

食品中重金属元素痕量分析消解技术的 进展与应用

胡曙光^{1,2*}, 苏祖俭¹, 黄伟雄¹, 梁旭霞¹, 陈明¹, 蔡文华¹, 王晶¹, 张学武¹,
汤柳英¹, 黄振波³, 彭盛辉⁴

- (1. 广东省疾病预防控制中心国家食品安全风险监测重金属参比实验室, 广州 511430;
2. 中山大学生命科学院, 广州 510275; 3. 河源市疾病预防控制中心, 河源 517000;
4. 梅州市疾病预防控制中心, 梅州 514071)

摘要: 食品中重金属元素痕量分析消解技术是分析过程中最关键的步骤, 直接关系到分析方法的优劣。本文概述了干灰化、湿式消解、微波消解和高压罐消解 4 种方法的原理和特点; 根据重金属元素特性, 探讨了的各种消解方法的适用范围、应用情况、最新进展及其对不同元素和检测仪器的适用性。本文表明: 1. 控制消解过程的污染, 降低样品空白值是重金属痕量分析质量控制的关键点; 2. 高压罐消解法和微波消解法的样品空白值低于湿式消解法和干灰化法; 3. 应根据元素特性、检测目的以及样品空白值大小选择合适的前处理消解方法: 食品中汞的测定宜采用高压罐消解或微波消解法, 食品中砷的测定最好采用湿式消解法, 食品中铅、镉、铜、镍、铝和硼的质量控制考核或本底值测定可采用高压罐消解和微波消解, 而日常检测或半定量测定可采用湿式消解。

关键词: 食品; 重金属; 痕量分析; 消解

Progress and application in the digestion technology of trace heavy metal elements determination in food

HU Shu-Guang^{1,2*}, SU Zu-Jian¹, HUANG Wei-Xiong¹, LIANG Xu-Xia¹, CHEN Ming¹, CAI Wen-Hua¹,
WANG Jing¹, ZHANG Xue-Wu¹, TANG Liu-Ying¹, HUANG Zhen-Bo³, PENG Sheng-Hui⁴

- (1. Reference Laboratory of Heavy Metals of National Food Safety Risk Monitoring, Center for Disease Control and Prevention of Guangdong Province, Guangzhou 511430, China; 2. School of Life Sciences, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510275, China; 3. Center for Disease Control and Prevention of Heyuan City, Heyuan 517000, China;
4. Center for Disease Control and Prevention of Meizhou City, Meizhou 514071, China)

ABSTRACT: The digestion technology in determination of trace heavy metal elements in food was the key step in the analysis process, which was directly related to the quality of the determination method. The principles and characteristics of dry ashing digestion, wet digestion, microwave digestion and high-pressure tank digestion methods were summarized in this paper. According to the characteristics of heavy metal element, applicable scope, application characteristics, the latest progress and applicability on detection instruments of var-

基金项目: 广东省医学科研基金课题项目(A2013068)

Fund: Supported by the Medical Scientific Research Fund Projects in Guangdong Province, China(A2013068)

*通讯作者: 胡曙光, 博士研究生, 副主任技师, 主要研究方向为食品检验与食品安全风险监测。E-mail: tony_hsg@163.com

*Corresponding author: HU Shu-Guang, Doctoral Candidate, Associate Chief Technician, Center for Disease Control and Prevention of Guangdong Province, No. 160, Qunxian Road, Dashi District, Guangzhou 511430, China. E-mail: tony_hsg@163.com

ious digestion methods were discussed. This conclusion was as follows: Controlling the pollution of digestion process and reducing the sample blank value were the key points of quality control of trace heavy metal elements determination; Sample blank values for high-pressure tank digestion and microwave digestion were lower than those for wet digestion and dry ashing digestion; According to the characteristics of elements, objective of detection and sample blank values, appropriate digestion methods were selected: Determination of mercury in food should adopt high pressure digestion or microwave digestion method; The determination of arsenic in food should adopt wet digestion; In addition, the assessment of the quality control for the determination of lead, cadmium, copper, nickel, aluminum and boron in food or the background value determination could adopt high pressure tank digestion and microwave digestion, and daily test or semi-quantitative determination could adopt wet digestion.

KEY WORDS: food; heavy metal; trace determination; digestion

1 引言

近年来,食品中有害重金属元素对人体的危害渐渐被人们所认识^[1,2]。世界各国制订了严格的食品中重金属限量^[3,4]指标,对食品中重金属元素痕量分析方法的准确性、选择性、灵敏度以及分析效率提出了较高的要求。而样品消解是重金属元素痕量分析过程中最关键的步骤,所需时间最长^[5],直接关系到分析方法的优劣。目前,食品中重金属元素痕量分析消解方法正向着快速、高效、低耗、低污染、微型化、自动化的方向发展。食品消解目的是消除基体干扰,浓缩待测组分,使样品能满足分析方法要求,对消解过程的要求是高效、简单,降低外来污染及被测物损失,避免空白值增大或不稳定,影响测定结果的准确性和精密度^[6]。

常见的食品消解方法有:溶解法、熔融法、烧结法、干灰化法、湿式消解、微波消解、压力罐消解等^[2,7]。溶解法主要针对的是基体中的主要成分为易溶性矿物质的样品,对于食品中重金属的检测并不适用。熔融法与烧结法一般是采用碱性试剂作为熔融剂,这对坩埚等器皿具有侵蚀作用,而且可能会引入较大的污染以及基体干扰,所以熔融法与烧结法不适用于食品中重金属的检测。有效、常用的消解方法为:干灰化法、湿式消解法、微波消解法和压力罐消解法。

2 干灰化法

干灰化法是利用高温对样品进行灰化分解,低温炭化至无烟后于马弗炉高温灼烧至完全,被测物以固态形式残存。方法优点有:步骤简单,易于操作

并可同时处理大量样品,能彻底破坏有机物,溶解残留物的酸用量少,样品溶液酸度低。缺点有:耗时长;挥发性元素易气化损失;某些元素易被坩埚滞留;易受环境污染。

2.1 干灰化法的应用

干灰化法适用于不会造成挥发损失的高沸点元素前处理^[8],如铬、铝、砷等:

a. 油炸样品中铝的测定,一般采用 800 °C 干灰化,高温可把共存的金属离子大部分气化去除^[9],同时解决了样品中油脂含量高、湿法难消化等问题^[10]。瓷质坩埚的主要成分铝硅酸盐会带来铝的污染,因此测定铝的样品需要选用石英坩埚^[11]。

b. 测定硼的样品灰化前,必须确保样品呈碱性,以防硼砂转化为硼酸,硼酸在高温时能与水蒸气一同蒸发,影响测定结果的准确性。一般采用 Na_2CO_3 作碱化剂^[12]。

c. 对测定总砷样品的灰化,高温可把低温不能消解的砷形态无机化,但需硝酸镁作为助熔剂提高熔样效果,轻质氧化镁作为砷吸收剂,高温逸出的砷被吸收形成不挥发的焦砷酸盐,焦砷酸盐易溶于水形成砷离子而被测定^[13]。

干灰化法不适合易挥发的元素,如汞;也不适用于与其周围的无机物反应而转变为易挥发性化合物的元素,如铜、铅、镉,这是因为食品中含有相当量的氯离子和磷酸根,在干灰化时铅、镉等金属会生成易于挥发的金属氯化物或磷酸盐,最终导致结果偏低^[14,15];轻质样品需注意炭化过程中燃烧过快导致样品飞溅造成的损失^[16]。

2.2 干灰化法的新进展

除了传统电加热马弗炉外,最近还出现了采用微波和红外为热源的马弗炉。传统马弗炉灰化样品一般需时4~6 h,而微波马弗炉只需10 min即可灰化完全,且无需炭化步骤就可直接灰化^[17,18],具有独到的优势:速度快、能耗少、效率高、重现性好、工作环境清洁,使操作者的安全防护得以提高。

3 湿法消解

湿法消解是在一定温度下,在氧化性酸(或非氧化性酸)存在下(必要时加入一些氧化剂或催化剂),借助化学反应分解试样,使待测组分以液态形式存在于溶液中。该方法优点为:设备简单,操作简便,效率高,多样品同时处理,易实现自动化。缺点为:消化过程敞开,需要较多试剂,消化所用的玻璃仪器对金属存在吸附和解吸作用,这些都会导致空白值较高。因此,在操作中应使用纯度高的酸和尽量少添加其他试剂,既要保证样品消化完全,又要尽量降低空白值^[19,20,21,22]。另外,敞开消化导致某些元素仍会气化损失。

3.1 湿式消解中酸消解体系

湿式消解中酸消解体系可分为单一的氧化性酸体系和多元混合酸体系。常见的多元混合酸体系有硝酸-高氯酸、硝酸-硫酸、硝酸-高氯酸-硫酸等^[23]。

3.1.1 单一硝酸体系

浓硝酸是最常用且是唯一可以单独使用的消解用氧化性酸^[24],在加热条件下可温和、缓慢、安全地分解绝大部分有机物。消解后,金属元素均以易溶于水的硝酸盐形式存在于溶液中。但是,单纯用硝酸对油脂或脂肪含量高的食品消解耗时长,且经常会出现炭化。因此,对于此类样品可采用干灰化法或多元混合酸体系进行消解。

3.1.2 硝酸-高氯酸体系

高氯酸在加热条件下是最强的氧化剂和脱水剂,能使有机物产生剧烈的分解反应,易造成燃烧、爆炸,因此高氯酸一般不单独用于消化,而是和硝酸配合使用。硝酸-高氯酸体系在加热条件下,消化快,氧化完全,尤其是高脂肪或高蛋白样品的理想消解方法^[25]。但是加入高氯酸会引入氯的干扰,对石墨炉或ICP-MS的测定造成不同程度的干扰。

3.1.3 硝酸-硫酸体系

热、浓的硫酸兼具强氧化性和强脱水性,高沸点

的硫酸在消解过程中不易挥发损失,可较快地分解试样,破坏有机物。硫酸常与硝酸配合使用,可提高消解温度和消解效果,硝酸对蛋白质分解效果好,且反应温和,而硫酸对糖类、脂肪分解效果好,两者配合起来,对食品样品的消化效果很好。但是,此体系的缺点是:很多金属元素会转化为难溶性硫酸盐造成损失,特别是对于碱土金属的消解,不宜采用硫酸;其次,消解完成后,残留的高沸点硫酸较难去除;另外,硫酸的存在会对石墨炉或ICP-MS的测定造成一定的干扰。

3.1.4 硝酸-高氯酸-硫酸体系

基于高氯酸的强氧化性和硫酸的高沸点,在硝酸-高氯酸体系中加入硫酸,可在硝酸-高氯酸氧化基础上,提高体系沸点,也可提高此体系的氧化能力,氧化一般情况下不易氧化的样品。

3.2 湿式消解的应用

根据金属元素的特性和不同的仪器方法,可以选择不同的消解体系:

a. 原子吸收和ICP-MS的测定温度高,对样品消解的完全程度要求不高,只需样品消解后溶液均一稳定,而原子荧光测定的原子化温度低,要求样品消解彻底;

b. 采用ICP-MS分析样品,可采用单一硝酸体系,因为高氯酸、硫酸会产生大量的多原子离子干扰,并且硫酸难在等离子体中解离,会腐蚀破坏仪器;

c. 采用石墨炉原子吸收测定分析样品,既可采用单一硝酸体系,又可根据样品类型和反应进度,使用其他消解体系。在测定铅、镉、铝时,应尽量避免使用高氯酸,避免灰化阶段形成气态的氯化物而导致损失;

d. 采用硫酸消解样品,硫酸铅的形成将造成食品中铅的测定结果偏低;

e. 原子荧光法测定总砷需要进行氢化反应,消解要把各种形态的砷转变为可测定的无机砷^[26]。而砷形态中的二甲基砷、砷甜菜碱和三甲基胂氧即使在热硝酸中的仍比较稳定^[27],研究发现二甲基砷酸盐在硝酸中207℃才开始分解,260℃左右才能完全分解为无机砷。砷甜菜碱100℃左右开始分解,200℃左右分解完全,分解的中间产物三甲基胂氧却是一种很难分解的砷化物,须在硝酸环境300℃保持1.5 h才能完全分解。因此,对富含有机砷的样品,只有采用干法消解,或硝酸-硫酸-高氯酸湿法消解才能准

确测定样品中的总砷^[28],而采用硝酸-高氯酸-硫酸消解体系,消解时间需时2~3 d。

f. 采用湿法消解测定样品中总汞,高温消解易造成汞的挥发^[29],室温消解又难以消解彻底,可在加热条件下,加上冷凝回流管进行消解^[30]。回流装置可防止汞的挥发,加标回收率达95%以上^[31],但该方法实验操作繁琐。

g. 常用的玻璃仪器易引入硼的污染,湿法消解测定硼的样品时应尽可能少用玻璃器皿,同时也要注意选用硼含量低的试剂^[32]。硼在食品中一般以硼砂形式存在,硼砂在酸消解体系中转化成硼酸,硼酸易受热分解损失,故消解温度不宜超过200℃^[33]。

3.3 湿式消解的新进展

针对传统湿式消解操作强度大的缺点,仪器公司开发了全自动湿式消解仪。该消解仪通过智能软件控制,全自动升温,实现了消解、赶酸、定容一站式处理,无需人工干预。此外,该消解仪采用聚四氟乙烯材料,使得氢氟酸可在湿法消解中使用。但是,聚四氟乙烯材料的使用也限制了消解的温度不能太高。

4 高压罐消解

高压消解罐消解是在常压湿消化法的基础上密封加压,利用外部加热,在密闭的消解罐内产生高温高压来达到快速消解难溶物质的目的,它能防止消解溶剂和挥发性元素的损失^[34,35],同时也降低了环境污染。

该方法的优点为:样品分解能力强;避免易挥发元素气化损失,容易控制污染;酸用量减少;前处理所需设备只需烘箱、高压罐,价格低廉^[36]。缺点为:某些样品分解不完全;容器密封性不足;温度偏低;取样量少;高压可能带来一定的安全隐患。

4.1 高压罐消解的硝酸-氢氟酸消解体系

高压消解罐内杯材料为聚四氟乙烯,抗酸抗碱,可在硝酸消解体系中加入氢氟酸,能快速把硅酸盐分解成气态 SiF_4 ,达到除硅的效果^[37],因此对于硅含量较高的样品可采用硝酸-氢氟酸体系进行消解,有利于难溶元素的游离^[38]。但是消解后必须对氢氟酸加以处理和赶出,以降低其对仪器的腐蚀。

4.2 高压罐消解的应用

由于高压罐密闭和采用惰性材料使得该方法的

空白低,适合大部分重金属元素消解,特别适合易受污染的元素,如汞、铅、铬和铝:

a. 实验表明:采用一般消解方式,对于面制品中添加剂铝的测定都可以消解完全并准确测定,但测定植物食品中铝本底值的结果却严重偏低,这是由于植物食品中含有一定含量的硅,硅与铝结合紧密,必须去除硅的束缚才能准确测定。因此需采用硝酸-氢氟酸体系进行高压罐有利于铝本底的准确测定。

b. 高压罐消解比较适合总汞的测定,其密闭系统可降低汞的损失,但需控制硝酸用量,避免酸气泄漏^[39],体系冷却后才能开罐,否则汞蒸气将随着酸雾冒出而损失^[40]。

c. 高压罐消解法和微波消解法都不适合富含有机砷食品中总砷的测定,因为两者的消解温度都不能超过220℃,但消解温度低于250℃就不能将海产品以及其它食品中有机砷完全转化为无机砷,Welz等^[41]用硝酸将海洋生物样品在高压罐中密闭消解,用原子吸收光谱法测定的结果与标准作比较只有40%的回收率。

5 微波消解

微波消解是近期国内外广泛使用的样品消解方式^[42,43]。微波加热是一种直接的“内加热”方法,在试样的不同深度均可产生热效应,使加热更迅速,且更均匀,大大缩短了加热时间^[44]。与传统的加热技术“由表及里”的“外加热”相比,微波加热的效率更高。一般可分为两类^[45]:敞口微波消解和密闭微波消解,而我们常用的一般是密闭微波消解。

它有以下几个优点:加热快,热能利用率高;加热均匀,深度强;消解快,溶样迅速;所用试剂量少;避免了痕量元素的挥发损失及样品的污染;易于实现自动化^[46,47]。缺点为:消解罐容积较小,样品取量较少;消解过程中难以对消解情况进行直观、动态监控;微波消解仪器和消解罐价格偏高,入门成本高。

5.1 微波消解的应用

与高压消解罐消解相类似,微波消解常用的溶剂有硝酸、硫酸、氢氟酸、过氧化氢等。出于安全,微波消解中应避免使用高氯酸^[48]。

a. 硝酸-硫酸体系有利于提高反应温度,但过高温度容易破坏消解罐。

b. 硝酸-氢氟酸体系也主要是针对含硅量较高的样品,用以除去硅的干扰。

c. 过氧化氢在酸性条件下是强氧化剂,反应释放氧气有利于氧化和分散样品,但加入过氧化氢后样品需预消化 1~2 h 后再进入微波系统,避免密闭体系压力过大而酸气泄漏造成损失。此外,过氧化氢的用量也需适度控制以避免降低体系的氧化性。

d. 与高压罐消解法一样,微波消解适用于食品中总汞、铝本底以及铅、镉、铬、铜等元素的测定^[49, 50, 51],不适用于富含有机砷食品中总砷的测定。Damkroge 等用硝酸-过氧化氢体系对标准物质 BCR278 贻贝组织和 BCR422 鳕鱼肌肉进行了微波消解,结果表明,微波系统消解并不完全,对 BCR278 砷的回收率为 13%,对 BCR422 砷的回收率为 2%^[52]。

5.2 微波消解的新发展

针对传统微波消解系统的不足,超级微波化学平台被研究并开发出。该平台使用 SPC 单反应室微波消解技术,加上其预加压技术,改变了传统微波系统的设计规则,实现了超高压、超高温、超大量和超高通量批处理。

6 各种消解方法的可行性以及空白

综上所述,根据本实验室食品中重金属检测的长期实践,将测定各种元素采用的前处理方法的可

行性以及相应空白值汇总于表 1。

由于样品空白值的大小与稳定性很大程度地影响方法的检出限与定量限^[53,54],控制消解过程的污染,降低样品空白值是重金属检测质量的控制关键点,控制实验污染的措施包括:始终保持实验室中试剂、容器、通风橱以及环境的洁净;应多使用聚四氟乙烯、聚乙烯等储存待测溶液和试剂,少使用玻璃器皿;实验过程中,待测液应尽可能密闭,少转移,少添加各种试剂和助剂。

表 1 可知:采用聚四氟乙烯材料作为容器的高压消解罐消解法和微波消解法也可减小样品空白值,铅的空白值一般在 1~3 μg/L;使用玻璃器皿的湿式消解法空白值一般在 2~6 μg/L;使用瓷坩埚的干灰化法空白值在 3~10 μg/L 左右(一般不采用干灰化法测定食品中铅)。

根据元素的特性、检测目的以及样品空白值的大小选择合适的消解方法,这些方法应做到省力、省时,且应避免样品污染,减少环境污染;对精密度、准确性要求高的实验,尽可能选择空白值低的高压消解罐消解和微波消解;而对大批量、准确性要求一般的测定,可选择空白值略高的湿式消解或干灰化法。因此:食品中汞的测定,选择采用高压消解罐消解和微波消解法;食品中砷的测定,采用湿式消解法;食品中铅、镉、铜、镍、铝和硼的质量控制考核或本底值

表 1 各种前处理方法的可行性及相应空白值 (μg/L)
Table 1 The feasibility of various pretreatment methods and corresponding blank value (μg/L)

	干灰化法		湿式消解		高压罐消解		微波消解	
	可行性	空白值	可行性	空白值	可行性	空白值	可行性	空白值
铅	×	-	√	2~7	√	0~3	√	0~3
镉	×	-	√	0.02~0.05	√	0~0.03	√	0~0.03
镍	√	3~8	√	1~5	√	0~3	√	0~3
铜	×	-	√	1~6	√	0~3	√	0~3
硼	√	1~3	×	-	√	5~15	√	5~15
铝	√	1~3	√	40~80	√	20~50	√	20~50
铬	√	4~10	√	2~7	√	0~4	√	0~4
砷	√	5~10	√	1~5	×	-	×	-
汞	×	-	√	0.03~0.10	√	0~0.04	√	0~0.04

注: 1. 干灰化法: 试样灰化至白灰状后, 从高温炉取出坩埚冷却, 用硝酸溶液(1+1)溶解并用水定容至 10 mL; 湿式消解法: 硝酸与其它酸的混酸 10 mL 消解试样至终点, 冷却后用水定容至 10 mL; 高压罐消解和微波消解: 试样采用 5 mL 硝酸消解后, 在电热板上赶酸至 0.5~1.0 mL, 冷却后用水定容至 10 mL。 2. 测定食品中铝和硼采用石英坩埚干灰化。

测定,可采用高压消解罐消解和微波消解,而大批量的日常检测或半定量要求的测定则可采用湿式消解。

7 结 语

目前,随着各种仪器技术的发展与应用,食品中重金属元素痕量分析技术得到了很大发展。从元素特性,仪器分析方法要求以及空白值大小选择合适的消解方法是确保重金属痕量分析准确性的重要保障。前处理消解技术的深入研究将对食品重金属痕量分析的发展起到积极的推动作用。

参考文献

- [1] Manutseween N, Aeungmaitrepirom W, Varanusupakul P, *et al.* Determination of Cd, Cu, and Zn in fish and mussel by AAS after ultrasound-assisted acid leaching extraction[J]. Food Chem, 2007, 101: 817–824.
- [2] 帅俊松, 王琳. 浅论重金属污染对人体健康的影响及对策[J]. 环境与开发, 2001, 16(4): 62–66.
Shuai JS, Wang L. Discussion on effects on human health and countermeasures of heavy metal pollution[J]. Environ Dev, 2001, 16(4): 62–66.
- [3] Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Commission Regulation (EC) No.1881-2006: European Union, 2006.
- [4] GB 2762-2012 食品中污染物限量[S].
GB2762-2012 Maximum levels of contaminants in foods[S].
- [5] 滕葳, 柳琪, 李倩, 等. 重金属污染对农产品的危害与风险评估[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010.
Teng W, Liu Q, Li Q, *et al.* The hazard and risk assessment on heavy metal pollution of agricultural products [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010.
- [6] 胡曙光, 梁春穗, 蔡文华, 等. 食品安全风险监测中铅、镉痕量分析的质量控制[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23(1): 248–251.
Hu SG, Liang CS, Cai WH, *et al.* Quality Control of Trace Lead and Cadmium Determination in Food Safety Risk Monitoring[J]. Chin J Healthy Lab Technol, 2013, 23(1): 248–251.
- [7] 吴永宁. 食品污染检测与控制技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
Wu YN. Pollution monitoring and control technology of food [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009.
- [8] 陈昌, 宋颖华, 高晓强. 干法消解与湿法消解测定紫菜中铝含量[J]. 食品安全质量检测报, 2010, 1(3): 118–123.
Chen C, Song YH, Gao XQ. Dry and wet digestion determination of Aluminum content in laver[J]. Food Safed Qual, 2010, 1(3): 118–123.
- [9] 郑浩. 干法消化电感耦合等离子体发射光谱法测定油条中铝[J]. 浙江预防医学, 2013, 25(9): 93–94.
Zheng H. Dry digestion ICP-MS determination of Aluminum content in Youtiao [J]. Zhejiang J Prev Med, 2013, 25(9): 93–94.
- [10] 邹国华, 缪英. 影响面粉中铝含量测定因素分析[J]. 广东微量元素科学, 2013, 20(7): 11–14.
Zhou GH, Miao Y. Aluminum Content in the Flour QC Found to Affect the Determination of Factor Analysis[J]. Guangdong Trace Elements Sci, 2013, 20(7): 11–14.
- [11] 卞金辉, 张晓卫, 倪巍巍. 微波消解/干灰化-分光光度法测定面制品食品中的铝[J]. 化学研究, 2011, 22(2): 61–64.
Bian JH, Zhang XW, Ni WW. Determination of aluminum in flour products by microwave digestion/dry ashing spectrophotometry[J]. Chem Res, 2011, 22(2): 61–64.
- [12] (日)食品卫生协会编. 食品卫生检验手册理化检验分册[M]. 天津: 天津科技翻译出版社, 1993, 169–170.
Food Hygiene Association. Handbook of food hygiene inspection physicochemical examination[M]. Tianjin: Tianjin Science and Technology Translation Press, 1993, 169–170.
- [13] GB/T5009-2003 食品检验方法 理化检验[S].
GB/T 5009-2003 Food physical and chemical examination test method [S].
- [14] 魏竞智, 段妮. 干、湿法消解-石墨炉原子吸收法测定茶叶中铅镉对比[J]. 广东微量元素科学, 2014, (03): 7–12.
Wei JZ, Duan N. Dry Digestion and Wet Digestion-Graphite Furnace AAS to Measure and Compared the Lead and Cadmium in Tea-Leaves[J]. Guangdong Trace Elem Sci, 2014, (03): 7–12.
- [15] 卢玲, 吴伟峰. 原子吸收测定鱼体中的铜、铅、镉-干灰化与湿消解法前处理样品比较[J]. 黑龙江水产, 2001, 2: 33–37.
Lu L, Wu WF. Determination of Cu, Pb and Cd in Fish by Atomic Absorption-Comparison between Sample Preparation Methods of Dry Ashing and Wet Digestion[J]. Aquatic Prod Heilong River, 2001, 2: 33–37.
- [16] 宋洪强, 郝云彬, 吴益春, 等. 原子荧光亮度法中湿法消解、微波消解、干灰化前处理法测定水产品中总砷含量的比较[J]. 浙江海洋学院学报(自然科学版), 2010, 29(4): 367–372.
Song HQ, Hao YB, Wu YC, *et al.* Comparison of Wet, Microwave Digestion and Dry Ash Pretreatment Methods for the Determination of Total Arsenic in Seafood by Atomic Fluorescence Spectrometer[J]. J Zhejiang Ocean Univ(Natural Sci), 2010, 29(4): 367–372.

- [17] 蒋次清, 王岚, 廖臻, 等. 微波马弗炉测定烟草中灰分的研究[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(7): 3980, 3996.
Jiang CQ, Wang L, Liao Z, *et al.* Study on the Determination of Ash in Tobacco by Microwave Muffle Furnace [J]. J Anhui Agric Sci, 2012, 40(7): 3980, 3996
- [18] 周玉杰. 微波马弗炉灰化-分光光度法测定油条中的铝[J]. 中国农村卫生, 2012, 2: 451.
Zhou YJ. Determination of aluminum in Deep-Fried Dough Sticks by Microwave Muffle Furnace spectrophotometer [J]. Chin Rural Health, 2012, 2: 451.
- [19] 孙瑞林. 冷原子吸收法测定土壤底泥废渣及水中总汞-消化方法的改进[J]. 理化检验: 化学分册, 1991, 27(1): 52-53.
Sun RL. Determination of mercury in soil sediment and water by cold vapour atomic absorption spectrometry -Improvement of digestion[J]. Phys Test Chem Anal: Chem Anal, 1991, 27(1): 52-53.
- [20] 丁振华, 王文华. 不同消解方法对土壤样品中汞含量的测定的影响[J]. 生态环境, 2003, 12(1): 1-3.
Ding ZH, Wang WH. Effect of digestion on measurement of total mercury in topsoil [J]. Ecol Environ, 2003, 12(1): 1-3.
- [21] 李德华, 卢华, 张兴武, 等. 氢化物发生-原子吸收分光光度法快速测定水中汞[J]. 中国卫生检验杂志, 2000, 10(4): 442.
Li DH, Lu H, Zhang XW, *et al.* Determination of Mercury in Hair by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrophotometry[J]. Chin J Health Lab Technol, 2000, 10(4): 442.
- [22] Dias Fonseca FR, Malm O. Francine waldemarin. Mercury levels in tissues of Giant otters(*Pteronura brasiliensis*) from the Rio Negro, Pantanal, Brazil[J]. Environ Res, 2004, 11(8): 1-4.
- [23] 李杰, 周林平. 不同消解方法对氢化物-冷原子吸收法测定鱼样中总汞的影响[J]. 微量元素与健康研究, 2007, 24(3): 42-44.
Li J, Zhou LP. Effect of digestion methods on measurement of total mercury in fish by hydride scneration-cold vapor AAS[J]. Stud Trace Elem Health, 2007, 24(3): 42-44.
- [24] Swami K, Judd C D, Orsini J, *et al.* Microwave assisted digestion of atmospheric aerosol samples followed by inductively coupled plasma mass spectrometry determination of trace elements[J]. Fresenius J Anal Chem, 2001, 369: 63-70.
- [25] 闵建华, 马国文. 生物样品硝酸-高氯酸消化方法的探讨[J]. 微量元素与健康研究, 1991, 3: 56-57.
Min JH, Ma GW. Investigation on digestion methods for biological samples with nitric acid-Perchloric acid [J]. Stud Trace Elem Heath, 1991, 3: 56-57.
- [26] 屈明华, 汤富彬, 倪张林. 原子荧光法测定食品总砷的前处理方法探讨[J]. 食品科学, 2013, 34(10): 177-179.
Qu MH, Tang FB, Ni ZL. Research on the Pretreatment Methods for Determination of Total Arsenic in Food by Atomic Fluorescence Spectrometry [J]. Food Sci, 2013, 34(10): 177-179.
- [27] Abedin MJ, Cresser MS, Meharg AA, *et al.* Arsenic accumulation and metabolism in rice (*Oryza-sativa* L.) [J]. Environ Sci Technol, 2002, 362: 962-968 .
- [28] 戚平, 曾涛. 消解方式对氢化物原子荧光法测定虾粉中总砷的影响[J]. 微量元素与健康研究, 2011, 28(06): 30-32.
Qi P, Zeng T. Affection of Digestion Methods on the Determination of As in Shrimp by Hydride Generation Atomic Fluorescence Spectrometry[J]. Stud Trace Elem Health, 2011, 28(06): 30-32.
- [29] 李杰, 周林平. 不同消解方法对氢化物—冷原子吸收法测定鱼样中总汞的影响[J]. 微量元素与健康研究, 2007, 24(7): 42-44.
Li J, Zhou LP. Effect of Digestion Methods on Measurement of Total Mercury in Fish by Hydride Seneration-Cold Vapor AAS [J]. Stud Trace Elem Heath, 2007, 24(7): 42-44.
- [30] Mohammad S, Tahir HZ. Several Affecting Factors in Digestion Methods on Measurement of Total Mercury in Fish[J]. Anal Chem, 1984, 1(3): 77-79.
- [31] 杨翠英, 霍建勋, 苗丽. 流动注射氢化物发生冷原子吸收法测定人血中汞[J]. 预防医学论坛, 2004, 10(6): 700-701.
Yang CY, Huo JX, Miao L. Determination of mercury in blood by flow injection-hydride generation-atomic fluorescence spectrometry[J]. Prev Med Tribune, 2004, 10(6): 700-701.
- [32] 陈麓. ICP-AES 法测定面制食品中的硼和铝[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(8): 1519-1521.
Chen L. Determination of B and Al in food by microwave digestion with ICP-AES[J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, 18(8): 1519-1521.
- [33] 胡小玲, 黄辉涛, 肖学成. ICP-AES 法测定食品中硼砂[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(10): 1994-1995.
Hu XL, Huang HT, Xiao XC. Detection of borax content in food by ICP-AES method[J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, 18(10): 1994-1995.
- [34] 刘家常, 李欣. 高压消解-原子吸收光谱法测定奶粉中铜含量[J]. 中国卫生监督杂志, 2011, 18(5): 458-459.
Liu JC, Li X. Determination of Cu in milk by high pressure digestion-atomic absorption spectrometry [J]. Chin J Health Inspection, 2011, 18(5): 458-459.
- [35] 石杰, 宋庆国, 赵开楼, 等. 氢化物-原子荧光法测定中草药中痕量铋[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(8): 1355-1357.
Shi J, Song QG, Zhao KL, *et al.* Determination of Trace Bismuth

- in Traditional Chinese Medicines by Hydride Generation Atomic Fluorescence Spectrometry[J]. *Spectr Spectr Anal*, 2005, 25(8): 1355–1357.
- [36] 杨延, 周小力. 高压密封消化罐在光谱分析样品前处理中的应用[J]. *光谱学与光谱分析*, 2001, 21(6): 886–888.
- Yang Y, Zhou XL. Application of Digestion Pot of HP Hermetic Seal in Sample Pretreatment in Spectral Analysis[J]. *Spectrosc Spectr Anal*, 2001, 21(6): 886–888.
- [37] 周天泽, 邹宏. 原子光谱样品处理技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 25–33.
- Zhou TZ, Zhou H. Atomic Spectrum Sample Processing Technology [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006: 25–33.
- [38] 潘炜娟, 金献忠, 陈建国, 等. 高压消解-电感耦合等离子体质谱法测定低合金钢中硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅[J]. *冶金分析*, 2008, 28(12): 1–6.
- Pan WJ, Jin XZ, Chen JG, *et al.* Determination of B, Ti, Zr, Nb, Sn, Sb, Ta, W, Pb in low alloy steel by high pressure digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Metallurg Anal*, 2008, 28(12): 1–6.
- [39] 高静, 张正江. 高压消解-原子荧光光谱法测定食物中的汞[J]. *检验医学与临床*, 2012, 9(17): 2158–2159.
- Gao J, Zhang ZJ. Trace Determination of Mercury in Food Using High-Pressure Digestion Coupling with Atomic Fluorescence Spectrometry[J]. *Lab Med Clin*, 2012, 9(17): 2158–2159.
- [40] 辛跃珍, 汪波. 高压消解法同步处理乳制品中铅、汞、铬、砷元素的检测[J]. *生命科学仪器*, 2012, 10: 6–7.
- Xin YZ, Wang B. Determination of Pb, Hg, Cr, As in Dairy Using High-Pressure Digestion[J]. *Life Sci Instrum*, 2012, 10: 6–7.
- [41] Welz B, Melcher M. Decomposition of marine Biological tissues for determination of As, Se and mercury using HG and CVAASE[J]. *Anal Chem*, 1985, 57: 427–431.
- [42] Palmer CD, Jr MEL, Geraghty CM, *et al.* Determination of lead, cadmium and mercury in blood for assessment of environmental exposure: A comparison between inductively coupled plasma-mass spectrometry and momic absorption spectrometry[J]. *Spectrochim Acta Pan B*, 2006, 61(8): 980–990.
- [43] Zimmer H, Ludwig H, Bader M. Determination of mercury in blood, urine and saliva for the biological monitoring of an exposure from amalgam fillings in a group with self-reported adverse health effects[J]. *Int J Hyg Environ Health*, 2002, 205: 205–211.
- [44] 罗琦林, 倪海燕. 浅谈微波消解[J]. *天津化工*, 2008, 22(2): 58–60.
- Luo YL, Ni HY. Discussion on Microwave Digestion[J]. *Tianjin Chem Ind*, 2008, 22(2): 58–60.
- [45] Ernst E. Toxic heavy metals and undeclared drugs in Asian herbal medicines [J]. *Trends in Pharmacol Sci*, 2002, 23(3): 136.
- [46] 刘华. 微波消解技术在分析食品中微量元素方面的应用[J]. *中国卫生检验杂志*, 2001, 11(4): 406–408.
- Liu H. The Technical Application of The Method Breaking Down The Food Sample in Tne Special Microwave Oven for Analyzing Microelement[J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2001, 11(4): 406–408.
- [47] 张磊, 王晓艳, 李波. 微波消解技术在金属分析中的应用[J]. *光谱实验室*, 2010, 27(3): 953–957.
- Zhang L, Wang XY, Li B. Application of Microwave Digestion Technology in Metal Analysis[J]. *Chin J Spectrosc Lab*, 2010, 27(3): 953–957.
- [48] 周勇义, 谷学新, 范国强, 等. 微波消解技术及其在分析化学中的应用[J]. *冶金分析*, 2004, 24(2): 32–36.
- Zhou YY, Gu XX, Fan GQ, *et al.* Application of Microwave Digestion in Analytical Chemistry[J]. *Metallurg Anal*, 2004, 24(2): 32–36.
- [49] 邓全道, 黎志诚. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法同时测定凉粉罐头中 8 种元素含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2012, 3(2): 120–123.
- Deng QD, Li ZC. Microwave digestion-inductively coupled plasma-atomic emissions spectrometric determination of eight elements in canned food[J]. *Food Safe Qual*, 2012, 3(2): 120–123.
- [50] 梁文君, 梅春芬, 陈洁, 等. 微波消解-ICP-MS 测定酸角浸膏中的铅、砷、镉、铬[J]. *食品安全质量检测学报*, 2012, 3(5): 502–506.
- Liang WJ, Mei CF, Chen J, *et al.* Determination of lead, arsenic, cadmium and chromium in tamarindus concrete by microwave digestion system and inductively coupled plasma-mass spectrometry[J]. *Food Safe Qual*, 2012, 3(5): 502–506.
- [51] 许敏伟, 陈 靓, 赵 演. 微波消解-火焰原子吸收法检测肉制品中的锌元素[J]. *食品安全质量检测学报*, 2013, 4(4): 1161–1164.
- Xu MW, Chen L, Zhao Y. Detection of zinc in meat products by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry[J]. *Food Safe Qual Detection Technol*, 2013, 4(4): 1161–1164.
- [52] Damkroger G, Grote M, *et al.* Comparison of sample digestion procedures for the determination of arsenic in certified marine samples using the FI-HG-AAS-technique[J]. *Fresenius J Anal Chem*, 1997, 357: 817–821.
- [53] IUPAC. IUPAC Compendium of Analytical Nomenclature[S].
- [54] 杜进祥. 分析化学中的检出限、测定限与检测限[J]. *广西师范*

大学学报(自然科学版), 2003, 21(4): 349–350.

Du JX. Clarification Paper on Detection Limit, Determination Limit and Detectability of Analytical Chemistry[J]. J Guangxi Normal Univ, 2003, 21(4): 349–350.

(责任编辑: 赵静)

作者简介



胡曙光, 博士研究生, 副主任技师, 主要研究方向为食品检验与食品安全风险监测。

E-mail: tony_hsg@163.com

“功能性食品研究”专题征稿

功能性食品是指具有营养功能、感觉功能和调节生理活动功能的食品。目前已研发的功能性食品主要包括: 增强人体体质(增强免疫能力, 激活淋巴系统等)的食品; 防止疾病(高血压、糖尿病、冠心病、便秘和肿瘤等)的食品; 恢复健康(控制胆固醇、防止血小板凝集、调节造血功能等)的食品; 调节身体节律(神经中枢、神经末梢、摄取与吸收功能等)的食品和延缓衰老的食品等。由于其特殊的营养功能, 越来越得到人们的关注。

鉴于此, 本刊特别策划了“**功能性食品研究**”专题, 由北京大学工学院副院长、食品与生物资源工程研究所所长、中国食品科技学会功能食品分会常务副理事长兼秘书长**陈峰教授**担任专题主编, 围绕**功能性食品的营养研究、开发应用、安全质量控制**等问题展开讨论, 计划在 2014 年 6 月出版。

本刊编辑部及陈教授欢迎各位专家为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 **2014 年 6 月 10 日前**通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

Email: tougao@chinafoodj.com

《食品安全质量检测学报》编辑部