

气相色谱-质谱法测定打蜡脐橙的石蜡含量

韦迪哲, 王蒙, 姜楠, 冯晓元*

(北京农业质量标准与检测技术研究中心, 农业部农产品质量安全风险评估实验室(北京), 北京 100097)

摘要: **目的** 建立气相色谱-质谱法检测打蜡脐橙中掺杂石蜡的分析方法。 **方法** 脐橙果皮样品经正己烷提取、旋转蒸发浓缩后, 加入 1 mL 的浓硫酸进行净化, 所得正己烷提取液过 0.22 μm 膜后进气相色谱-质谱分离检测。 **结果** 通过对样品中正二十四烷、正二十六烷、正二十八烷、正三十烷 4 种主要正构烷烃的测定, 可以定性鉴别是否掺杂石蜡。4 种正构烷烃在 0.5~100 mg/kg 浓度范围内呈良好的线性关系, 线性回归系数 r 均大于 0.9984。该方法定量限为 10 mg/kg, 平均回收率为 82.4%~102.4%, 相对标准偏差(RSD)1.6%~7.3% ($n=6$)。 **结论** 该方法简便、稳定、适用性强, 可用于打蜡脐橙中是否含有石蜡的准确判定。

关键词: 脐橙; 石蜡; 气相色谱-质谱法; 果蜡

Determination of paraffin added into oranges by gas chromatography-mass spectrometer methods

WEI Di-Zhe, WANG Meng, JIANG Nan, FENG Xiao-Yuan*

(Beijing Research Center for Agricultural Standards and Testing, Risk Assessment Laboratory for Agro-products of the Ministry of Agriculture (Beijing), Beijing 100097, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of the illegally-added paraffin in oranges by gas chromatography-mass spectrometer (GC-MS). **Methods** The samples were extracted with hexane and purified by 1 mL of sulfuric acid, and the analytes were passed through 0.22 μm membrane filter and chromatographically analyzed by GC-MS. **Results** Whether the paraffin was adulterated could be qualitatively identified via the 4 n-alkanes. The correlation coefficients were all more than 0.9984. The limits of quantification were 10 mg/kg. The recoveries were 82.4 %~102.4 % and the relative standard deviations were 1.6%~7.3% ($n=6$). **Conclusion** The established method is simple, reliable, and applicable for the accurate determination of paraffin in oranges.

KEY WORDS: oranges; paraffin; gas chromatography-mass spectrometer method; fruit wax

1 引言

果品采后清洗、涂蜡上光是现代果品商品化的环节之一, 也是国际市场对果品商品感观的基本要求。

1995 年以来国际市场上销售的柑橘必须经过打蜡处理, 世界发达国家水果采后处理打蜡率达到 80%~90%^[1]。目前我国市场上脐橙打蜡现象也很普遍, 一些国内脐橙生产企业为了增加国际竞争力, 对其

基金项目: 北京市农林科学院科技创新能力建设专项(KJCX20140302)

Fund: Supported by Innovation and Capacity-Building Projects by Beijing Academy of Agriculture and Forestry Sciences (KJCX20140302)

*通讯作者: 冯晓元, 研究员, 博士, 主要研究方向为果品质量与安全。E-mail: fengxiaoyuan2014@126.com

*Corresponding author: FENG Xiao-Yuan, Professor, Beijing Research Center for Agricultural Standards and Testing, No. 11 Middle Road of Shuguang Huayuan, Haidian District, Beijing 100097, China. E-mail: fengxiaoyuan2014@126.com

进行打蜡包装。但水果打蜡应有一套严格的程序,对卫生有一定的要求,并保持蜡的纯净性。在美国、日本、欧洲等发达国家和地区,对水果打蜡都有成熟的工艺流程和法规。根据我国《食品添加剂使用卫生标准》^[2],是允许给新鲜水果表面打蜡的,但必须使用规定的添加剂,根据生产需要适量添加。而近年来有些生产企业为了降低成本,将工业石蜡非法掺入食品中,特别是非法添加工业石蜡为脐橙打蜡,由于工业石蜡里面通常含有汞、铅、砷等重金属及致癌物稠环芳烃,若它们渗入到果肉里,经常食用的人记忆力和免疫功能会下降,还可能出现贫血等状况,严重威胁消费者健康。为了更好地对食品中添加石蜡的违法行为给予强力打击,建立准确高效的检测方法势在必行。

由于不同型号石蜡的正构烷烃的组成比例不同,准确定量必须通过大量的比对试验才能确定。而石蜡是不允许添加到食品中的,人们关注的焦点是检出与否的问题,而非多少的问题。所以,食品中石蜡的检测主要以定性和半定量为主。目前,关于食品中石蜡的检测方法研究主要集中在苹果^[3]、梨^[4]、大米^[5]、瓜子^[6]、火锅^[7]、粉丝^[8]、香菇^[9]等产品上,主要报道的石蜡检测方法有物理法和化学法。物理法包括皂化法^[5,7]、溶剂溶解法^[7]和光谱法^[3,4]。其中皂化法比较简单,但方法灵敏度不高,火锅底料的最低检出限为 5 g/kg^[7]。溶剂溶解法是通过观察特定溶剂溶解的样品溶液是否浑浊来进行鉴别,方法检出限高,且受人为因素影响大。光谱法作为一种快速、无损的检测技术,已在多个领域广泛使用。高俊峰等^[3]探讨应用高光谱成像技术快速无损鉴别不同苹果蜡的可行性。结果表明:采用最小二乘支持向量机模型可以较好的区分食用果蜡、工业蜡和未打蜡的三类苹果,预测打蜡苹果的正确率为 100%。袁鹏等^[4]研究应用红外光谱鉴别梨果实中非法添加的石蜡,结果发现,在 655~660 nm 波段,打蜡的梨果实会出现红外光谱特征吸收峰,而未打蜡的梨果实则没有特征峰。在 610~620 nm 波段,打石蜡梨的红外图谱吸收峰峰高远高于打果蜡梨果实的。但在前期需大量样品建光谱库,同时柑橘皮中含有正构烷烃^[10],易影响预测结果的准确性。Feng 等^[11]等研究应用拉曼光谱检测大米中非法添加的石蜡,在中国各个地区取样 42 份,结果发现,添加石蜡的大米样品在 1062, 1132, 1295, 1417,

1440, 1462 cm^{-1} 波段,可以观察到拉曼光谱特征峰,而未添加石蜡的大米样品则没有表现出特征峰,通过观察光谱即可快速分辨出大米中是否添加石蜡。拉曼光谱相较于色谱法灵敏度较低,适合大量样品或者现场快速检测^[12]。化学法包括薄层色谱法^[5]、液相色谱^[13]、气相色谱法(GC)^[8,9]及气相色谱-质谱法(GC-MS)^[14,15]。其中薄层色谱法简单,但易受样品基质干扰。而 GC 具有简单、灵敏度高、选择性好的特点,已有大量的研究表明 GC 可应用于食品非法添加工业蜡的定性鉴别中,并对前处理方法进行优化。但上述方法尚未完全解决石蜡准确定量的问题,同时有关打蜡脐橙中非法添加石蜡的化学检测方法研究还较为少见。因此本文根据脐橙的基质特性,通过测定脐橙中的主要正构烷烃,建立了 GC-MS 测定脐橙中石蜡的方法,可为加强脐橙的质量监督提供技术保障。

2 材料与方法

2.1 主要仪器与试剂

主要仪器:气相色谱-质谱联用仪(岛津 GCMS-QP 2010 Plus,日本岛津公司);电子天平 0.0001 g (XS205 型,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司);旋转蒸发仪(R205,瑞士步琦有限公司);涡旋震荡仪(VORTEX-BE1,海门市其林贝尔仪器制造有限公司);回旋震荡提取仪(HZQ-C,哈尔滨市东联电子技术开发有限公司)。

试剂:正己烷为色谱纯;浓硫酸;正二十四烷、正二十六烷、正二十八烷、正三十烷(纯度大于 99%,美国 Fluka 公司);石蜡标准品:标号为 56-58(国药集团化学试剂有限公司)。

石蜡标准储备液:准确称取石蜡约 0.1000 g 于 100 mL 容量瓶中,用正己烷溶解并定容至刻度。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 石蜡。

石蜡标准溶液:准确吸取 0.1、0.2、0.5 mL 石蜡标准储备液于 10 mL 容量瓶中,用正己烷定容至刻度。即配制成浓度分别为 0.5、1、5、10、20、50 及 100 mg/L 的系列标准溶液。

2.2 样品提取

将购买的未打蜡脐橙去皮,匀浆,准确称取每种匀浆果皮样品约 2.0 g,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入正己烷 20 mL,常温振荡提取 30 min,提取液经

过装有无水硫酸钠的漏斗过滤, 残渣继续用 20 mL 正己烷提取 1 次后过滤, 合并 2 次滤液, 旋转蒸发仪浓缩干燥后, 用 2 mL 正己烷定容。将 1 mL 浓硫酸沿试管壁小心加入以上溶液中, 在涡旋仪上混合 1 min 后以 5000 r/min 离心 10 min, 吸取上层清液过 0.22 μm 滤膜后, 待上机测试。

2.3 气相色谱-质谱条件

色谱柱: 安捷伦 DB-5MS 毛细管气相色谱柱(30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm}$, 0.25 μm); 升温程序: 初始温度 120 $^{\circ}\text{C}$, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 220 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min; 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 300 $^{\circ}\text{C}$, 保持 9 min。进样量 1 μL , 分流比 1:10。载气(高纯氮)流速 1.0 mL/min ; 不分流进样, 进样量: 1 μL ; 进样口温度: 300 $^{\circ}\text{C}$ 。传输线温度: 280 $^{\circ}\text{C}$; 离子源温度: 200 $^{\circ}\text{C}$; 电离方式: EI 源; 电离能量: 70 eV; 扫描方式: 选择离子监测(SIM), 9 种正构烷烃的监测离子均为 m/z 43.0、57.1、71.1、85.1, 定量离子均为 m/z 85.1; 溶剂延迟: 6 min。

3 结果与分析

3.1 石蜡的定性检测方法

石蜡是以正构烷烃为主的混合物, 且不同标号的石蜡正构烷烃组成比例不尽相同。已有研究表明: 无论何种标号的石蜡, $\text{C}_{24} \sim \text{C}_{29}$ 均为含量最高的组分群, 在仪器最低检出限条件下也能出峰, 因此可以作为石蜡定性检测的依据^[10]。如图 1 所示, 本研究所购石蜡的最高组分群为 $\text{C}_{24} \sim \text{C}_{30}$ 的正构烷烃。此外, 本研究还比较了未打蜡的脐橙果皮中正构烷烃的组成, 结果表明, C_{22} 、 C_{23} 、 C_{25} 、 C_{27} 、 C_{29} 为橙皮饱和烷烃类的主要物质(图 2), 此项研究结果进一步证实了柑橘果实的主要蜡质成分^[10]。由于未打蜡的脐橙果皮样本仍含有奇数碳正构烷烃, 本研究通过测定打蜡脐橙中偶数碳 C_{24} 、 C_{26} 、 C_{28} 、 C_{30} 的含量, 即可以判定样品中是否含有石蜡。此外, 用已确定的石蜡标样配标, 将 $\text{C}_{24} \sim \text{C}_{30}$ 偶数碳峰面积相加得到的数值进行定量, 就可定量测定出待测样品的含量。

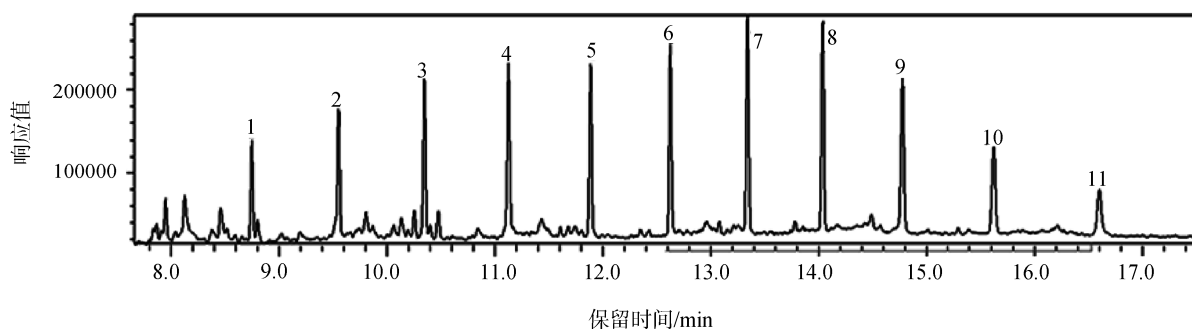


图 1 10 mg/kg 石蜡的色谱图

Fig. 1 Chromatogram for 10 mg/kg paraffin standard

1: 正二十二烷, 2: 正二十三烷, 3: 正二十四烷, 4: 正二十五烷, 5: 正二十六烷, 6: 正二十七烷, 7: 正二十八烷, 8: 正二十九烷, 9: 正三十烷, 10: 正三十一烷, 11: 正三十二烷

1: n-docosane, 2: n-tricosane, 3: n-tetracosane, 4: n-pentacosane, 5: hexacosane, 6: heptacosane, 7: n-octacosane, 8: n-nonacosane, 9: triacontane, 10: hentriacontane, 11: dotriacontane

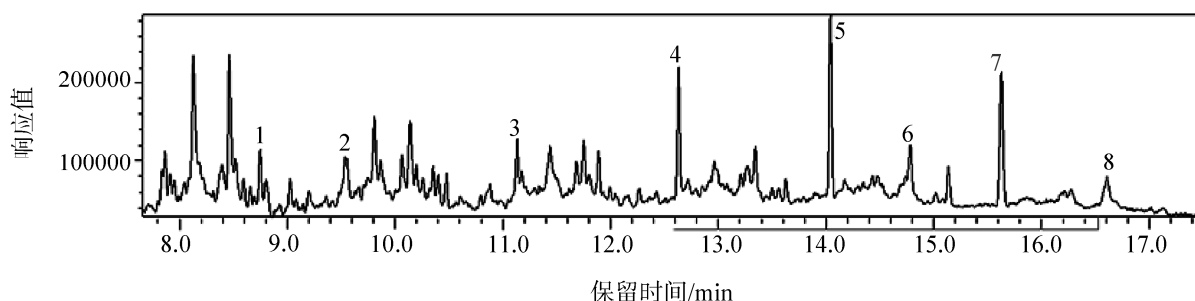


图 2 未打蜡脐橙果皮的色谱图

Fig. 2 Chromatogram for no-waxing oranges

1: 正二十二烷, 2: 正二十三烷, 3: 正二十五烷, 4: 正二十七烷, 5: 正二十九烷, 6: 正三十烷, 7: 正三十一烷, 8: 正三十二烷

1: n-docosane, 2: n-tricosane, 3: n-pentacosane, 4: heptacosane, 5: n-nonacosane, 6: triacontane, 7: hentriacontane, 8: dotriacontane

3.2 前处理条件的优化

石蜡是以正构烷烃为主的混合物, 而正构烷烃属非极性化合物, 亲脂性较强, 依据相似相溶原理, 应选择极性较弱的溶剂。已有文献表明, 正己烷作为提取溶剂提取样品时, 正构烷烃回收率明显高于石油醚作为提取溶剂时的回收率^[8], 因此本试验选择正己烷作为提取试剂。浓硫酸磺化反应具有良好的去脂、去色素的效果, 且能吸收少量水分, 利用石蜡不与浓硫酸发生反应的特点, 选择浓硫酸去除样品提取液中的脂肪及色素等干扰物质, 经浓硫酸净化后的样品几乎无色, 离心后可直接吸取上层有机相进样分析。

脐橙中非法添加的石蜡, 一般是浸涂在表面, 因此在预试验过程中比较了常温振荡提取和超声振荡提取 2 种方法对正构烷烃回收率的影响, 结果表明, 使用 2 种方法的定量检测结果无显著性差异($P > 0.05$)(表 1), 但超声提取会提高未打蜡柑橘样品中正构烷烃的含量, 因此, 最终确定为常温振荡提取。

此外, 该研究在预试验中对料液比及提取次数等前处理条件进行了优化。结果表明, 料液比为 1:10 且进行两次提取, $C_{24}\sim C_{30}$ 的正构烷烃回收率最高(图 3), 为 82.1%~103.8%(表 2)。因此确定此提取条件为最终的提取方式。

3.3 方法的线性方程与定量限

将石蜡标样依次添加于未打蜡的脐橙样品中,

按 2.2 进行样品前处理, 样品分析。样品中 $C_{24}\sim C_{30}$ 的正构烷烃回收率相对比较稳定, 因此将 4 种正构烷烃的峰面积相加, 作为定量峰面积。以 58 °C 的石蜡标准品为例, 在 0.5~100 mg/L 的浓度范围内, 分别以峰面积(Y)对质量浓度(X)做工作曲线, 结果显示, 石蜡中各正构烷烃浓度与峰面积具有良好的线性关系(表 3), 相关系数均大于 0.9984。在本文试验条件下, 柑橘加标石蜡的样品扣除空白样品后的响应值为 3 倍的量作为该方法的最低检出限, 扣除空白样品

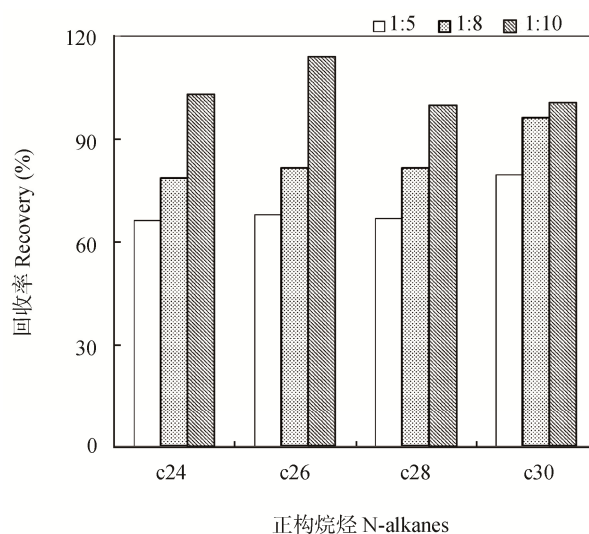


图 3 料液比对提取效率的影响

Fig. 3 Effect of material/liquid ratio on extraction rate

表 1 不同提取方法对提取效率的影响

Table 1 Effect of different extraction methods on extraction rate

| | 回收率% | RSD% | 回收率% | RSD% | 回收率% | RSD% |
|-------|------|------|------|------|------|------|
| 正二十四烷 | 90.2 | 1.5 | 89.5 | 4.8 | 91.1 | 7.5 |
| 正二十六烷 | 94.6 | 3.6 | 93.8 | 6.2 | 95.7 | 5.6 |
| 正二十八烷 | 89.2 | 4.4 | 90.3 | 3.4 | 92.9 | 3.5 |
| 正三十烷 | 93.7 | 5.9 | 88.2 | 4.1 | 91.8 | 6.8 |

表 2 提取次数对提取效率的影响

Table 2 Effect of extraction times on extraction rate

| | 正二十四烷 | | 正二十六烷 | | 正二十八烷 | | 正三十烷 | |
|------|-------|------|-------|------|-------|------|------|------|
| | 回收率% | RSD% | 回收率% | RSD% | 回收率% | RSD% | 回收率% | RSD% |
| 一次提取 | 50.0 | 5.4 | 41.5 | 8.6 | 48.3 | 2.5 | 66.7 | 9.7 |
| 二次提取 | 82.1 | 4.9 | 94.9 | 3.4 | 92.7 | 7.6 | 90.2 | 8.3 |

后 10 倍噪声的量作为最低定量限, 该方法的最低检出限和最低定量限分别为 4 和 10 mg/kg。由结果可知, 方法的精密度良好、检出限低, 能满足样品中添加石蜡检测的需要。

3.4 加标回收率和精密度

由表 4 知, 本方法的平均回收率为 82.4%~102.4%, 相对标准偏差 1.6%~7.3% ($n=6$), 具有较高的回收率和精密度。

3.5 实际样品检测

利用建立的方法, 对采自市场的 15 份脐橙样品进行检测。其中 1 份脐橙样品呈阳性, 石蜡含量

为 35 mg/kg。

4 结 论

本文首次建立了脐橙中石蜡的气相色谱/质谱联用检测方法。该方法快速、灵敏、准确, 可以满足进出口检验部门、食品卫生质量检验部门对脐橙中非法添加的石蜡进行快速灵敏检测需求, 同时为提高产品质量水平, 保障人民身体健康, 严格质量管理监控提供必要的技术支持, 有利于应对国际贸易的技术壁垒问题, 增强我国农业和食品工业的国际竞争力, 促进农业和农村经济健康发展。

表 3 4 种正构烷烃的线性方程、相关系数和检出限
Table 3 Linear equations, correlation coefficients(r), detection limits for 4 n-alkanes

| 正构烷烃 | 线性范围(mg/L) | 线性方程 | 相关系数 r |
|-------|------------|-----------------------|----------|
| 正二十四烷 | 0.5~100 | $Y=11697.89X+4131.00$ | 0.9998 |
| 正二十六烷 | 0.5~100 | $Y=13367.93X+9661.11$ | 0.9996 |
| 正二十八烷 | 0.5~100 | $Y=16515.41X+25462.6$ | 0.9984 |
| 正三十烷 | 0.5~100 | $Y=15212.12X+5102.71$ | 0.9998 |

表 4 脐橙样品中石蜡的加标回收率与精密度($n=6$)
Table 4 Recovery rate and precision of the paraffin in oranges ($n=6$)

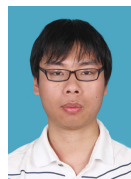
| 正构烷烃名称 | 背景值(mg/L) | 添加水平(mg/L) | 检测值(mg/L) | 回收率% | RSD% |
|--------|-----------|------------|-----------|-------|------|
| 正二十四烷 | 1.27 | 10 | 9.75 | 84.9 | 5.4 |
| | | 25 | 22.89 | 86.5 | 6.3 |
| | | 50 | 48.06 | 93.6 | 6.3 |
| 正二十六烷 | 1.54 | 10 | 10.76 | 92.3 | 3.4 |
| | | 25 | 24.41 | 91.5 | 2.6 |
| | | 50 | 52.73 | 102.4 | 1.6 |
| 正二十八烷 | 1.82 | 10 | 10.64 | 88.3 | 3.2 |
| | | 25 | 24.13 | 89.3 | 4.1 |
| | | 50 | 50.16 | 96.7 | 3.5 |
| 正三十烷 | 1.29 | 10 | 9.73 | 84.5 | 5.6 |
| | | 25 | 21.88 | 82.4 | 4.2 |
| | | 50 | 49.48 | 96.4 | 7.3 |

参考文献

- [1] 吴旂, 赵斌, 王琼. 保鲜果蜡制备技术研究进展[J]. 广东农业科学, 2010, 7: 134-141.
Wu Y, Zhao B, Wang Q. Review on fresh fruit wax preparation technology [J]. Guangdong Agric Sci, 2010, 7: 134-141.
- [2] GB 2760-2014 食品添加剂使用卫生标准[S]. 2015.
GB 2760-2014 Hygienic standard for food additives [S]. 2015.
- [3] 高俊峰, 章海亮, 孔汶汶, 等. 应用高光谱成像技术对打蜡苹果无损鉴别研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(7): 1922-1926.
Gao JF, Zhang HL, Kong WW. Nondestructive discrimination of waxed apples based on hyperspectral imaging technology [J]. Spectrosc Spectr Anal, 2013, 33(7): 1922-1926.
- [4] 袁鹏, 崔蔓, 庄一迪, 等. 用红外光谱技术研究打蜡梨的红外光谱特性[J]. 红外, 2014, 1: 42-44.
Yuan P, Cui M, Zhuang YD. Study of infrared spectral characteristics of waxed pear using infrared spectroscopy [J]. Infrared, 2014, 1: 42-44.
- [5] 毕艳兰, 范璐, 孙尚德, 等. 掺矿物油大米的定性分析方法研究[J]. 粮食与饲料工业, 2005, 4(1): 3-5.
Bi YL, Fan L, Sun SD. On qualitative analysis method of rice mixed with mineral oil [J]. Cereal Feed Ind, 2005, 4(1): 3-5.
- [6] 陈国飞. 气相色谱法测定瓜子掺杂的固体石蜡[J]. 浙江预防医学, 2002, 14(5): 79.
Chen GF. Determination of paraffin added into melon seeds by GC methods [J]. Zhejiang Pre Med, 2002, 14(5): 79.
- [7] 毕艳兰, 李潇颖, 郭兴凤, 等. 火锅底料中固体石蜡的定性检测方法研究[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(6): 180-184.
Bi YL, Li XY, Guo XF. Qualitative determination methods of paraffin in bottom material of chafing dish [J]. J Chin Cereals Oils Assoc, 2006, 21(6): 180-184.
- [8] 王亚琴, 祝红昆, 李军明, 等. 粉丝中石蜡检测的样品前处理研究[J]. 农业机械, 2013, 20: 78-81.
Wang YQ, Zhu HK, Li JM. Research on the sample pretreatment methods of the paraffin infans by GC methods [J]. Agric Mach, 2013, 20: 78-81.
- [9] 张玉, 蔡铮, 王伟, 等. 气相色谱法测定香菇中石蜡的含量[J]. 浙江农业科学, 2012, 6: 870-872.
Zhang Y, Cai Z, Wang W. Determination of the paraffin in mushroom by GC methods [J]. J Zhejiang Agric Sci, 2012, 6: 870-872.
- [10] 王敏力, 刘德春, 杨莉, 等. 不同种类柑橘的蜡质结构与成分比较[J]. 园艺学报, 2014, 41(8): 1545-1553.
Wang ML, Liu DC, Yang L. Comparative analysis of different citrus wax morphological structure and composition [J]. Acta Hort Sinica, 2014, 41(8): 1545-1553.
- [11] Feng XW, Zhang QH, Cong PS, Zhu ZL. Preliminary study on classification of rice and detection of paraffin in the adulterated samples by Raman spectroscopy combined with multivariate analysis [J]. Talanta, 2013, 115: 548-555.
- [12] 李志成, 刘小玲, 甘盛, 等. 拉曼光谱快速检测减肥保健品中非法添加酚酞的研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(3): 324-326, 330.
Li ZC, Liu XL, Gan S, et al. A fast method to identify Phenolphthalein added illegally added to diet pills by Raman Spectroscopy [J]. Sci Technol Food Ind, 2015, 36(3): 324-326, 330.
- [13] 盛旋, 胡艳云, 张蕾, 等. 正相液相色谱-蒸发光散射法测定食品中的石蜡[J]. 分析化学, 2009, 32(12): 1765-1770.
Sheng X, Hu YY, Zhang L. Application of normal phase liquid chromatography-evaporative light-scattering detection for determination of paraffin wax in food [J]. Chin J Anal Chem, 2009, 32(12): 1765-1770.
- [14] 杨军, 胡飞杰, 胡文彦, 等. 气相及气相色谱质谱法测定食品中非法添加的石蜡[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(29): 18226-18228.
Yang J, Hu FJ, Hu WY. Determination of paraffin illegally added into foods by GC and GC/MS methods [J]. J Anhui Agric Sci, 2011, 39(29): 18226-18228.
- [15] 刘飞. 食用菌中石蜡的气相色谱/质谱联用法测定[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(12): 133-135.
Liu F. Determination of the paraffin in edible fungus by GC/MS [J]. Food Res Dev, 2010, 31(12): 133-135.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



韦迪哲, 主要研究方向为农产品质量安全与标准。
E-mail: weidz2015@126.com



冯晓元, 研究员, 博士, 主要研究方向为果品质量与安全。
E-mail: fengxiaoyuan2014@126.com