

快速消解-电感耦合等离子体质谱法测定水产配合饲料中的铬、铜、锌、砷、镉、汞和铅

张浩然, 徐汀, 田恺, 华贤辉, 黄家莺*

(上海市兽药饲料检测所, 上海 201103)

摘要: **目的** 建立快速消解-电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定水产配合饲料中的铬(Cr)、铜(Cu)、锌(Zn)、砷(As)、镉(Cd)、汞(Hg)和铅(Pb)的检测方法。**方法** 用硝酸将样品在聚丙烯快消解管中消解, 通过优化碰撞池气体流量及在线添加内标的方式消除干扰, 同时进行了线性、准确度及精密度实验, 并应用于质控样品及实际样品的检测。**结果** 各元素的标准曲线线性良好, 相关系数均为 1.0000, 检出限为 0.00229~0.15030 mg/kg, 回收率为 91.8%~108.2%, 相对标准偏差为 1.0%~7.9%, 质控样品测定值在标准值范围内。**结论** 在市售水产配合饲料中发现 2 批次 Cr 含量超标, 需对其来源及形态进行深入分析, 评估潜在的质量安全及生态安全风险。该方法高效、准确, 可应用于水产配合饲料的快速检测分析工作。

关键词: 水产配合饲料; 电感耦合等离子体质谱法; 重金属

Determination of chromium, copper, zinc, arsenic, cadmium, mercury and lead in aquatic formula feeds by rapid digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

ZHANG Hao-Ran, XU Ting, TIAN Kai, HUA Xian-Hui, HUANG Jia-Ying*

(Shanghai Institute for Veterinary Drugs and Feeds Control, Shanghai 201103, China)

ABSTRACT: Objective To establish a rapid digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) method for the determination of chromium (Cr), copper (Cu), zinc (Zn), arsenic (As), cadmium (Cd), mercury (Hg) and lead (Pb) in aquatic formula feeds. **Methods** The samples were digested in polypropylene fast digestion tubes with nitric acid. To eliminate the interference, internal standard elements were added online and the gas flow of collision/reaction cell was optimized. The linearity, accuracy and precision tests were carried out and the method was applied to the determination of quality control and actual samples. **Results** The linearity of elements standard curves was good and the correlation coefficients were 1.0000. The limits of detection were 0.00229–0.15030 mg/kg, the recoveries were 91.8%–108.2% and the relative standard deviations were 1.0%–7.9%. The measured values of the quality control samples were within the range of standard values. **Conclusion** Two batches of Cr content are found to exceed the standard in the commercial aquatic formula feeds, so it is necessary to deeply analyze its source and form, and evaluate the potential risks of quality safety and ecological safety. This method is efficient and accurate, and can be applied to the rapid detection and analysis of aquatic formula feeds.

*通信作者: 黄家莺, 畜牧师, 主要研究方向为兽药及饲料质量安全检测。E-mail: jy65my@sina.com

*Corresponding author: HUANG Jia-Ying, Engineer, Shanghai Institute for Veterinary Drugs and Feeds Control, No. 30, Lane 855, Hongjing Road, Changning District, Shanghai 201103, China. E-mail: jy65my@sina.com

KEY WORDS: aquatic formula feeds; inductively coupled plasma mass spectrometry; heavy metals

0 引言

我国既是水产饲料生产大国又是水产养殖大国。据统计, 2019 年水产饲料的年产量已达到 2200 多万 t^[1], 2018 年的年产量就已占世界年产量的 50%, 并且水产养殖量达到了世界总量的三分之二^[2]。以上数据表明, 发达的饲料工业和优质的水产养殖业的发展相辅相成, 没有水产饲料的质量安全, 就没有水产品的安全, 百姓们舌尖上的安全更无从谈起。从 2019 年初, 经国务院同意, 十部委联合印发的《关于加快推进水产养殖业绿色发展的若干意见》, 到 2020 年初, 农业农村部《农业农村部办公厅关于实施 2020 年水产绿色健康养殖“五大行动”的通知》的发布, 再到 2021 年初, 农业农村部发布了《关于加强水产养殖用投入品监管的通知》, 均彰显了国家对水产饲料质量安全的高度关注。

铬(Cr)、铜(Cu)、锌(Zn)、砷(As)、镉(Cd)、汞(Hg)和铅(Pb)作为水产饲料中卫生或营养指标, 其含量将直接影响饲料质量。含量过低, 达不到生长需求, 含量过高, 则会富集在动物体内及环境中, 威胁人类健康。目前, 根据 GB 13078—2017《饲料卫生标准》要求, 我国现行的相关检测标准如表 1 所示。由表 1 可知, 各元素的检测方法不同, 且一些标准的前处理方法过程复杂, 工作效率较低^[3], 如果同时测定多种元素, 则会进一步增加人力成本及环保压力。

因此, 电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)凭借其多元素同时分析的优势, 在饲料检测领域得到了飞速发展^[4]。但是, 多数报道仅仅局限于部分饲料原料、添加剂及畜禽配合饲料^[3,5-7], 对于水产配合饲料的关注较少。鉴于此, 针对水产饲料, 本研究建立了快速消解-电感耦合等离子体质谱法同时测

定水产配合饲料中的铬、铜、锌、砷、镉、汞和铅, 期为水产养殖业的绿色发展提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 样品

市售水产配合饲料 15 批次, 其中鱼配合饲料 4 批次, 虾配合饲料 7 批次, 蟹配合饲料 4 批次。

1.2 仪器与试剂

1.2.1 仪器

8800 型电感耦合等离子体质谱仪(美国 Agilent 公司); SPB 50-48 型石墨消解仪(美国 Perkin Elmer 公司); XPR205 型电子天平(瑞士 METTLER TOLEDO 公司); Molatom 1810A 纯水机(中国 Molecular 公司)。

1.2.2 试剂

硝酸(优级纯, 上海安谱实验科技股份有限公司); 镉(100 μg/mL)、铬、铜、锌、砷、汞、铅及金元素标准溶液(1000 μg/mL)(美国 Inorganic Venture 公司); 饲料中总汞质控样品(QC-492B-5, 大连中食国实检测技术有限公司); 饲料中铅、镉、铬、砷、铜、锌、锰成分分析标准物质(RMY-D001, 东莞市恒标准计量研究院有限公司); 内标混合溶液(100 mg/L, 美国 Agilent 公司); 高纯氦气(纯度 > 99.999%)、液氩(上海加杰特种气体有限公司); 实验用水均为一级水。

1.3 实验方法

1.3.1 稀释溶液的制备

准确移取 20 mL 硝酸于 1000 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 金元素标准溶液, 用一级水定容至刻度, 混匀, 制备得到稀释溶液。

表 1 各元素检测标准表
Table 1 Test standard table of each elements

元素	检测标准	检测方法
Cr	GB/T 13088—2006《饲料中铬的测定》	原子吸收光谱法、分光光度法
Cu	GB/T 13885—2017《饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法》	原子吸收光谱法
Zn		
As	GB/T 13079—2006《饲料中总砷的测定》	银盐法、硼氢化物还原光度法、原子荧光光度法
Cd	GB 13082—1991《饲料中镉的测定方法》	原子吸收光谱法
Hg	GB/T 13081—2006《饲料中汞的测定》	原子荧光光谱分析法、冷原子吸收光谱法
Pb	GB/T 13080—2018《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》	原子吸收光谱法

1.3.2 标准系列溶液和内标工作溶液的制备

准确移取各元素标准溶液适量, 用稀释溶液稀释至不同浓度, 混匀, 制备得到标准系列溶液, 并绘制标准曲线。准确移取内标溶液, 用一级水稀释至 1 $\mu\text{g/mL}$, 混匀, 制备得到内标工作溶液。标准系列溶液浓度及相应的内标元素见表 2。

1.3.3 样品消解溶液的制备

准确称取水产配合饲料样品 0.5 g, 放入一次性平底聚丙烯消解管中, 加入硝酸 10 mL, 置于石墨消解仪中 120 $^{\circ}\text{C}$ 加热 30 min。取出, 放冷至室温后, 转移至 50 mL 棕色容量瓶中, 用一级水稀释至刻度, 混匀, 配制得到样品消解溶液。

1.3.4 样品溶液的制备

取 10 mL 样品消解溶液, 过 0.22 μm 滤膜后, 准确移取 1 mL 于 10 mL 棕色容量瓶中, 用一级水稀释至刻度, 混匀, 制备得到样品溶液, 待上机。若个别重金属元素含量超出标准曲线范围, 则用一级水进一步稀释至曲线范围内, 重新测定。

1.3.5 质控溶液的制备

准确称取 0.5 g 标准物质, 按照 1.3.3 及 1.3.4 进行处理, 制备得到质控溶液。根据证书上提供的标准值的范围, 对测定值的准确度进行判定。当测定值在标准值范围内时, 表明结果满意。

1.3.6 仪器的分析条件

使用安捷伦公司提供调谐溶液对仪器状态进行调谐, 使仪器达到最佳状态, 并得到如下分析参数。射频(radio frequency, RF)功率: 1550 W; 等离子气流量: 15 L/min; 载气流量: 1.05 L/min; 雾化室温度: 2 $^{\circ}\text{C}$; 采样深度: 8.0 mm; 蠕动泵转速: 0.1 r/s; 检测模式: He 模式; 碰撞池气体流量: 3.0 mL/min; 扫描次数: 20; 重复次数: 5; 采集点数: 3; 进样时间: 60 s; 冲洗时间: 60 s。

1.3.7 样品的测定

按照 1.3.6 的仪器条件, 对标准系列溶液、样品溶液及质控溶液进行测定, 并且通过电感耦合等离子体质谱仪的蠕动泵在线添加内标工作溶液进行校正。

2 结果与分析

2.1 前处理方法的选择

饲料样品元素分析的前处理方法主要为干灰化法、湿法消解及微波消解。其中干灰化法温度较高, 过程中会造成 As、Hg 等元素的挥发, 使得测定结果偏低。湿法消解虽然温度适中, 但会使用大量的混酸^[8], 这会额外引入许多离子干扰, 不利于 ICP-MS 等高灵敏度的仪器工作。微波消解凭借其酸用量少、高压密闭、消解彻底等优势, 已被许多文献作为理想的前处理方式^[9-11], 但是其设备成本高, 导致不同厂家的设备质量参差不齐, 如消解罐的密封性差, 会出现酸溅出等现象, 严重影响检测结果的准确性。此外, 微波消解法还有冷却时间较长、难以高通量处理样品等不足。

本研究根据 ICP-MS 的仪器特点, 采用单一硝酸将样品在快速消解管中消解, 既有温度温和、酸量少的优势, 又避免引入过多的离子干扰, 这与胡曙光等^[12]的报道一致。消解过程中盖子微微拧紧, 在保证空白不被污染的同时, 又减少了样品的损失。此外, 国标中常用的前处理方法大多用时较长, 以国标法测定饲料中的总砷为例, 混合酸消解法需要 4 h 以上, 干灰化法需要 3.5~4 h。而据相关文献, 微波消解法的消解程序一般为 35~60 min^[5,7], 并且冷却时间超过 30 min^[10]。本法的消解时间为 30 min, 用时短, 并且根据石墨消解仪的型号, 可以满足 48 甚至 96 个样品同时处理, 高效便捷。

表 2 标准系列溶液浓度表
Table 2 Concentrations of standard series solutions

待测元素	标准曲线浓度/(ng/mL)							内标元素
	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6	系列 7	
Cr	0	0.1	0.5	1	5	10	50	钪(Sc)
Cu	0	50	100	200	400	1000	2000	锗(Ge)
Zn	0	50	100	200	400	1000	2000	Ge
As	0	0.1	0.5	1	5	10	50	Ge
Cd	0	0.1	0.5	1	5	10	50	铟(In)
Hg	0	0.1	0.5	1	5	10	50	铋(Bi)
Pb	0	0.1	0.5	1	5	10	50	Bi

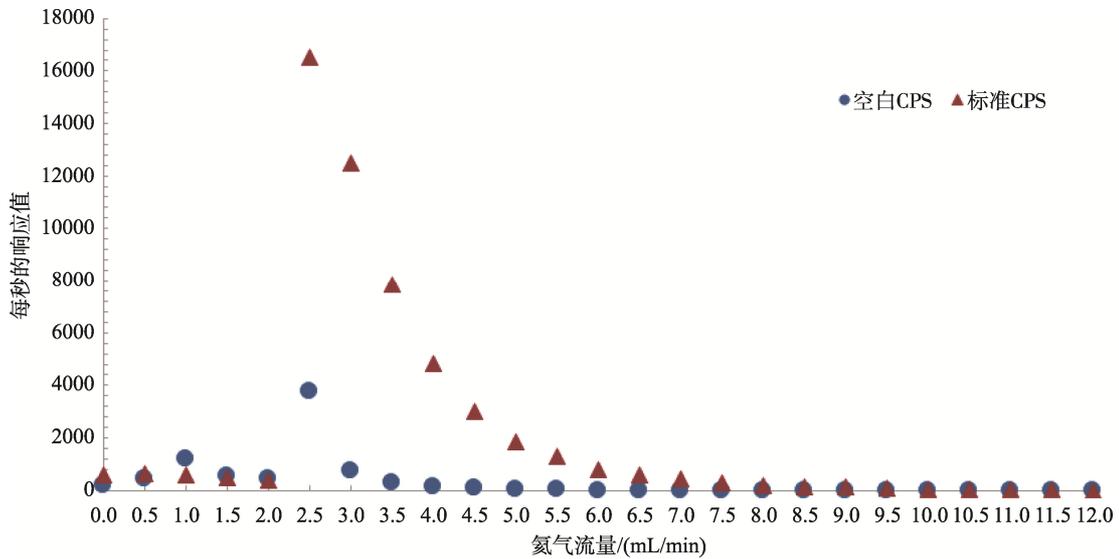


图 1 测定 Pb 的气体流量筛选图

Fig.1 Screening diagram of gas flow for determination of Pb

2.2.2 基质干扰的消除

配合饲料样品的基质较为复杂, 包括动物基质、植物基质、无机矿物及添加剂等, 因此样品溶液和标准系列溶液的粘度、电离平衡及传输效率会存在较大差异, 从而产生基质效应, 导致信号漂移^[16]。因此, 本研究选择在线添加内标物的方式, 降低信号漂移的影响, 改善基质效应带来的干扰, 确保了结果的准确性。

2.2.3 记忆效应

在仪器分析过程中, 一些元素如 Hg 具有较强的记忆效应, 容易残留在仪器的采样锥和截取锥上, 在序列进样时, 会对后续样品的测定造成干扰。一些研究表明, Au 的加入可以和 Hg 形成金汞齐, 利于 Hg 的测定和洗脱^[17-18]。本研究标准系列溶液中 Hg 的最高浓度为 50 ng/mL, 稀释溶液中 Au 的浓度为 2000 ng/mL, 金汞比为 40, 这与有报道建议将金汞比控制在 2~100 相一致^[19]。考虑到基质的特殊性, 稀释溶液中 Au 的浓度参考了饲料领域的相关报道^[20]。因此, 本研究在稀释溶液中添加了浓度为 2000 ng/mL 的 Au, 并考察了目标元素经过不同的洗脱时间后的 CPS 大小。结果表明, As、Hg、Pb 的记忆效应较强, 当冲洗时间达到 60 s 后, CPS 不再减小, 趋于稳定。因此, 选择最佳冲洗时间为 60 s。

2.2.4 方法的线性范围及检出限

按照 1.3.6 的仪器条件, 以各元素标准系列溶液的浓度为横坐标, 相应的 CPS 为纵坐标绘制标准曲线, 并计算相关系数。依据国际纯粹与应用化学联合会(International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC)建议的方法, 以连续测定 11 份试剂空白样品 CPS 的标准差的 3 倍除以相应标准曲线的斜率, 计算得到仪器的检出限。方法的检出限通过仪器的检出限乘以稀释体积除以样品质量计算得

到。结果表明, 本方法对 Cr、As、Cd、Hg、Pb 在 0~50 ng/mL 及 Cu、Zn 在 0~2000 ng/mL 浓度范围线性良好, 相关系数为 1.0000, 检出限为 0.00229~0.15030 mg/kg, 详见表 4。

表 4 线性方程及检出限

待测元素	线性方程	相关系数	检出限/(mg/kg)
Cr	$Y=3203.3688X+926.0794$	1.0000	0.00229
Cu	$Y=3303.1010X+6917.6508$	1.0000	0.01243
Zn	$Y=422.7046X+589.6758$	1.0000	0.15030
As	$Y=324.6889X+21.8301$	1.0000	0.00952
Cd	$Y=789.6746X+42.2017$	1.0000	0.00251
Hg	$Y=1365.1772X+37.7463$	1.0000	0.01691
Pb	$Y=12000.1179X+2840.7917$	1.0000	0.02039

2.2.5 方法的准确度及精密度

取水产配合饲料样品按照 1.3.6 的仪器条件测定本底值并进行添加回收实验, 平行测定 5 次计算回收率及相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。同时平行测定 5 次质控溶液通过测定值和标准值的比较进一步评价方法的准确性。结果表明质控溶液测定值均在标准值范围内, 各元素的回收率为 91.8%~108.2%, RSD 为 1.0%~7.9%。详见表 5。

2.2.6 样品的测定

将收集到的样品按照本方法进行测定并参照《中华人民共和国农业部公告第 2625 号》^[21]、GB 13078—2017 及 GB/T 18823—2010《饲料检测结果判定的允许误差》的有关规定对结果进行分析。测定结果表明市售水产配

饲料的 Cu、Zn、As、Cd、Hg 及 Pb 含量均符合标准限量要求, 但有 1 批次龙虾配合饲料及 1 批次螃蟹配合饲料的 Cr 含量严重超标, 分别为 736.76 及 754.22 mg/kg, 详见表 6。为此本研究按照国家标准 GB/T 13088—2006 采用原子吸收法再次进行含量测定, 结果相同。有研究表明饲料的前处理及粉碎过程中不锈钢粉碎机引入 Cr 污染

造成 Cr 的测定结果偏高^[22-23], 但本研究发现的饲料中高含量的 Cr 已超过 700 mg/kg, 高含量的背后应该另有原因。初步推测有 2 种原因, 其一是无机铬的污染可能来源于企业车间的生产线导轨或包装运输的途中; 其二是有机铬的污染可能是过量添加吡啶甲酸铬、烟酸铬、蛋氨酸铬等营养物质所致。

表 5 准确度及精密度实验结果表($n=5$)
Table 5 Accuracy and precision tests of elements ($n=5$)

待测元素	标准物质测定		本底添加实验				
	标准值范围/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	本底值/(mg/kg)	加标值/(mg/kg)	实测值/(mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
Cr	50.5±4.9	50.04	5.52	5	10.07	91.8	1.0
Cu	109±10	106.18	14.86	15	30.43	103.8	2.6
Zn	195±18	203.84	192.26	200	394.67	101.3	1.3
As	32.5±3.3	30.73	2.49	3	5.38	95.6	1.4
Cd	2.25±0.23	2.23	0.49	1	1.53	108.2	3.5
Hg	0.292±0.074	0.30	ND	1	1.06	106.0	7.9
Pb	55.6±5.4	56.55	1.68	2	3.71	101.8	1.8

注: ND 表示低于方法的检出限, 下同。

表 6 水产配合饲料元素测定结果表($n=3$)
Table 6 Determination of elements in aquatic formula feeds ($n=3$)

待测元素	Cr/(mg/kg)	Cu/(mg/kg)	Zn/(mg/kg)	As/(mg/kg)	Cd/(mg/kg)	Hg/(mg/kg)	Pb/(mg/kg)
石斑鱼鱼种配合饲料	5.52±0.06	14.86±0.42	192.26±2.69	2.49±0.03	0.49±0.02	ND	1.68±0.03
鲫鱼配合饲料	3.27±0.04	17.34±0.48	117.91±1.65	0.96±0.01	0.19±0.01	0.03±0.002	2.95±0.05
鱼用配合饲料	2.96±0.03	16.05±0.45	117.18±1.58	0.84±0.01	0.05±0.002	0.02±0.002	1.71±0.03
混养鱼成鱼配合饲料	1.21±0.01	16.93±0.47	140.84±1.97	0.61±0.01	0.09±0.003	ND	1.75±0.03
龙虾配合饲料	736.76±8.15	17.72±0.5	129.37±1.81	1.81±0.03	0.14±0.005	ND	2.23±0.04
青虾用配合饲料	3.16±0.04	20.25±0.57	136.67±1.91	0.76±0.01	0.06±0.002	0.02±0.002	1.46±0.03
龙虾配合饲料	3.01±0.03	18.91±0.53	132.84±1.86	0.66±0.01	0.06±0.002	0.02±0.002	1.68±0.03
南美白对虾苗虾料	2.77±0.03	45.58±1.28	184.02±2.58	2.97±0.04	0.48±0.02	ND	0.83±0.01
龙虾配合饲料	2.24±0.03	11.87±0.33	58.54±0.86	1.27±0.02	0.38±0.01	0.02±0.002	1.18±0.02
南美对虾苗虾料	2.02±0.02	41.95±1.17	173.26±2.43	4.23±0.06	0.57±0.02	ND	0.61±0.01
罗氏沼虾苗虾料	1.94±0.02	42.37±1.19	176.87±2.47	3.02±0.04	0.55±0.02	0.02±0.002	0.56±0.01
螃蟹配合饲料	754.22±8.3	20.22±0.55	147.96±2.12	1.87±0.03	0.12±0.004	0.03±0.002	2.49±0.04
蟹用配合饲料	2.93±0.03	14.81±0.41	115.55±1.62	0.89±0.01	0.09±0.003	ND	1.37±0.02
螃蟹幼蟹料	2.22±0.02	17.26±0.48	76.5±1.07	2.08±0.03	0.54±0.02	0.03±0.002	0.44±0.01
螃蟹配合饲料	1.95±0.02	26.6±0.75	111.83±1.59	2.36±0.03	0.64±0.02	ND	0.98±0.02

3 结论与讨论

本研究针对水产配合饲料建立了快速消解-电感耦合等离子体质谱法测定铬、铜、锌、砷、镉、汞和铅。该方法以单一硝酸进行快速消解, 利用 He 模式进行 ICP-MS 分析, 简单快速、稳定可靠, 适用于大批量的检测任务。对实际样品的检测结果表明, 市售水产饲料中的 Cr 元素存在一定安全隐患, 需追踪其来源并对水产饲料中 Cr 的形态及可能存在的有机铬进行深入分析, 进而保障水产饲料的质量安全。

参考文献

- [1] 全国畜牧总站信息中心中国饲料工业协会信息中心. 2019 年全国饲料工业发展概况[J]. 中国饲料, 2020, (6): 1.
Information Center of National Animal Husbandry Information Center of China Feed Industry Association. Development situation of feed industry in 2019 [J]. China Feed, 2020, (6): 1.
- [2] 麦康森. 中国水产动物营养研究与饲料工业的发展历程与展望[J]. 饲料工业, 2020, 41(1): 2-6.
MAI KS. History and prospect of aquaculture nutrition and aquafeed industry of China [J]. Feed Ind, 2020, 41(1): 2-6.
- [3] 陆剑华, 钟宏星, 欧健铭, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定甜菜颗粒粕中铅、砷、镉、汞[J]. 饲料研究, 2020, 43(3): 88-91.
LU JH, ZHONG HX, OU JM, *et al.* Determination of lead, arsenic, cadmium and mercury in beet meal by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Feed Res, 2020, 43(3): 88-91.
- [4] 徐祯然, 左鹏翔, 王志飞. 饲料中无机元素分析方法研究进展[J]. 畜牧与饲料科学, 2019, 40(7): 50-54.
XU YR, ZUO PX, WANG ZF. Research progress on analytical methods of inorganic elements in feed [J]. Anim Husb Feed Sci, 2019, 40(7): 50-54.
- [5] 邱秀玉. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定饲料级沸石粉中的铅、砷、镉、铬和汞[J]. 饲料工业, 2015, 36(11): 56-58.
QIU XY. Determination of Pb, As, Cd, Cr and Hg in zeolite meal by microwave digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Feed Ind, 2015, 36(11): 56-58.
- [6] 陈煜, 王洪健, 林丹. 微波消解电感耦合等离子体质谱法测定鸡饲料中重金属元素[J]. 轻工科技, 2020, 36(8): 105-106, 124.
CHEN Y, WANG HJ, LIN D. Determination of heavy metals in chicken feeds by microwave digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Light Ind Sci Technol, 2020, 36(8): 105-106, 124.
- [7] 修金生, 吴顺意, 周伦江, 等. 福建省规模化猪场饲料和猪粪中重金属砷含量测定初报[J]. 中国农学通报, 2011, 27(17): 13-16.
XIU JS, WU SY, ZHOU LJ, *et al.* Investigation on the concentrations of arsenic from feed and feces in Fujian province [J]. Chin Agric Sci Bull, 2011, 27(17): 13-16.
- [8] 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, (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, (3): 42-44.
- [9] 邓华阳, 吴燕梅, 陈孟君, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定畜禽粪便中 8 种金属元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(3): 745-749.
DENG HY, WU YM, CHEN MJ, *et al.* Determination of 8 metal elements in livestock manure by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(3): 745-749.
- [10] 黄建立, 林混, 陈凌锋. 电感耦合等离子-质谱法测定饲料中钠、镁、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、镉和铅[J]. 饲料工业, 2019, 40(18): 54-58.
HUANG JL, LIN H, CHEN LF. Determination of Na, Mg, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Cd and Pb in animal feed by ICP-MS [J]. Feed Ind, 2019, 40(18): 54-58.
- [11] 吴琼臻, 赵旭, 林起辉, 等. 高压密闭消解-电感耦合等离子体质谱法测定饲料中铅、镉、铬、总砷[J]. 粮食与饲料工业, 2020, (3): 56-58.
WU QZ, ZHAO X, LIN QH, *et al.* Determination of Pb, Cd, Cr and As in feed by high-pressure closed digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Cereal Feed Ind, 2020, (3): 56-58.
- [12] 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(5): 1270-1278.
HU SG, SU ZJ, HUANG WX, *et al.* Progress and application in the digestion technology of trace heavy metal elements determination in food [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(5): 1270-1278.
- [13] 郭利攀, 章路, 巩佳第, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定虾皮中 28 种元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(1): 108-114.
GUO LP, ZHANG L, GONG JD, *et al.* Determination of 28 elements in dried small shrimps by microwave digestion with inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(1): 108-114.
- [14] 孙冬梅. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定酱卤肉中铬、砷、镉、铊、铅[J]. 化学分析计量, 2021, 30(1): 63-66.
SUN DM. Determination of chromium, arsenic, cadmium, thallium and lead in sauced meat by microwave digestion-inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. Chem Anal Meter, 2021, 30(1): 63-66.
- [15] 范琼, 赵敏, 酒元达, 等. 双位加热消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定树仔菜中 7 种元素的含量[J]. 南方农业学报, 2020, 51(10): 2515-2522.
FAN Q, ZHAO M, JIU YD, *et al.* Simultaneous determination of the contents of seven elements in *Sauropus androgynus* by double control heating and digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J South Agric, 2020, 51(10): 2515-2522.
- [16] 秦榛妮, 黄俊杰, 全洗强, 等. 微波消解-ICP-OES/ICP-MS 法测定桂花中 46 种元素[J]. 食品与机械, 2017, 33(4): 66-69, 89.
QIN SN, HUANG JS, QUAN XQ, *et al.* Determination of 46 elements in *Osmanthus fragrans* by microwave digestion with ICP-OES/ICP-MS [J]. Food Mach, 2017, 33(4): 66-69, 89.
- [17] 卢水淼, 李鹰, 李剑, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定地表水中汞及其记忆效应的消除[J]. 理化检验-化学分册, 2019, 55(10): 1222-1224.
LU SM, LI Y, LI J, *et al.* Determination of Hg in surface water by ICP-MS and elimination of its memory effect [J]. Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2019, 55(10): 1222-1224.
- [18] 韩芳, 宋伟, 吕亚宁, 等. 电感耦合等离子体质谱法同时测定植物类新食品原料中 14 种无机元素[J]. 理化检验-化学分册, 2017, 53(12): 1432-1436.
HAN F, SONG W, LV YN, *et al.* Simultaneous determination of 14 inorganic elements in plant-original new food sources by ICP-MS [J]. Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2017, 53(12): 1432-1436.

- [19] 舒风, 张远志, 王宏磊, 等. ICP-MS测定汞的记忆效应的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(2): 189-191.
SHU F, ZHANG YZ, WANG HL, *et al.* Research on the memory effect of determining mercury by ICP-MS [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2016, 26(2): 189-191.
- [20] 黎浩劲, 郑咏梅, 叶琳, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定饲料中 14 种主量和痕量元素的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2019, 55(1): 51-55.
LI HJ, ZHENG YM, YE L, *et al.* Determination of 14 main and trace elements in feeds by ICP-MS [J]. *Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal)*, 2019, 55(1): 51-55.
- [21] 中华人民共和国农业部公告 第 2625 号[J]. 农产品质量与安全, 2018, (4): 92-94.
Announcement of the ministry of agriculture of the People's Republic of China, No. 2625 [J]. *Qual Saf Agro-Prod*, 2018, (4): 92-94.
- [22] 陈小燕, 杨曦, 唐碧蓉, 等. 饲料样品制样过程对铬含量的影响与分析[J]. 粮食与饲料工业, 2019, (9): 58-59, 63.
CHEN XY, YANG X, TANG BR, *et al.* Effect and analysis of feed sample preparation process on chromium content [J]. *Cereal Feed Ind*, 2019, (9): 58-59, 63.
- [23] 李宏, 王黎文, 宋荣, 等. 样品粉碎设备对饲料中铬测定结果的影响[J]. 中国饲料, 2020, (5): 66-70.
LI H, WANG LW, SONG R, *et al.* The effect of sample grinder on the test results of chromium content in feeds [J]. *China Feed*, 2020, (5): 66-70.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



张浩然, 畜牧师, 主要研究方向为兽药及饲料质量安全检测。

E-mail: haoran_z@foxmail.com



黄家莺, 畜牧师, 主要研究方向为兽药及饲料质量安全检测。

E-mail: jy65my@sina.com