准物质进行前处理。**方法** 在电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)优化条件下, 测定 3 种标准物质 3 种消解方法的 9 种元素(Pb、Cd、Cr、As、Sn、Ni、Cu、Mn、Sr)含量, 与标准参考值做对比, 并测定各元素的回收率。**结果** 3 种消解方法的测定结果基本在参考范围内, 消解效果均较为理想, 而微波消解法消解最彻底且消解液澄清, 所受环境干扰最小, 测定值更接近参考值, 回收率也基本在 90%~105%之间, 较为理想; 紫菜标物的湿法消解和高压消解罐消解法中均有剩余残渣; 且湿法消解的回收率结果较不理想; 9 种元素标准曲线的线性关系较好, 相关系数均大于 0.999, 仪器灵敏度、精准度较高。**结论** 综合比较认为, 微波消解法更适合扇贝、大虾、紫菜等水产品中无机元素测定的前处理要求。

关键词: 高压消解罐消解; 微波消解; 湿法消解; 电感耦合等离子体质谱法

Effect of different digestion methods on the determination of inorganic elements in aquatic products by inductively coupled plasma mass spectrometry

DUAN Yuan-Hui^{1,2}, NING Jin-Song^{1,2*}, ZHAI Yu-Xiu^{1,2}, SHANG De-Rong^{1,2}, ZHAO Yan-Fang^{1,2}

(1. Yellow Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Qingdao 266071, China;
2. National Aquatic Product Quality Supervision and Inspection Center, Qingdao 266071, China)

ABSTRACT: Objective To investigate the effects of 3 kinds of digestion methods (high pressure closed-vessel digestion, microwave digestion and platen heating digestion) on analysis of inorganic element in the national standard reference material laver (GBW10023), scallop (GBW10024) and prawn (GBW10050). **Method** Three kinds of national standard reference material mentioned above were digested respectively with 3 methods and were analyzed for 9 types of elements (Pb, Cd, Cr, As, Sn, Ni, Cu, Mn, and Sr) by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) under its optimized model. The result was compared with the reference value and the recovery of each element measured. **Results** The results suggested that the testing

基金项目: 国家标准制定项目(20110929-T-326)、现代农业产业技术体系建设专项资金(CARS-50)

Fund: Supported by the National Standard Setting Project(20110929-T-326) and Special Funds for the Construction of modern agricultural industry technology system(CARS-50).

*通讯作者: 宁劲松, 硕士, 助理研究员, 研究方向为水产品质量安全。E-mail: ningjs@ysfri.ac.cn

*Corresponding author: NING Jin-Song, Research Assistant, Yellow Sea Fisheries Research Institute Chinese Academy of Fishery Sciences, National Center for Quality Supervision & Test of Aquatic Products, No.106, Nanjing Road, Shinan District, Qingdao 266071, China. E-mail: ningjs@ysfri.ac.cn

value of 3 methods brought into correspondence with standard value in certified reference material. Basically, anyone of 3 digestion methods was valid, but the microwave digestion was the most complete method and its digestion solution was most clarified, and it suffered minimal environmental interference, the measured value is closer to the reference value. The recovery is also substantially between 90%~105%, which was preferable. The laver standard material had the remaining residue both in the other 2 digestion methods. Correlative coefficient of the calibration curves was over 0.999 by using ICP-MS determination of 9 types of elements. The sensitivity and accuracy of ICP-MS were satisfied. **Conclusion** The method of microwave digestion was first recommended to digest the aquatic product such as scallop, prawn, laver and so on.

KEY WORDS: high pressure closed-vessel digestion; microwave digestion; wet digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry

1 引言

近年来,随着人们对食品安全的重视和环境污染问题的日益突出,水产品中的金属污染已经成为全世界普遍关注的卫生问题^[1,2],因此,建立一种快速、高效、低耗的多元素分析方法成为金属元素分析的发展方向^[3]。在样品的消解—检测过程中,影响元素测定的主要因素为操作的客观因素、样品的前处理方法和试剂的选择以及基体效应,而样品的消解方法对定量分析的影响较大、较直接^[4],目前水产品中无机元素分析测定时最常用的三种预处理方法为高压消解罐消解、微波消解和湿法消解^[5]。湿法消解的设备简单,操作简便,且能够批量消解,但其耗时较长、物耗较大,敞开式消解致使元素易受污染和损失,重复性较差;高压消解罐方法属于高压密闭体系,减少了环境对测定结果的影响,但同样耗时长,需要赶酸,对于难以溶出的元素消解效果不佳,且对设备耐受度要求高;微波消解是在密闭环境下以控温为主的内加热模式,高能微波能够迅速使样品分子极化,并在高速交变的磁场作用下破坏分子的稳定性,进而将样品彻底软化消解。微波消解法快速便捷,受环境影响小,重复性好,但其过程繁琐,仅能小批量消解。总之三种前处理方法各有优缺点。本文作者利用三种预处理方式分别处理紫菜、大虾、扇贝等具代表性的水产品国家标准成分分析物质,然后在电感耦合等离子体质谱(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)仪器优化条件下分析其中的Pb、Cd、Cr、As、Sn、Ni、Cu、Mn、Sr等元素,探究最佳的水产品中无机元素分析的前处理方法。

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)是目前比较

成熟的元素分析技术,不仅分析灵敏度高、稳定性好、抗干扰能力强,且能够多元素同时测定,分析所需时间较短,在水产品无机元素的分析中具有较强的实用性和可操作性^[1]。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

实验所用的主要试剂和仪器见表 1、表 2。

实验所用的器皿均用 15%硝酸浸泡 24 h,超纯水冲净晾干后备用。

2.2 消解方法

按照标准物质样品紫菜、大虾、扇贝的标准物质认定证书上的预处理方式,将样品置于 80 °C烘箱中烘 4 h 后称重消解。每种样品每种消解方式均做 7 组平行实验。

2.2.1 高压消解罐消解

称取烘干后的样品 0.5 g(精确到 0.0001 g)置于压力消解内罐中,加入浓硝酸 5 mL,盖上内盖,冷消解过夜,然后旋紧外套,置于恒温干燥箱中,80 °C保持 2 h,120 °C保持 2 h,160~170 °C保持 4 h。消解完毕后冷却至室温,打开消解罐,置于电热板上将棕色气体赶尽后用二次水转移至 25 mL 容量瓶中,定容,混匀备用^[6]。同时做试剂空白实验。

2.2.2 湿法消解

准确称取 1 g(精确到 0.0001 g)试样于消解管中,加入 10 mL 浓硝酸和 2.5 mL 高氯酸,混匀,置于通风橱中的消化炉上,120 °C保持 1 h,升温至 150 °C保持 2 h,升温到 170 °C至棕色气体消失,溶液变为无色透明,继续升温至 210 °C赶酸,直至剩下 1~2 mL 无色透明溶液^[6]。若消解过程中消解液变棕黑色,可补

表1 实验所用试剂
Table 1 The reagents used in the experiment

试剂名称	规格	备注
紫菜成分分析标准物质	GBW10023	地球物理地球化学勘查研究所
大虾成分分析标准物质	GBW10050	地球物理地球化学勘查研究所
扇贝成分分析标准物质	GBW10024	地球物理地球化学勘查研究所
27种元素混合标准溶液	10 mg/L	Sigma 试剂公司
砷单元素标准溶液	1000 mg/L	Sigma 试剂公司
锡元素标准溶液	100 mg/L	Sigma 试剂公司
内标溶液	10 mg/L	美国 PerkinElmer 公司
调谐液	1 μg/L	美国 PerkinElmer 公司
硝酸	优级纯	国药集团化学试剂有限公司
高氯酸	优级纯	北京化工厂
过氧化氢	优级纯	国药集团化学试剂有限公司
高纯氩	>99.99%	青岛惠合空分化工有限公司

表2 实验所用的主要仪器
Table 2 The main instruments for the experiment

所用仪器	厂家
电感耦合等离子体质谱仪 DRC II	美国 PerkinElmer 仪器公司
鼓风恒温干燥箱	上海普成分析仪器厂
微波消解仪	美国 CEM 公司
消化炉	江苏省宜兴市科教仪器研究所
高压消解罐	郑州予华仪器制造有限公司
电热板	莱伯泰科(Labtech)有限公司
电子分析天平	德国赛多利斯公司
超纯水系统	密理博公司

加适量硝酸,直至冒白烟,消化液呈无色透明或略带黄色,冷却到室温后用超纯水定容至 50 mL,混匀备用;同时做试剂空白实验。

2.2.3 微波消解

准确称取烘干后的紫菜、大虾、扇贝标准样品 0.2~0.5 g(准确到 0.0001 g)至洗净的消解罐内罐中,加入 5 mL 浓硝酸摇匀冷消解过夜后再加入 1 mL 过氧化氢密封,然后置入微波消解系统,按表 3 设置程序进行消解^[7]。待消解结束,系统冷却后,将内罐取出,缓慢打开罐盖排气,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在控温电热板上或超声水浴箱中,于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,用超纯水将消化液定容至刻度 25 mL 或 50 mL,混匀备用;同时做试

剂消解空白实验^[8,9]。

2.3 回收率实验

分别向扇贝、大虾和紫菜标准物质样品中加入一定水平的 9 种元素的标准溶液,其中混合标准溶液中不包括砷和锡元素,需单独添加,加标量应尽量与样品中的含量相近^[10]。由于是多元素同时测定,各元素之间浓度差别较大,固加标量无法满足所有元素要求。先将 10 mg/L 的混合标准溶液稀释为 1 mg/L,分别向扇贝、大虾标准物质样品中加入 0.5 mL 的 1 mg/L 混合标准溶液,向紫菜标准物质样品中加入 1 mL 的 1 mg/L 混合标准溶液,将加标后的样品分别利用高压消解罐法、微波消解法和湿法消解进行前处理,

定容后上机测定, 分别计算三种标准物质三种消解方法的加标回收率。每个加标回收做 3 次平行实验。

表 3 微波消解程序
Table 3 The microwave digestion procedure

步骤	功率/W	目标温度 /°C	爬坡时间 /min	保持时间 /min
1	800	120	10	5
2	1200	150	5	10
3	1600	180	5	15

紫菜成分分析标准物质(GBW10023)和市售紫菜样品的性状差别较小, 而扇贝和大虾成分分析标准物质与扇贝、大虾等实际样品(鲜样)的性状差别较大, 为避免样品性状对消解效果的影响, 了解实际样品的测定回收率, 按照同样的实验方法测定扇贝、大虾实际样品的加标回收率。

2.4 仪器分析条件

电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)的优化工作条件如表 4 所示:

表 4 ICP-MS 实验参数
Table 4 The instrument parameters of ICP-MS

仪器参数	数值
射频功率(RF)	1500 W
等离子体气流量	15.00 L/min
雾化气流量	0.92 L/min
辅助气流量	1.2 L/min
雾化器	同心雾化器
雾室	Ryton 雾室
样品提取速度	2 mL/min
采样锥/截取锥	镍锥
蠕动泵速	20 rpm
延迟时间	1 min
透镜电压	6.0 V
脉冲电压	1000 V
模拟电压	-1800 V
重复读取次数	3 次

2.5 样品测定

2.5.1 元素质量数及内标元素的选择

元素的 ICP-MS 测定一般选择相对干扰较少、丰

度较大的同位素质量数。为减小测定的基体干扰, 选用内标法定量, 内标溶液的选择一般是样品溶液中不含有该溶液, 且与分析元素的质量数接近, 电离电位相近, 常用的内标元素有 Li、Sc、Ge、Y、Rh、In、Tb、Ho、Bi。将内标溶液用 1% 的硝酸溶液稀释为 10 μg/L 备用。样品待测元素推荐使用的质量数及内标元素如表 5 所示:

表 5 待测元素质量数及内标元素
Table 5 The recommended mass number and internal standard of elements

分析元素		内标元素	
Cr	52	Sc	45
Mn	55		
Ni	60		
Cu	63	Ge	73
As	75		
Sr	88		
Cd	111	Rh	103
Sn	118		
Pb	208	Bi	209

2.5.2 测定

将标准溶液储备液用 1% 硝酸稀释成适当的浓度梯度的标准系列工作溶液, 可依据样品溶液中元素质量浓度水平, 适当调整标准系列各元素质量浓度范围; 以 1% 硝酸溶液为空白溶液, 分别注入电感耦合等离子体质谱仪中, 内标溶液用蠕动泵在线加入, 用一个 Y 接头与样品溶液混合。测定待测元素分析谱线的强度信号响应值, 以待测元素的浓度为横坐标, 待测元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标, 绘制标准曲线。

将试样溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中, 内标溶液同样用蠕动泵在线加入, 测定待

测元素分析谱线强度的信号响应值与对应内标元素响应信号值的比值, 根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度, 平行测定 3 次。同时做空白实验。

3 结果与讨论

3.1 成分分析标准物质的测定结果

采用扇贝国家标准物质对方法的准确性进行验证和考察, 通过三种不同前处理方法消解标样, 每种

方法做7次平行试验,3次重复测定9种元素的含量,其测定平均值与参考值的比较见表6所示。

3种前处理方法测定9种元素(Pb、Cd、Cr、As、Sn、Ni、Cu、Mn、Sr)的标准曲线线性关系较好,相关系数 r 均大于0.999。3种消解方法的测定结果基本在参考范围内,消解效果均较为理想,精密度较好,而微波消解法的测定值更接近参考值^[11],其次为高

压罐消解法;而传统湿法消解为敞开放式消解,元素易受到污染和损失,受实验环境的影响较大,精密度相对较差^[12]。

同样对大虾、紫菜标准物质进行准确性验证和考察,高压消解罐法、湿法消解和微波消解三种方法分别进行7次平行实验,3次重复测定9种元素的含量,其测定平均值与参考值的比较如表7、表8所示。

表6 3种方法的扇贝 ICP-MS 测定值与参考值($n=7$)
Table 6 Three methods of scallop by icp-ms determination value and reference value($n=7$)

元素	高压消解罐消解		湿法消解		微波消解		标准值	不确定度	单位(质量分数)
	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD			
Pb	0.16	0.29	0.22	2.6	0.15	0.2	(0.12)	/	10^{-6}
Cd	1.18	1.86	1.24	2.15	1.12	1.16	1.06	0.1	10^{-9}
Cr	0.33	5.80	0.36	8.32	0.31	2.15	0.28	0.07	10^{-6}
As	4.0	3.64	4.62	6.26	4.1	2.79	3.6	0.6	10^{-6}
Sn	0.15	0.52	0.11	4.01	0.12	0.41	(0.13)	/	10^{-6}
Ni	0.35	1.92	0.41	2.79	0.33	0.14	0.29	0.08	10^{-6}
Cu	1.42	3.12	1.61	2.63	1.39	2.52	1.34	0.18	10^{-6}
Mn	20.1	5.56	20.9	7.87	19.6	0.32	19.2	1.2	10^{-6}
Sr	6.21	1.03	6.82	4.13	6.6	1.80	6.5	0.4	10^{-6}

表7 3种方法的大虾 ICP-MS 测定值与参考值($n=7$)
Table 7 Three methods of prawn icp-ms determination value and reference value ($n=7$)

元素	高压消解罐消解		湿法消解		微波消解		标准值	不确定度	单位(质量分数)
	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD			
Pb	0.22	0.25	0.29	2.19	0.23	1.18	0.20	0.05	10^{-6}
Cd	0.038	0.36	0.041	1.44	0.039	1.90	0.039	0.002	10^{-6}
Cr	0.40	3.1	0.45	1.22	0.36	0.9	0.35	0.11	10^{-6}
As	2.8	1.2	2.88	2.11	2.65	1.8	(2.5)	/	10^{-6}
Sn	0.027	2.09	0.025	0.36	0.023	0.65	(0.024)	/	10^{-6}
Ni	0.23	0.22	0.26	2.94	0.24	1.2	(0.23)	/	10^{-6}
Cu	10.5	1.8	11.2	7.74	10.8	1.93	10.3	0.7	10^{-6}
Mn	9.0	1.16	9.3	4.2	9.1	1.51	8.9	0.3	10^{-6}
Sr	21	0.62	22	1.29	20	0.65	20	2	10^{-6}

表 8 3 种方法的紫菜 ICP-MS 测定值与参考值($n=7$)
Table 8 Three methods of laver by ICP-MS determination value and reference value($n=7$)

元素	高压消解罐消解		湿法消解		微波消解		标准值	不确定度	单位(质量分数)
	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD	\bar{x}	RSD			
Pb	2.12	0.39	2.32	1.03	2.1	0.41	2.05	0.15	10^{-6}
Cd	0.58	5.62	0.61	5.21	0.60	4.15	0.57	0.05	10^{-9}
Cr	2.62	4.5	2.66	2.36	2.6	0.95	2.4	0.4	10^{-6}
As	30.1	1.75	34.9	2.43	28.3	0.82	27	6	10^{-6}
Sn	0.16	0.82	0.15	1.21	0.18	1.12	(0.2)	/	10^{-6}
Ni	2.41	2.1	2.95	5.65	2.41	3.23	2.25	0.18	10^{-6}
Cu	13.2	4.12	15.2	8.15	13.0	3.1	12.2	1.1	10^{-6}
Mn	69.1	0.3	73.2	3.6	68.5	0.16	68	3	10^{-6}
Sr	23.7	1.2	21.9	5.25	22.5	0.45	24	2	10^{-6}

3 种消解方法同样能够满足大虾和紫菜的前处理要求, 但由于紫菜无机盐含量较高, 湿法消解后消化管底部有白色残渣, 多次加酸继续消解后仍存在, 需过滤后测定。测定结果如表 8 所示, 测定结果基本在参考范围内, 其中微波消解的测定结果更接近标准值, 其次为高压消解罐法, 湿法消解相对其他两法偏差稍大^[13]。所测 9 种元素中 Cu、Mn 等元素受消解方法的影响较为明显。Cd 较易消解, 三种方法的消解效果差别不大。

3.2 回收率实验结果

分别测定扇贝、大虾、紫菜标准成分分析物质 3 种消解方法的加标回收率结果平均值如表 9 所示:

3 种水产品标准物质 3 种消解方法的加标回收率在 85.2%~112.3%之间, 如图 1 所示, 其中大部分在 90%~105%之间, 基本在可接受范围内, 微波消解法的加标回收率在 90%~105%区间的比例最大, 达 85%以上^[14]; 高压消解罐法在此范围内的比例也较高, 而湿法消解在此范围内的比例仅为 60%, 在<90%、>105%范围内的比例均较高, 由此可见, 对于扇贝、大虾和紫菜等水产品, 湿法消解的加标回收率不如其他两种消解方法理想^[11]。

扇贝和大虾实际样品的加标回收率实验结果如表 10 所示, 其结果与扇贝、大虾标准成分分析物质的加标回收率结果一致, 即微波消解法的回收率最为理想, 回收率多集中在 90%~105%之间, 仅有砷元素(As)回收率大于 105%, 相对标准偏差均小于 10%, 高压消解罐法消解效果次之, 湿法消解的回收率测定结果最差, 重复性较差, 敞开放式消解明显受到环境干扰。

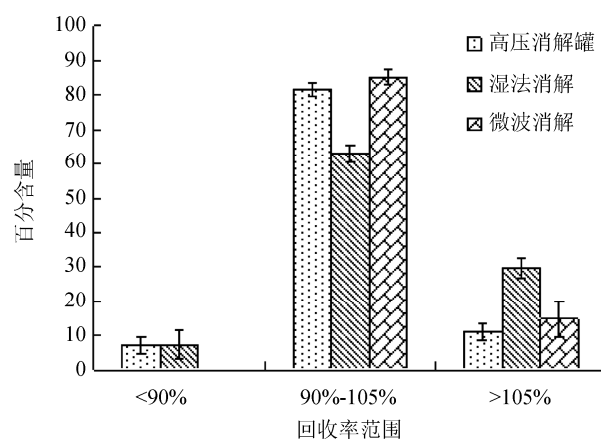


图 1 3 种消解方法的加标回收率区间分布

Fig. 1 The recovery interval distribution of 3 kinds of digestion methods

表9 标准成分分析物质加标回收率实验结果($n=3$)
Table 9 The recovery experiment results of national standard reference material ($n=3$)

元素	高压消解罐消解			湿法消解			微波消解		
	扇贝	大虾	紫菜	扇贝	大虾	紫菜	扇贝	大虾	紫菜
Pb	102.6	99.1	98.2	107.5	100.2	99.6	100.8	99.2	102.7
Cd	99.5	102.3	100.5	96.2	101.5	98.5	97.2	105.8	103.5
Cr	88.6	95.3	87.3	85.2	95.3	105.3	95.6	94.1	102.3
As	108.2	108.6	104.9	105.1	89.8	107.6	104.9	92.5	108.9
Sn	103.9	92.6	98.3	95.1	99.6	94.5	96.3	95.6	104.5
Ni	100.3	95.8	97.8	102.3	93.1	95.8	102.5	91.3	99.8
Cu	102.5	103.2	110.6	105.9	105.4	112.3	93.5	99.1	109.7
Mn	99.5	94.3	101.0	100.6	91.3	105.6	105.3	98.7	94.1
Sr	104.6	100.6	99.5	99.3	94.5	102.9	101.8	102.3	97.9

表10 扇贝、大虾的实际样品加标回收率测定结果($n=3$)
Table 10 The recovery experiment results of actual scallop and prawn

元素	高压消解罐消解				湿法消解				微波消解			
	扇贝	RSD	大虾	RSD	扇贝	RSD	大虾	RSD	扇贝	RSD	大虾	RSD
Pb	102.5	0.2	98.9	2.1	107.5	1.9	101.8	3.9	101.6	0.2	98.7	3.1
Cd	99.6	3.2	92.5	1.6	103.3	2.6	95.3	4.1	99.1	3.2	99.2	0.8
Cr	90.1	8.5	89.3	5.6	105.8	8.3	110.6	9.8	102.6	4.5	103.5	3.9
As	106.9	4.3	104.9	8.6	109.5	10.2	108.9	11.3	106.5	5.1	106.2	4.3
Sn	95.5	6.2	95.8	1.7	100.5	4.2	105.5	2.6	95.3	2.1	95.8	0.6
Ni	98.5	0.9	101.8	3.6	91.6	8.6	88.9	5.9	92.3	2.9	99.7	2.6
Cu	105.6	2.3	96.7	4.6	105.2	5.5	106.5	2.3	99.5	0.9	98.9	1.1
Mn	92.5	1.6	98.5	0.9	99.9	5.6	95.8	5.1	102.4	1.1	101.3	1.1
Sr	103.9	3.1	95.2	1.1	105.6	4.9	106.5	6.3	100.5	1.2	97.5	2.3

4 结 论

研究发现,微波消解法更符合 ICP-MS 测定水产品中无机元素的前处理要求,其次为高压消解罐法,湿法消解试剂用量较大,消解时间较长,敞开式消解易引入杂质,试剂空白较高,加标回收率在 90%~105%之间的比例仅达 60%,重复性较差,不适合 ICP-MS 法测定水产品中无机元素的前处理要求。微波消解法属于密闭高压体系,减少了环境因素对测定结果的影响,重复性好,同时相对于湿法消解和高压消解罐法更节省时间和能源^[15],是水产品中无机元素分析的快速、高效、低耗的最佳前处理方法。

参考文献

- [1] 满兆红, 梁睿, 赵萍, 等. ICP-OES 法对水产品中重金属污染状况监测分析[J]. 食品科技. 2015,40(04): 361-366.
Man ZH, Liang R, Zhao P, *et al.* Analysis and evaluation on the contamination status of heavy metal in fresh aquatic product by ICP-OES [J]. Food Sci Technol, 2015, 40(04): 361-366.
- [2] Sivaperumal TV. Heavy metal concentrations in fish, shellfish and fish products from internal markets of India vis-a-vis international standards [J]. Food Chem, 2006, 2007(102): 612-620.
- [3] Willer CJ, Li Y, Abecasis GR. Metal: fast and efficient meta-analysis of genomewide association scans [J].

- Bioinformatics, 2010, 26(17): 2190–2191.
- [4] 付珑. 石墨炉原子吸收光谱法测定茶叶中铅时消解方法的选择[J]. 当代化工. 2013, 42(08): 1173–1174.
Fu L. Selection of digestion methods for determining lead in tea with graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Contemp Chem Ind, 2013, 42(08): 1173–1174.
- [5] 胡曙光, 苏祖俭, 黄伟雄, 等. 食品中重金属元素痕量分析消解技术的进展与应用[J]. 食品安全质量检测学报. 2014, 5(05): 1270–1278.
Hu SG, Su ZJ, Huang WX, *et al.* Progress and application in the digestion technology of trace heavy metal element determination in food [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(05): 1270–1278.
- [6] 聂容春, 罗乐, 王允雨, 等. 样品的消解方法对定量分析重金属元素的影响[J]. 河南农业科学. 2012, 41(11): 74–77.
Nie RC, Luo L, Wang YY, *et al.* Effect of digestion methods on quantitative analysis of heavy metal elements [J]. J Henan Agric Sci, 2012, 41(11): 74–77.
- [7] 陈国友, 杜英秋, 马永华, 等. 前处理方法对 3 种谷物样品总铝含量测定的影响[J]. 中国粮油学报. 2011, 26(10): 114–117.
Cheng GY, Du YQ, Ma YH, *et al.* Impact of pre-treatment method on determination of total Al in samples of three cereals [J]. J Chin Cereal Oil Assoc, 2011, 26(10): 114–117.
- [8] 聂容春, 罗乐, 徐初阳, 等. 不同消解方法对定量研究样品中有毒有害元素的影响[J]. 现代化工. 2012, 32(08): 112–115.
Nie RC, Luo L, Xu CY, *et al.* Effect of different methods on quantitative research of toxic and harmful elements [J]. Mod. Chem Ind, 2012, 32(08): 112–115.
- [9] 陈春丽, 罗晓涓, 侯弈, 等. 微波消解法测定别克参中微量元素含量[J]. 中国实验方剂学杂志. 2014, 20(16): 80–82.
Chen CL, Luo XM, Hou Y, *et al.* Determination of trace elements in erythronium sibiricum's bulb by inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS) [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2014, 20(16): 80–82.
- [10] 李囡, 季玉玄, 周海燕. 不同消解方法对电感耦合等离子体质谱法测定土壤中砷含量的影响[J]. 广东化工. 2013, 40(09): 170–171.
Li N, Ji YX, Zhou HY. Determination of arsenic in soil samples by inductively coupled plasma-mass spectrometry with different digestion methods [J]. Guangdong Chem, 2013, 40(09): 170–171.
- [11] 王敏, 朱妙琴. 不同消解方式对火焰原子吸收光谱法测定婴儿配方奶粉中 Fe 含量的影响[J]. 浙江外国语学院学报. 2014, 9(05): 56–59.
Wang M, Zhu MQ. The influence of different digestion modes on Fe content in the formula milk powder determined by FAAS [J]. J Zhejiang Int Stud Univ, 2014, 9(05): 56–59.
- [12] 郭金芝, 李青, 王蕴馨, 等. 高压罐消解、微波消解与 ICP-MS 法测定粉条中的铝含量[J]. 中国卫生检验杂志. 2014, 24(20): 2893–2895.
Guo JZ, Li Q, Wang YX, *et al.* Determination of aluminum in vermicelli by high pressure tank digestion, microwave digestion and ICP-MS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2014, 24(20): 2893–2895.
- [13] Li Y, Demisie W, Zhang M. The function of digestive enzymes on Cu, Zn, and Pb release from soil in in vitro digestion tests [J]. Environ Sci Pollut R. 2013, 20(7): 4993–5002.
- [14] 郭中宝, 张艳妮, 代铮, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定硼硅酸盐玻璃中的硼等常见元素[J]. 岩矿测试. 2015, 1(01): 55–59.
Guo ZB, Zhang YN, Dai Z, *et al.* Determination of boron and other common elements in borosilicate glass by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. Rock Miner Anal, 2015, 1(01): 55–59.
- [15] 朱奕, 葛飞, 许雄飞. 微波消解 ICP-OES 法同时测定总悬浮颗粒物中多种重金属[J]. 环境科学导刊. 2013, 32(02): 112–115.
Zhu Y, Ge F, Xu XF. Determination of heavy metals in total suspended particulate by microwave-assisted digestion coupled with plasma spectroscopy(ICP-OES) [J]. J Environ Technol, 2013, 32(02): 112–115.

(责任编辑: 金延秋)

作者简介



段元慧, 硕士, 主要研究方向为食品安全质量控制。

E-mail: happy.yuanhui@163.com



宁劲松, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为水产品质量安全。

E-mail: ningjs@ysfri.ac.cn