

实验技术与方法

L-半胱氨酸提取-高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定
鱼肉中汞的三种形态

钟洋,谭欣,金丽鑫,何叶馨,齐琦惠,阮若云
(四川省食品检验研究院,四川 成都 611731)

摘要:目的 建立 L-半胱氨酸辅助提取-高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定鱼肉中无机汞、甲基汞和乙基汞 3 种汞形态。方法 样品采用 L-半胱氨酸提取,考察不同浓度 L-半胱氨酸的提取效率,研究提取时间对提取效率的影响,优化流动相条件。结果 在 2% 甲醇+0.04 mol/L 乙酸铵+1 g/L L-半胱氨酸流动相条件下,用 1% L-半胱氨酸超声辅助提取 10 min,测定了鱼肉中汞的 3 种形态,均能在 9 min 内完成分离,3 种汞形态线性相关系数均>0.999,无机汞、甲基汞、乙基汞的检出限分别为 3.0、2.0 和 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,加标回收率在 92.2%~97.9%,精密度<2%,质控样测定值在定值区间内。结论 该方法准确简单、方便快捷,适用于鱼肉中 3 种汞形态的测定,给相关检测机构提供参考。

关键词: L-半胱氨酸; 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱; 无机汞; 甲基汞; 乙基汞

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2023)10-1454-06

DOI:10.13590/j.cjfh.2023.10.008

Determination of the three forms of mercury in fish by L-cysteine extraction-high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry

ZHONG Yang, TAN Xin, JIN Lixin, HE Yexin, QI Qihui, RUAN Ruoyun
(Sichuan Institute of Food Inspection, Sichuan Chengdu 611731, China)

Abstract: Objective The aim of this study was to establish a method for determining inorganic, methyl, and ethyl mercury levels in fish using L-cysteine-assisted extraction-high-performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry. **Methods** L-cysteine was used to extract mercury from the samples. The extraction efficiencies of different concentrations of L-cysteine were investigated. The effect of extraction time on extraction efficiency was also studied, and the mobile phase conditions were optimized. **Results** Using a mobile phase comprising 2% methanol + 0.04 mol/L ammonium acetate + 1 g/L L-cysteine, the three forms of mercury in fish were determined by ultrasonic-assisted extraction with 1% L-cysteine for 10 min. All samples were separated within 9 min. The linear correlation coefficients for the three forms of mercury were over 0.999. The limits of detection of inorganic mercury, methyl mercury, and ethyl mercury were 3.0, 2.0, and 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively. The spiked recoveries were 92.2%~97.9%, and the precision was less than 2%. The measured values of the quality control samples were within the range of the fixed values. **Conclusion** The method developed herein is accurate, simple, convenient, and suitable for determining the three types of mercury in fish.

Key words: L-cysteine; high-performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry; inorganic mercury; methyl mercury; ethyl mercury

汞普遍存在于自然界中,多以单质汞、有机汞和无机汞化合物的形式存在^[1]。随着工业的发展,汞对环境 and 人体健康的危害也越发严重^[2],其中发

生在日本的水俣病最为典型。为使人类与环境免受汞及其化合物人为排放的危害,2013年10月发布了具有全球法律约束力的《关于汞的水俣公约》,并于2017年8月在中国生效,对汞的供应、贸易、使用及排放等提出了全面管控要求^[3]。汞具有蓄积性、持久性、代谢周期长的特点,烷基汞比芳香汞和无机汞的毒性强,甲基汞和乙基汞均为脂溶性,易被生物体吸收,经食物链富集进入人体,具有很强的神经毒性,损伤人体器官且与心血管病有所关

收稿日期:2022-06-24

作者简介:钟洋 男 工程师 研究方向为食品安全与检测

E-mail:465139463@qq.com

通信作者:阮若云 女 工程师 研究方向为食品安全与检测

E-mail:498254878@qq.com

联^[4-9],单质汞可通过甲基化转化为有机汞,有机汞也可转化为单质汞^[10-11],一般来说其毒性甲基汞>乙基汞>无机汞^[12-14]。人体主要通过膳食摄入有机汞,膳食又以水产动物中的鱼肉为主。有机汞在海洋动植物中通过生物链续集^[15-16],从而导致海洋动植物的汞污染。目前依据 GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》^[17]规定水产动物及其制品甲基汞限量为 0.5 mg/kg,肉食性鱼类及其制品甲基汞限量为 1.0 mg/kg,尚没有针对无机汞和乙基汞的限量要求。因此建立准确、快速、高效的方法同时测定鱼肉中汞的 3 种形态方法显得尤为重要。

目前,分析汞形态常用高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法^[12](High performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry, HPLC-ICP-MS)、高效液相色谱与原子荧光光谱联用^[18](High performance liquid chromatography-atomic fluorescence spectrometry, HPLC-AFS)、气相-质谱法^[19](Gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)、毛细管电泳法^[20](Capillary electrophoresis, CE)等,其中 HPLC-ICP-MS 联用方法具有灵敏度高、操作简单、检出限低、稳定性好的特点,被作为汞形态分析最常用的方法^[21-24]。本文依据现行 GB 5009.17—2021《食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定》HPLC-ICP-MS 的基础上优化流动相条件和前处理条件测定鱼肉中 3 种汞形态,方法的各项分析指标包括线性范围、精密度、准确度和检出限均满足汞形态分析要求,且在检出限和准确度等方面与现行 GB 5009.17—2021 的 HPLC-ICP-MS 进行比较,以实现同时对 3 种汞形态的同时测定。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与材料

NexION™350X 电感耦合等离子体质谱仪、A-10 Altus 高效液相色谱仪(美国 PerkinElmer 公司),IDH 30 超声波清洗机(德国 IRM 公司),Multifuge X Pro 低温高速离心机、GENPURE 纯水仪(美国 Thermo 公司)。

汞元素标准溶液(GSB 04-1729—2004) 1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心;甲基汞、乙基汞混合标准溶液(BePure-31033YM) 1 000 μg/mL,曼哈格(上海)生物科技有限公司;海鱼粉中甲基汞分析质控样品(MRM0438-1),北京美正检测技术有限公司;L-半胱氨酸,生化试剂,≥98.5%,国药集团化学试剂有限公司;乙酸铵,优级纯,≥98.5%,成都科龙化工试剂厂;甲醇(色谱纯)、

盐酸、氨水分析纯,成都市科隆化学品有限公司;实验室用水均为超纯水。

1.2 样品前处理方法

鱼肉样品经去除内脏后匀浆处理,准确称取 1.0 g 匀浆后试样于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 质量分数为 1% 的 L-半胱氨酸,室温下超声水浴提取 10 min,4 ℃下 8 000 r/min 离心 15 min(25 830×g),吸取上清液,经 0.45 μm 有机系滤膜过滤后使用高效液相色谱串联电感耦合等离子体质谱仪检测。同时做试剂空白。

1.3 标准溶液的配制

准确移取 0.1 mL 汞元素标准溶液、甲基汞和乙基汞混合标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,配制成含汞、甲基汞和乙基汞浓度为 1 mg/L 的混合标准储备液,再分别移取混合标准储备液(1 mg/L) 0、0.005、0.01、0.05、0.1、0.3、0.5 mL 于 10 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,配制成含汞、甲基汞和乙基汞浓度为 0、0.5、1.0、5.0、10.0、30.0、50.0 μg/L 的混合标准系列溶液,备用。

1.4 仪器条件

1.4.1 质谱条件

射频功率为 1 150 W,雾化器流速为 0.83 L/min,等离子体气体流速为 18 L/min,辅助气流速为 1.2 L/min,分析模式为标准模式,检测质荷比(m/z)为 202。电感耦合等离子体质谱仪在串联之前首先进行点火预热,对灵敏度、双电荷、氧化物进行调谐,调谐结果达到要求后再串联高效液相色谱仪进行分析。目前汞的同位素有 7 种,¹⁹⁶Hg、¹⁹⁸Hg、¹⁹⁹Hg、²⁰⁰Hg、²⁰¹Hg、²⁰²Hg、²⁰⁴Hg,上述同位素中容易受到 TaO、WO 等多原子和离子的干扰,但可能存在干扰的物质几乎不存在于食品的基质中,故试验选择丰度较高的 ²⁰²Hg 作为分析^[12],²⁰⁴Hg 同位素易受到 Pb 元素的干扰,而 Pb 元素的干扰较大,因此没有选择 ²⁰⁴Hg。

1.4.2 色谱条件

色谱柱为 Agela Venusil MP C₁₈ 分析柱(4.6 mm×150 mm,5 μm),流动相为 2% 甲醇+0.04 mol/L 乙酸铵+1 g/L L-半胱氨酸,流速 1.0 mL/min,进样量为 50 μL。

1.5 统计学分析

数据采用 Microsoft Excel 软件进行整理统计,进行平均值和标准差运算;采用图形分析软件 GraphPad Prism 7 绘图;采用 Empower 3 软件进行色谱图处理。

2 结果

2.1 流动相条件的优化

依据国家标准 GB 5009.17—2021^[25]使用的是3% 甲醇+0.04 mol/L 乙酸铵+1 g/L L-半胱氨酸流动相,张珂等^[26]比较了不同浓度的乙酸铵和 L-半胱氨酸对各形态汞的分离效果影响,采用原标准中乙酸铵的浓度为 0.04 mol/L, L-半胱氨酸的浓度为 1 g/L,在此基础上对甲醇浓度进行优化,甲醇浓度由 1%→2%→3%→4%→5%→6% 逐渐增加,无机汞的出峰时间几乎不受影响,甲基汞和乙基汞的出峰时间变短,响应逐渐增加,基线噪音逐渐降低,分离度也逐渐降低。3 种汞形态中主要考虑无机汞和甲基汞之间的分离度,随着甲醇浓度的增加,分离度逐渐降低,当甲醇浓度为 2% 时分离度大于 1.5,能够实现完全分离,当甲醇浓度大于 2% 时,无机汞

与甲基汞之间的分离度均小于 1.5,不能实现完全分离。故本文综合了 3 种汞形态的响应值和无机汞与甲基汞之间的分离度,最终确定流动相为 2% 的甲醇+0.04 mol/L 乙酸铵+1 g/L L-半胱氨酸。不同甲醇浓度分离色谱图见图 1,无机汞与甲基汞在不同甲醇浓度下的分离度见图 2。

2.2 前处理条件的优化

2.2.1 提取液的选择

在 GB 5009.17—2021 中采用的是加入 5 mol/L 盐酸溶液提取,并需要再次取上清液用氨水调节 pH 至 3~7,在调节的过程中会放出大量的热,可能会导致汞形态的损失。陈曦等^[27]成功采用 1% L-半胱氨酸在 150 W 超声破碎功率下经过 15 min 提取稻米中两种汞形态并通过液相色谱-原子荧光联用仪检测。在此基础上,保持 0.04 mol/L 乙酸铵+2% 甲醇

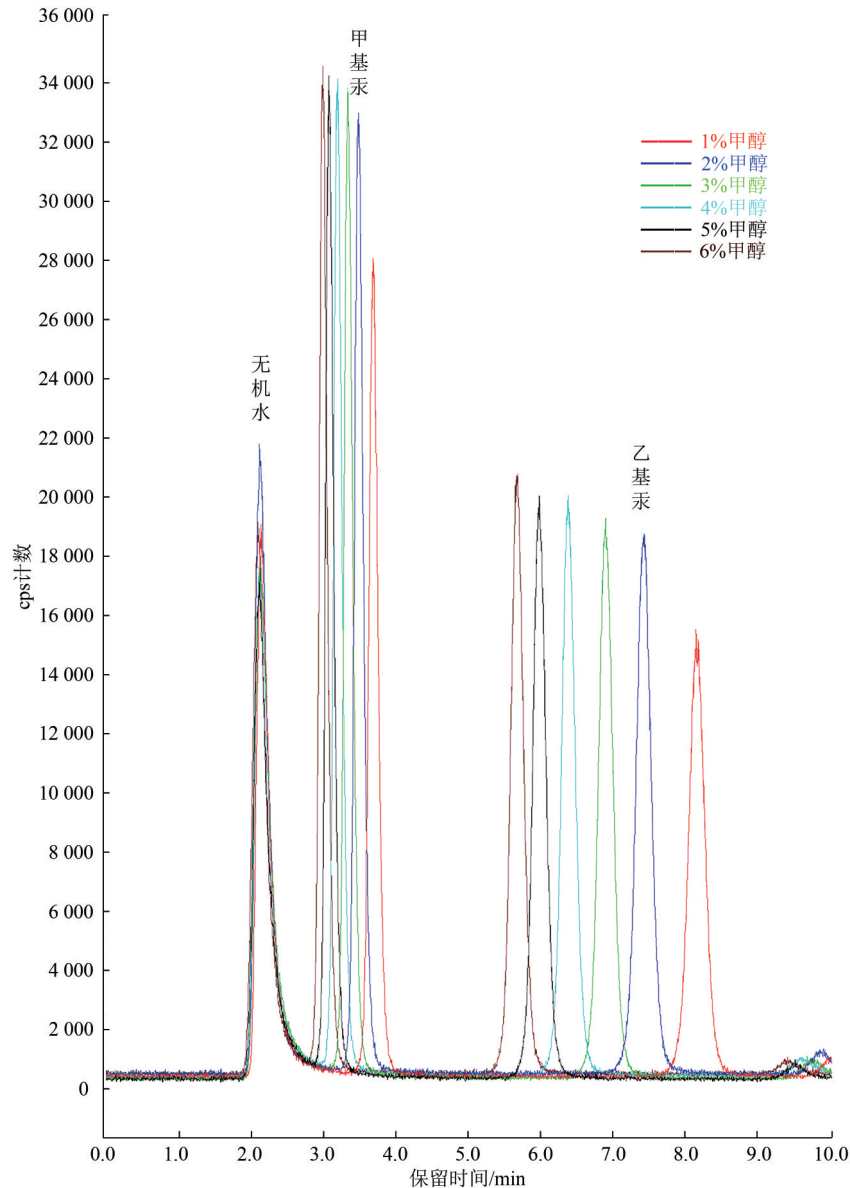


图 1 不同甲醇浓度下 3 种汞形态分离色谱图(10 ppb)

Figure 1 Chromatographic separation of three mercury forms at different methanol concentrations (10 ppb)

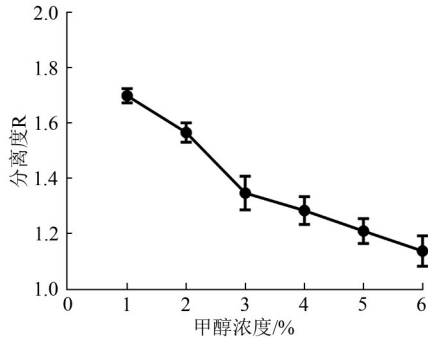


图2 无机汞与甲基汞在不同甲醇浓度下的分离度

Figure 2 Separation degree of inorganic mercury and methyl mercury at different methanol concentration

不变,超声提取 15 min,对海鱼粉中甲基汞质控样品(市场上没有相对应的无机汞和乙基汞质控样)通过调节 L-半胱氨酸浓度由 0.1%→0.5%→1.0%→1.5%→2.0%→3.0% 进行条件优化。结果表明,随着 L-半胱氨酸浓度的增加提取液中甲基汞的峰面积随之增加,当达到 1% 的浓度后有所下降然后趋于平缓,故在考虑得到最佳响应的情况下选择 1% L-半胱氨酸作为样品的提取液,结果见图 3。

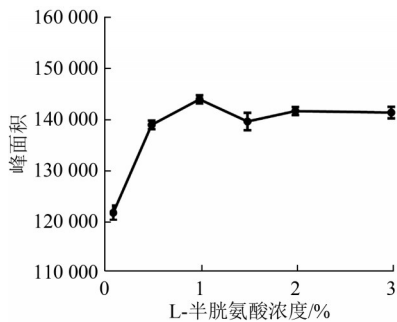


图3 不同L-半胱氨酸浓度对甲基汞提取效果的影响

Figure 3 Effects of different L-cysteine concentrations on the extraction effect of methyl mercury

2.2.2 超声时间的优化

超声的时间也会影响提取的效果,且查阅文献大多数超声提取时间较长^[28-29],为了验证最佳的超声时间,本文对质控样海鱼粉在完全保证相同的提取液下进行了不同时间的超声提取,比较了甲基汞的提取效果。结果表明,在 2~10 min 随着提取时间的增加,响应值也增加,20 min 以后响应值有所降低,综合考虑后选择提取时间为 10 min,结果见图 4。

2.3 线性范围及检出限

按照 1.3 配制混合标准系列溶液,经 HPLC-ICP-MS 分析,将 3 种汞形态浓度作为横坐标,峰面积作为纵坐标,绘制标准曲线得到无机汞的回归方程为 $y=14\ 634.62x+2\ 189.807$,相关系数为 0.999 9,甲基汞的回归方程为 $y=16\ 076.13x+4\ 117.090$,相关

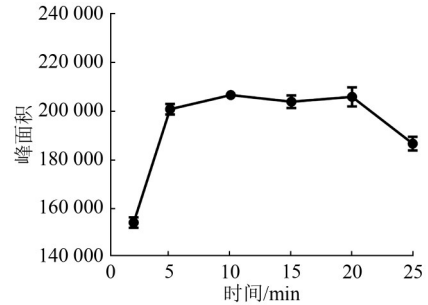


图4 提取时间对甲基汞提取效果的影响

Figure 4 Influence of extraction time on the extraction effect of methyl mercury

系数为 0.999 7,乙基汞的回归方程为 $y=15\ 031.47x+3\ 177.615$ 相关系数为 0.999 9,结果表明在线性范围内线性相关良好。称取 1.0 g 空白基质的鱼肉,加入 10 mL 提取液,向样品中依次加入汞 3 种形态的混合标准溶液,直到汞的 3 种形态能准确检出,以 3 倍信噪比(S/N=3)对应的 3 种汞形态的浓度表示检出限,无机汞、甲基汞、乙基汞的检出限分别为 3.0、2.0 和 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.4 方法的精密度和回收率

在筛选的一批鱼肉样品中分别加入混合标准溶液为 5、10、20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 3 个水平浓度进行测定,结果见表 1。无机汞、甲基汞和乙基汞的回收率分别为 92.2%~96.0%、96.7%~97.9%、94.5%~96.5% 之间,回收率较好。称取 6 个平行样品,分别加入 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 水平浓度的混合标准溶液,以测定浓度计算相对标准偏差(Relative standard deviation, RSD),得到无机汞、甲基汞和乙基汞的 RSD 分别为 0.79%、1.37%、0.68%,精密度良好。

2.5 与国标方法的比对

针对质控样品海鱼粉采用国家标准 GB 5009.17—2021 前处理方法和优化条件后的方法同时处理后连续进样。结果见表 2,通过两种方法提取后甲基汞含量均在质控样要求范围内,采用优化后方法测定甲基汞的含量值更靠近真值。

3 结论

本文建立了鱼肉中无机汞、甲基汞和乙基汞的 HPLC-ICP-MS 测定方法,用 1% L-半胱氨酸超声辅助提取,以 2% 甲醇+0.04 mol/L 乙酸铵+1 g/L L-半胱氨酸作为流动相,高效液相色谱分离,ICP-MS 为检测器对鱼肉样品中的 3 种汞形态进行测定。该方法线性范围、精密度、回收率、准确度均满足实验要求。与 GB 5009.17—2021 中的方法相比,简化了前处理步骤,避免了调节 pH 释放大量的热而可能导致元素的损失,提高了灵敏度,能够准确、快速

表1 鱼肉样品加标回收率
Table 1 Spiked recovery rate of fish samples

汞形态	本底值/(μg/L)	加标浓度/(μg/L)	测定浓度/(μg/L)	回收率/%
无机汞	ND	5	4.611	92.2
		10	9.414	94.1
		20	19.202	96.0
甲基汞	0.792	5	5.627	96.7
		10	10.584	97.9
		20	20.281	97.9
乙基汞	ND	5	4.724	94.5
		10	9.645	96.5
		20	19.168	95.8

注:由于国内外没有鱼肉基质中无机汞、甲基汞和乙基汞质控样品,故采用加标回收方法评价方法的准确度;ND为未检测到

表2 不同前处理方法质控样含量
Table 2 Quality control sample contents among different pretreatment methods

实验方法	甲基汞含量/(mg/kg)	
	测定值	标准值
国标方法(5 mol/L HCl提取)	6.15	6.72±0.80
优化方法(1%L-半胱氨酸提取)	6.44	6.72±0.80

地完成鱼肉中3种汞形态的测定。实验中仍然存在着一些不足,其甲基汞质控样含量虽在其定值范围内,但是据多次反复实验仍要低于中位值,值得接下来更深入地研究,其次无机汞和乙基汞仅用加标回收欠缺论证性。

参考文献

[1] 王亚洁,王泽兰.大米总汞与甲基汞含量特征及暴露风险研究[J].中国食品,2021(13):74-75.
WANG Y J, WANG Z L. Study on the content characteristics and exposure risk of total mercury and methylmercury in rice[J]. China Food, 2021(13): 74-75.

[2] KUMAR S, SHARMA A, SEDHA S. Occupational and environmental mercury exposure and human reproductive health-a review [J]. Journal of the Turkish German Gynecological Association, 2022, 23(3): 199-210.

[3] 马忠法.《关于汞的水俣公约》与中国汞污染防治法律制度的完善[J].复旦学报:社会科学版,2015,57(2):157-164.
MA Z F. Minamata convention on mercury and the improvement of the prevention and abatement of mercury pollution in China [J]. Fudan Journal: Social Sciences Edition, 2015, 57(2): 157-164.

[4] FOWLER J, TSUI M T K, CHAVEZ J, et al. Methyl mercury triggers endothelial leukocyte adhesion and increases expression of cell adhesion molecules and chemokines [J]. Experimental Biology and Medicine: Maywood, N J, 2021, 246(23): 2522-2532.

[5] 乔艺飘,杨光昕,王媛,等.东海外海海域生物体内总汞蓄积差异性研究[J].生态环境学报,2019,28(5):983-989.
QIAO Y P, YANG G X, WANG Y, et al. Accumulation differences of total mercury in organisms in the offshore area of East China Sea[J]. Ecology and Environmental Sciences, 2019, 28(5): 983-989.

[6] 李树强,赵金垣.汞在肾脏内代谢的研究进展[J].中国职业

医学,2002,29(2):47-48.
LI S Q, ZHAO J Y. Research progress of mercury metabolism in kidney [J]. Chinese Occupational Medicine, 2002, 29(2): 47-48.

[7] 朱晶,刘森,杨雪晶,等.伊通河段鱼体甲基汞含量分析研究[J].长春理工大学学报:自然科学版,2007,30(4):97-99.
ZHU J, LIU M, YANG X J, et al. Research on cymene hydrargyrum in fish bodies in Yitong river and its analyzed method [J]. Journal of Changchun University of Science and Technology: Natural Science Edition, 2007, 30(4): 97-99.

[8] 曾玲霞.草海生态系统汞在生物链中的富集及迁移特征[D].贵阳:贵州大学,2017.
ZENG L X. The enrichment and migration features of mercury in ecosystem of Caohai, Guizhou, China [D]. Guiyang: Guizhou University, 2017.

[9] PALMIERI J R, GUTHRIE T, KAUR G, et al. Implications and significance of methyl mercury toxicity and exposure in rice and fish [J]. Journal of Drug Metabolism & Toxicology, 2021, 12(3): 258.

[10] NDU U, BARKAY T, SCHATUP A T, et al. The effect of aqueous speciation and cellular ligand binding on the biotransformation and bioavailability of methylmercury in mercury-resistant bacteria [J]. Biodegradation, 2016, 27(1): 29-36.

[11] CAO Q Y, QIAN Y H, LIANG H D, et al. Mercury forms and their transformation in pyrite under weathering [J]. Surface and Interface Analysis, 2020, 52(5): 283-292.

[12] 陈绍占,刘丽萍,张妮娜,等.高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定食用菌中无机汞和甲基汞[J].理化检验:化学分册,2020,56(10):1122-1126.
CHEN S Z, LIU L P, ZHANG N N, et al. HPLC-ICP-MS determination of inorganic mercury and methylmercury in edible fungi [J]. Physical Testing and Chemical Analysis: Part B: Chemical Analysis, 2020, 56(10): 1122-1126.

[13] 李吉龙,李珊,何霜,等.测汞仪/高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用法测定鱼松中总汞和甲基汞的含量[J].食品安全质量检测学报,2017,8(1):82-87.
LI J L, LI S, HE S, et al. Determination of total mercury and methylmercury content in fish-meat floss by direct mercury analyzer and high performance liquid chromatography inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety &

- Quality, 2017, 8(1): 82-87.
- [14] 贾彦博, 陆吉琛, 朱蓓, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用法测定东海乌参样品中的二价汞、甲基汞、乙基汞和苯基汞[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(11): 4609-4613.
- JIA Y B, LU J C, ZHU B, et al. Determination of bivalent mercury, methyl-mercury, ethyl-mercury and phenyl-mercury in *Acaudina leucoprocta* by high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2016, 7(11): 4609-4613.
- [15] LEE C S, FISHER N S. Bioaccumulation of methylmercury in a marine copepod [J]. Environmental Toxicology and Chemistry, 2017, 36(5): 1287-1293.
- [16] AHMAD N I, MAHIYUDDIN W R W, AZMI W N F W, et al. Exposure assessment of methyl mercury from consumption of fish and seafood in Peninsular Malaysia [J]. Environmental Science and Pollution Research International, 2022, 29(17): 24816-24832.
- [17] 国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中污染物限量: GB 2762—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- National Health and Family Planning Commission, National Food and Drug Administration. National food safety standard-Maximum levels of contaminants in foods: GB 2762—2017 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [18] 杨娟, 平文卉, 叶青华, 等. 高效液相色谱-原子荧光光谱联用法对婴幼儿奶粉和辅食中不同形态汞的测定[J]. 辽宁化工, 2022, 51(3): 434-437.
- YANG J, PING W H, YE Q H, et al. Determination of different forms of mercury in infant milk powder and complementary food by high performance liquid chromatography-atomic fluorescence spectrometry [J]. Liaoning Chemical Industry, 2022, 51(3): 434-437.
- [19] 杨丽莉, 王美飞, 胡恩宇, 等. 衍生化-溶剂提取-气质联用法测定水中痕量烷基汞[J]. 中国测试, 2021, 47(12): 73-78.
- YANG L L, WANG M F, HU E Y, et al. Determination of alkyl mercury in water by derivatization-solvent extraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Measurement & Test, 2021, 47(12): 73-78.
- [20] 李普. 加压毛细管电色谱与电感耦合等离子体质谱联用在汞、砷形态分析中的应用[D]. 杭州: 杭州师范大学, 2017.
- LI P. Pressurized capillary electrochromatography coupled with inductively coupled plasma mass spectrometry in the analysis of mercury and arsenic speciation [D]. Hangzhou: Hangzhou Normal University, 2017.
- [21] 韦丽丽. 食品中汞与汞形态分析方法研究进展[J]. 职业与健康, 2020, 36(9): 1291-1296.
- WEI L L. Research progress on analysis methods of mercury and mercury speciation in food [J]. Occupation and Health, 2020, 36(9): 1291-1296.
- [22] 欧阳珮珮, 黄诚, 丘福保. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法同时测定水产品中的无机汞、甲基汞和乙基汞[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(1): 50-53.
- OUYANG P P, HUANG C, QIU F B. Simultaneous determination of inorganic mercury, methyl mercury and ethyl mercury in aquatic products by high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2016, 26(1): 50-53.
- [23] 赵静, 孙海娟, 冯叙桥. 食品中重金属汞污染状况及其检测技术研究进展[J]. 食品工业科技, 2014, 35(7): 357-363, 367.
- ZHAO J, SUN H J, FENG X Q. Research progress on pollution of heavy metals mercury and its detection technology in food [J]. Science and Technology of Food Industry, 2014, 35(7): 357-363, 367.
- [24] 武晓慧. 汞的毒性作用及在动物性食品中的检测现状[J]. 食品安全导刊, 2021(17): 49.
- WU X H. Toxicity of mercury and its detection in animal food [J]. China Food Safety Magazine, 2021(17): 49.
- [25] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定: GB 5009.17—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- National Health Commission of the People's Republic of China, State Administration for Market Regulation. National food safety standard-Determination of total mercury and organic mercury in food: GB 5009.17—2021 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2021.
- [26] 张珂, 高舸, 张钦龙. 超声辅助酸提取-液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定鱼肉中3种汞形态[J]. 中国食品卫生杂志, 2017, 29(5): 581-584.
- ZHANG K, GAO G, ZHANG Q L. Determination of inorganic mercury, methyl mercury and ethyl mercury in fish samples by liquid chromatogram-inductively coupled plasma mass spectrometry with ultrasound-assisted acid extraction procedure [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2017, 29(5): 581-584.
- [27] 陈曦, 周明慧, 王松雪, 等. L-半胱氨酸快速绿色提取稻米中汞形态的前处理方法研究[J]. 中国粮油学报, 2022, 37(4): 173-177.
- CHEN X, ZHOU M H, WANG S X, et al. Rapid and green pretreatment method of mercury speciation in rice by L-cysteine [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2022, 37(4): 173-177.
- [28] 冯晓青, 徐瑞, 王露, 等. 超声辅助提取-高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱快速测定海鲜样品中的汞形态[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(20): 2438-2441.
- FENG X Q, XU R, WANG L, et al. Determination of mercury speciation in seafood samples by ultrasonic-assisted extraction-HPLC-ICP/MS [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2018, 28(20): 2438-2441.
- [29] 毛红, 秦德元, 巩俐彤. 液相色谱-原子荧光法测定鱼肉中甲基汞、乙基汞、无机汞[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(10): 2439-2440, 2442.
- MAO H, QIN D Y, GONG L T. Determination of methyl-, ethyl- and inorganic mercury in Fish tissue by high performance liquid chromatography-atom fluorescence spectrometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2010, 20(10): 2439-2440, 2442.