

微波消解-电感耦合等离子体质谱联用法检测 岳阳市3大名优特产中金属元素含量

余莲芳, 刘剑波*, 高 炜

(岳阳市质量计量检验检测中心食品检验所, 岳阳 414000)

摘要: **目的** 建立微波消解-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定岳阳市3大名优特产中金属元素含量的分析方法。**方法** 样品经微波消解后, 采用蠕动泵在线加入内标, 用ICP-MS测定岳阳的茶叶、银鱼、莲子中Pb, Cd, Cr, As, Hg 5种金属元素的含量。**结果** 各元素在其标准曲线范围内线性关系良好, 检出限为0.0003~0.010 mg/kg, 表明方法的灵敏度较高; 各元素的加标回收率为86.4%~107.9%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为2.84%~8.97%, 表明方法具有较好的准确度和精密度。按照本方法测定大虾国家标准物质(GBW10050), 测量值均在标准值范围内。**结论** 该方法快速、准确、灵敏度高, 适合大批量样品的分析。

关键词: 微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 茶叶; 银鱼; 莲子; 金属元素

Determination of metal elements in 3 famous specialties of Yueyang city by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

YU Lian-Fang, LIU Jian-Bo*, GAO Wei

(Food Inspection Institute, Inspection and Testing Center of Quality and Measurement, Yueyang 414000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a analytical method for the determination of metal elements in three famous species-specific products in Yueyang city by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Methods** After microwave digestion, peristaltic pump was used to add the internal standard online. The contents of Pb, Cd, Cr, As and Hg in tea, whitebait and lotus seeds were determined by ICP-MS. **Results** The linear relationship of each element was good within the standard curve range, and the limits of detection were 0.0003–0.010 mg/kg. It showed that the sensitivity of the method was high. The standard recoveries of each element were 86.4%–107.9% and relative standard deviations (RSDs) were 2.84%–8.97%. It showed that the method had good accuracy and precision. According to this method, the national standard substance of prawn (GBW10050) was determined, and the measured values were all within the standard range. **Conclusion** The method is fast, accurate, and sensitive, and suitable for the analysis of large quantities of samples.

KEY WORDS: microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; tea; whitebait; lotus seed; metal elements

*通信作者: 刘剑波, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量检验。E-mail: 252276845@qq.com

*Corresponding author: LIU Jian-Bo, Senior Engineer, Food Inspection Institute, Inspection and Testing Center of Quality and Measurement, Qixi Road, Yueyanglou District, Yueyang 414000, China. E-mail: 252276845@qq.com

0 引言

黄茶君山银针芽头肥壮挺直,色泽金黄,有“金镶玉”的美称,香气清新鲜爽,滋味香甜爽口^[1]。洞庭湖为我国银鱼的主产区之一,洞庭湖银鱼又被称为玉簪鱼、白鱼,古代称为面条鱼、银条鱼^[2]。洞庭湖银鱼的入市是枇杷黄熟的五月^[3]。洞庭湖区水域辽阔、土质肥沃、气候温和、适合莲子生长,是莲子的主产区之一。目前“君山银针”、“洞庭银鱼”、“洞庭莲子”已成为岳阳的名优特产销往全国各地,成为岳阳连接五湖四海佳宾的名片和纽带。近年来,食品安全问题成为大众关注的焦点,各类特产的质量安全成为影响其经济价值的关键因素。由于环境污染、农药和化肥的使用以及加工过程等原因导致茶叶、水产品中金属元素污染的报道屡见不鲜^[4-8]。

目前元素的分析方法主要有火焰原子吸收光谱法(flame atomic absorption spectrometry, FAAS)、石墨炉原子吸收光谱法(graphite furnace atomic absorption spectrometry, GFAAS)、原子荧光法(atomic fluorescence spectrometry, AFS)、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)。FAAS法、GFAAS法和AFS法检出限较高,不能同时检测多种元素。ICP-OES法由于测定过程中所需样品用量大且不能测定同位素等原因限制了其使用^[9]。ICP-MS法因检出限低,可进行多元素快速分析,动态线性范围宽、灵敏度高,独特的同位素分析能力等优点,是目前痕量金属元素分析最先进的技术^[10-12]。在样品前处理方面,干法灰化消化周期长、耗能大、易造成某些元素的损失,湿法消解空白值偏高、酸用量大、危险性较大。研究表明,微波消解具有取样量少、节省试剂、污染机会少、回收率高、消解速度快等优点^[13],故将微波消解与ICP-MS结合起来是元素分析中非常高效的方法。本研究采用微波消解与ICP-MS联用,建立“君山银针”、“洞庭银鱼”、“洞庭莲子”中的Pb、Cd、Cr、As、Hg 5种金属元素同时测定方法,旨在为其质量安全监管提供方法指导。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

君山银针、银鱼、红莲、白莲(湖南省岳阳市市售)。

PQ-MS型电感耦合等离子体质谱仪(德国耶拿公司); Multiwave pro 24HVT50型微波消解仪(奥地利安东帕公司); 09A24S型赶酸仪(上海博通化学科技有限公司); ME204万分之一电子天平(瑞士METTLER TOLEDO公司)。

Pb、Cd、Cr、As多元素标准溶液(1000 μg/mL)、Hg单元素标准溶液(1000 μg/mL)、Bi、Ge、In、Rh、Sc多元素内

标溶液(100 μg/mL)、Au单元素标准溶液(1000 μg/mL)(国家有色金属及电子材料分析测试中心); Be、Mg、In、Ce、Pb、Th调谐液(10 mg/L, 德国耶拿公司); 大虾国家标准物质(GBW10050, 地球物理地球化学勘查研究所)。

硝酸(分析级, 默克公司); 实验用水(屈臣氏蒸馏水)。

实验所用玻璃容器均在10%优级纯硝酸中浸泡24 h, 使用前用超纯水清洗干净并晾干; 微波消解内罐加入浓硝酸, 利用微波消解程序清洗, 后用超纯水清洗干净并晾干; 实验过程中塑料离心管和吸管均一次性使用。

1.2 实验方法

1.2.1 仪器工作曲线配制

汞标准稳定剂: 取2 mL金元素(Au)溶液, 用硝酸溶液(5:95, V:V)稀释至1000 mL, 用于汞标准溶液的配制。准确吸取1000 μg/mL汞标液0.5 mL于50 mL离心管中, 用汞标准稳定剂稀释定重至50 g, 得到10 μg/g的储备液。称取该储备液0.25 g于50 mL离心管中, 用汞标准稳定剂稀释定重至50 g, 得到50 ng/g的汞标液中间液。分别称取0、0.100、0.500、1.00、1.50、2.00 g该中间液于50 mL离心管中, 用汞标准稳定剂稀释定重至50 g, 得到0、0.100、0.500、1.00、1.50、2.00 ng/g的标准工作曲线。

将Pb、Cd、Cr、As多元素标准溶液用2% HNO₃按照以上方法逐级稀释, Pb、Cd、Cr、As元素的工作曲线浓度为0、1.0、5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 ng/g。选择每组标准工作曲线的中间浓度配制内标溶液, 由仪器在线加入。用ICP-MS对上述系列标准溶液进行测定, 以浓度为横坐标, 以离子强度为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.2.2 样品前处理

样品经粉碎均匀后, 称取0.3~0.5 g样品于微波消解内罐中, 加入8 mL硝酸, 加盖放置过夜, 旋紧罐盖, 放入微波消解仪按表1的条件设置消解程序进行消解。冷却后取出, 缓慢打开罐盖排气, 用少量水冲洗内盖, 将消解罐放在赶酸仪上于100 °C加热赶酸, 至酸剩余约1 mL, 待冷却后用水转移至50 mL离心管中, 定重至50 g后混匀备用, 同时做空白实验。

表1 微波消解程序
Table 1 Microwave digestion procedure

步骤	温度/°C	升温时间/min	保持时间/min	风扇等级
1	120	5	5	1
2	150	5	5	1
3	190	5	50	1
4	60	22	--	3

1.2.3 ICP-MS工作条件

使用调谐液对仪器各项指标进行调试, 经调谐后的仪器参数设置见表2。

2 结果与分析

2.1 测定同位素的选择

本研究依照所选同位素丰度较大、干扰相对较少和灵敏度相对较高的原则,确定各待测元素的同位素及其丰度见表3。因质谱分析过程中潜在的质谱干扰非常复杂,针对不同的样品基质选择待测元素的同位素能最大程度地避开分析过程中的多种质谱干扰,提高分析结果的准确性。

2.2 内标元素的选择

用1个元素作为参考点对另1个元素进行校准或校正的方法称为内标校正法。内标元素的加入可以改善分析信号的稳定性,内标元素应与待测元素有相近的分子量、电离能、化学性质和溶沸点^[14]。因此,单一内标元素往往不能校正所有待测元素的质谱行为。且内标元素不应受同量异位数重叠或多原子离子的干扰或对被测元素的同位素产生这些干扰。由于茶叶、银鱼、莲子中K、Ca、Na、Mg等元素的含量一般比较高,会造成一定的基体干扰,引起检测元素信号的短期或长期漂移,因此本研究分段选择覆盖低、中、高3个质量段的Sc、Ge、In、Bi为混合内标元

素,采用蠕动泵在线加入。各元素的内标元素见表3。

2.3 ICP-MS的干扰及校正

在ICP-MS中发现的干扰可分为两大类:非质谱干扰(基体效应)和质谱干扰。非质谱干扰主要来自信号的抑制和增强效应、空间电荷效应和由高含量总溶解固体引起的物理效应。质谱干扰包括多原子或加合物离子干扰、同量异位素重叠干扰、双电荷离子干扰和难熔氧化物离子干扰^[15]。在本研究中,采用蠕动泵在线加入内标可以较好地校正一般的基体效应。溶液的黏度大、盐分高等导致的物理性干扰,通过尽可能的稀释作用可有效降低。而通过优化ICP-MS工作参数,选择合适的同位素,采用校正方程或选择合适的碰撞反应模式校正质谱干扰。本研究选用氢气作为碰撞气,实验中改变碰撞气流速50 mL/min到100 mL/min,结果如图1所示。为获得较高的灵敏度和稳定的信号,本研究选用氢气的流量为80 mL/min,利用气体反应(质量歧视),将分析物与干扰离子分开。例如测定 $^{75}\text{As}^+$ 时,易受到大量的 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ 的干扰,引入氢气,反应过程如下:

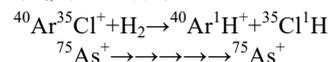


表2 ICP-MS工作参数
Table 2 Working parameters of ICP-MS

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1.35 kW	雾化器	同心雾化器
等离子体气流量	10.5 L/min	采样锥/截取锥	镍锥
雾化器流量	0.96 L/min	采样深度	6.5 mm
辅助气流量	1.50 L/min	采集模式	跳峰
稳定时间	30 s	冷却水温度	20 °C
雾化室温度	3 °C	CRC 气体压力(氢气)	100~120 kPa
泵速	15 r/min	每峰测定点数/重复次数	3/3

表3 待测元素选择的同位素和内标元素
Table 3 Selected isotopes and internal standard elements of the elements to be tested

元素	同位素(m/z)	丰度/%	内标元素	内标校正情况/%	分析模式
Pb	206/207/208	24.10/22.10/52.40	^{209}Bi	97.2~100.0	碰撞反应池
Cd	114	28.73	^{115}In	95.9~100.2	碰撞反应池
Cr	52	83.79	^{45}Sc	94.6~100.0	碰撞反应池
As	75	100.00	^{72}Ge	95.6~100.7	碰撞反应池
Hg	202	29.86	^{209}Bi	90.8~98.5	碰撞反应池

2.4 各元素的线性关系与检出限

连续测定消化空白溶液 11 次,以测定结果值的 3 倍标准偏差除以方法校准曲线的斜率计算检出限,10 倍标准偏差除以斜率计算定量限。各元素的线性方程、相关系数、检出限、定量限见表 4。由表 4 可知,各元素在其标准曲线范围内线性关系良好,检出限介于 0.0003~0.010 mg/kg 之间,表明方法的灵敏度较高,能较好地满足分析要求。

2.5 标准物质 GBW10050 的分析

对大虾国家标准物质(GBW10050)进行 6 次平行测定,计算按照本法测定含量的平均值,并比较测量含量平均值

与标准值的大小,评价方法的准确度,结果见表 5。测量值均在标准值范围内。

2.6 方法的精密度和回收率

对君山银针 1#样品平行称取 5 份,按上述实验方法分别进行测定,计算平均测定结果。适量添加 5 种被测元素标准溶液,按上述实验方法分别进行测定,其回收率与精密度结果见表 6。各元素的回收率为 86.4%~107.9%,砷元素的回收略高,汞元素的回收略低,RSD 为 2.84%~8.97%,均满足 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检》^[16]的要求,表明该方法具有较好的准确度和精密度。

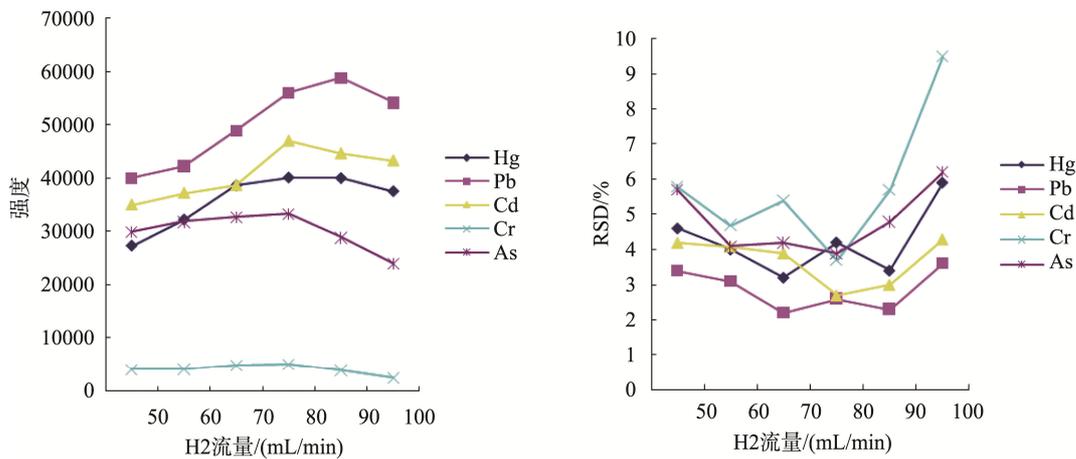


图 1 碰撞气流速对元素信号强度和 RSD 的影响

Fig.1 Influence of gas velocity on element signal strength and RSD

表 4 各元素的线性方程、相关系数及检出限

Table 4 Linear equation, correlation coefficient and limit of detection of each element

元素	线性方程	相关系数 <i>r</i>	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
Pb	$C/S=(1118.0+675.5+5454 \times \text{conc}) \times [I/S \text{ Ratio}]$	0.9999	0.003	0.010
Cd	$C/S=(564.0+1946+45700 \times \text{conc}) \times [I/S \text{ Ratio}]$	0.9999	0.0005	0.0015
Cr	$C/S=(105.7+35.20+485.4 \times \text{conc}) \times [I/S \text{ Ratio}]$	0.9999	0.010	0.033
As	$C/S=(367.0+59.91+3264 \times \text{conc}) \times [I/S \text{ Ratio}]$	0.9999	0.004	0.012
Hg	$C/S=(434.0+498.1+42620 \times \text{conc}) \times [I/S \text{ Ratio}]$	0.9997	0.0003	0.0010

注: *C/S* 代表信号强度, *I/S* 代表内标的回收率。

表 5 标准值与测定值的比较(*n*=6)

Table 5 Comparison of standard values and measured values (*n*=6)

元素	大虾(GBW10050)		
	标准值/(mg/kg)	测量平均值/(mg/kg)	RSD/%
Pb	0.20±0.05	0.216	3.51
Cd	0.039±0.002	0.0377	5.32
Cr	0.35±0.11	0.332	3.85
As	2.5	2.58	2.88
Hg	0.049±0.008	0.0421	5.79

表 6 回收率和精密度实验(*n*=5)

Table 6 Recoveries and precision tests (*n*=5)

元素	平均测定值/(mg/kg)	添加量/(mg/kg)	测定总量/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
Pb	0.382	0.5	0.851	93.8	2.84
Cd	0.0505	0.1	0.141	90.5	4.91
Cr	0.525	0.5	1.00	95.0	3.72
As	0.0731	0.1	0.181	107.9	6.65
Hg	0.00836	0.01	0.0170	86.4	8.97

2.7 样品测定

按上述优化的仪器条件,采用微波消解 ICP-MS 联用法,对产地为岳阳的茶叶、银鱼、莲子样品进行测试,结果见表 7。由表 7 可知,3 大特产中 Pb、Cd、Cr、As、Hg 含量存在差异,Pb 和 Cr 含量相对较高,Hg 含量相对较低。茶叶中 Pb 含量明显高于银鱼和莲子,君山银针 1# 中 Pb 含量达到 0.382 mg/kg。茶叶中铅主要来源于土壤、大气沉降及茶叶加工过程,茶叶铅超标是影响我国茶叶进入国际市场的重要贸易壁垒^[17]。莲子中 Cr 含量明显低于茶叶和银鱼。铬主要以三价和六价 2 种形式存在,三价铬是 1 种生命必需微量元素,六价铬具有致癌性。银鱼中汞含量明显高于茶叶和莲子,因为水产品贝类是人类食物中汞的主要来源,水体中的汞可通过食物链在鱼体中富集^[18]。镉和砷在 3 种产品中的富集量无明显差异。样品测定结果均满足茶叶,银鱼,莲子相应限量标准 NY 659-2003《茶叶中铬、镉、汞、砷及氟化物限量》^[19]、GB 10136-2015《食品安全国家标准 动物性水产制品》^[20]、GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》^[21]和 NY/T 1504-2007《莲子》^[22]的要求。

表 7 实际样品检测结果(mg/kg, n=3)
Table 7 Sample test results (mg/kg, n=3)

样品元素	Pb	Cd	Cr	As	Hg
君山银针 1#	0.382	0.0505	0.525	0.0731	0.00836
君山银针 2#	0.224	0.0452	0.736	0.0582	0.00835
君山银针 3#	0.195	0.0487	0.368	0.0621	0.00668
君山银针 4#	0.256	0.0533	0.569	0.0610	0.00938
洞庭湖银鱼 1#	0.0675	0.0511	0.193	0.0394	0.0227
洞庭湖银鱼 2#	0.0492	0.0626	0.264	0.0326	0.0345
红莲	0.0436	0.0497	0.0747	0.0428	0.00812
白莲	0.0497	0.0463	0.0911	0.0593	0.00624

3 结论

“君山银针”、“洞庭银鱼”、“洞庭莲子”作为岳阳市的名优特产销往全国各地,因此测定 3 大特产中 Pb、Cd、Cr、As、Hg 的含量,有助于全面了解其污染状况及食用安全性。本研究建立微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定岳阳市 3 大名优特产中 Pb、Cd、Cr、As、Hg 元素的方法,该方法操作简便、快速。方法学验证效果良好,说明该方法能满足茶叶、银鱼、莲子中这几种元素的分析测定要求。采用该方法测定茶叶,银鱼,莲子中 Pb、Cd、Cr、As、Hg 的含量均低于相应的国家限量标准。本研究为产

自岳阳的茶叶、银鱼、莲子的质量控制提供了参考。

参考文献

- [1] 肖力争. 黄茶君山银针调节糖脂代谢功效及机制研究[D]. 长沙: 湖南农业大学, 2014.
XIAO LZ. Study on regulation of glucose and lipid metabolism and regulation mechanism of Junshan island yellow tea [D]. Changsha: Hunan Agricultural University, 2014.
- [2] 刘思龙. 洞庭湖银鱼[J]. 美食, 2007, 4: 54.
LIU SL. Salangid in Dongting lake [J]. Delicious Food, 2007, 4: 54.
- [3] 庄大昌, 董明辉. 洞庭湖湿地观光农业资源开发利用模式研究[J]. 中国生态农业学报, 2002, 10(2): 120-122.
ZHUANG DC, DONG MH. Research on the development and utilization mode of sightseeing agricultural resources in Dongting lake wetland [J]. Chin J Eco-Agric, 2002, 10(2): 120-122.
- [4] 张先彩, 张春华, 黄晓兰, 等. ICP-MS 法测定英德红茶中的 45 种元素[J]. 食品与机械, 2018, 34(2): 62-66.
ZHANG XC, ZHANG CH, HUANG XL, et al. Determination of 45 elements in Yingde black tea by ICP-MS [J]. Food Mach, 2018, 34(2): 62-66.
- [5] 吴龙, 张力群, 龚立科, 等. 茶叶及代用茶中多种元素检测结果分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2017, 27(7): 1025-1028.
WU L, ZHANG LQ, GONG LK, et al. Analysis of multi-elements in teas and tea substitutes [J]. Chin J Health Lab Tec, 2017, 27(7): 1025-1028.
- [6] 林少美, 郑三燕, 李瑞芬, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定梭子蟹中的 10 种元素[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(12): 1919-1921.
LIN SM, ZHENG SY, LI RF, et al. Determination of 10 elements in *Portunus trituberculatus* by microwave digestion and ICP-MS [J]. Chin J Health Lab Tec, 2015, 25(12): 1919-1921.
- [7] 翟明丽, 赵艳芳, 翟毓秀, 等. 青岛近海主要海捕水产品中金属元素与石油烃含量分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(5): 1996-2002.
ZHAI ML, ZHAO YF, ZHAI YX, et al. Determination and analysis of elements and petroleum hydrocarbon in seafood caught from Qingdao coastal waters [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(5): 1996-2002.
- [8] 谭秀慧, 朱晓华, 杨洪生, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定水产品中铬、铜、锌、砷、镉、铅的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2018, 54: 82-85.
TAN XH, ZHU XH, YANG HS, et al. ICP-MS Determination of chromium, copper, zinc, arsenic, cadmium and lead in aquatic products [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2018, 54: 82-85.
- [9] 王洁, 伊晓云, 马立锋, 等. ICP-MS 和 ICP-AES 在茶叶矿物质元素分析及产地溯源中的应用[J]. 茶叶学报, 2015, 56(3): 145-150.
WANG J, YI XY, MA LF, et al. ICP-MS and ICP-AES for mineral analysis and origin-tracing on tea products [J]. Acta Tea Sin, 2015, 56(3): 145-150.
- [10] 梁雁辉, 甘伟威, 林启灵. 微波消解 ICP-MS 法测定土壤中 11 种重金属元素[J]. 绿色科技, 2018, (10): 115-116.
LIANG YH, GAN WW, LIN QL. Determination of 11 metal elements in soil by ICP-MS with microwave digestion [J]. J Green Sci Technol, 2018, (10): 115-116.
- [11] 庄俊侯, 侯真真, 杜德贤, 等. 微波消解 ICP-MS 同时测定鹅掌柴蜂蜜中 20 种元素的研究[J]. 食品工业, 2018, 39(5): 306-308.
ZHUANG JY, HOU ZZ, DU DX, et al. Simultaneous determination of 20

- elements content in *Schefflera octophylla* harms honey by ICP-MS [J]. Food Ind, 2018, 39(5): 306-308.
- [12] 罗诚, 申磊, 吴泽君. ICP-MS 法测定市售红薯粉条中铝和钛[J]. 食品工业科技, 2018, (10): 240-244.
LOU C, SHEN L, WU ZJ. Determination of aluminum and titanium in sweet potato vermicelli by ICP-MS [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, (10): 240-244.
- [13] 朱明扬, 余莲芳, 任欢, 等. 8 种干制水产品中 7 种金属元素含量的检测分析[J]. 食品与机械, 2012, 28(6): 99-102.
ZHU MY, YU LF, REN H, *et al.* Determination and analysis of seven elements in eight kinds of dried aquatic products [J]. Food Mach, 2012, 28(6): 99-102.
- [14] 裴西度. 碰撞/反应池-电感耦合等离子体质谱在食品分析中的研究[D]. 长沙: 中南大学, 2013.
NIE XD. Research on collision/reaction cell inductively coupled plasma mass spectrometry for analysis of food samples [D]. Changsha: Central South University, 2013.
- [15] 赵小学, 张霖琳, 张建平, 等. ICP-MS 在环境分析中的质谱干扰及其消除[J]. 中国环境监测, 2014, 30(3): 101-106.
ZHAO XX, ZHANG LL, ZHANG JP, *et al.* Spectral Interference and Elimination of Environmental Analysis with ICP-MS [J]. Environ Monit China, 2014, 30(3): 101-106.
- [16] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].
- [17] 周国华, 孙彬彬, 贺灵, 等. 安溪土壤-茶叶铅含量关系与土壤铅临界值研究[J]. 物探与化探, 2016, 40(1): 148-153.
ZHOU GH, SUN BB, HE L, *et al.* The relationship of lead concentration between soils and tea leaves and the critical value of lead for soil in Anxi, Fujian province [J]. Geophys Geochem Exp, 2016, 40(1): 148-153.
- [18] 陈斌, 罗文贤, 蒋瑾华, 等. 水产品中汞含量的测定与调查[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(5): 639-640.
CHEN B, LUO WX, JIANG JH, *et al.* Determination and investigation of mercury content in aquatic products [J]. Chin J Health Lab Tec, 2003, 13(5): 639-640.
- [19] NY 659-2003 茶叶中铬、镉、汞、砷及氟化物限量[S].
NY 659-2003 Residue limits for chromium, cadmium, mercury, arsenic and fluoride in tea [S].
- [20] GB 10136-2015 食品安全国家标准 动物性水产制品[S].
GB 10136-2015 National food safety standard-Animal aquatic products [S].
- [21] GB 2762-2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量[S].
GB 2762-2017 National food safety standard-Limit of pollutants in food [S].
- [22] NY/T 1504-2007 莲子[S].
NY/T 1504-2007 Lotus seed [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



余莲芳, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量检验。



刘剑波, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量检验。
E-mail: 252276845@qq.com