

液相色谱-电感耦合等离子质谱联用技术测定水产品中汞化合物形态分析方法探讨

刘丽萍¹, 吕超^{1,2}, 王颖¹

(1. 北京市疾病预防控制中心, 北京 100013; 2 北京化工大学 理学院, 北京 100029)

摘要: 建立了高效液相色谱与电感耦合等离子质谱联用技术测定水产品中汞化合物形态的分析方法。采用盐酸提取样品, C₁₈柱(4.6 mm × 150 mm)分离, 流动相为 5% 甲醇-0.06 mol/L 乙酸铵-0.1% 半胱氨酸, 3 种汞化合物的线性范围均为 0~100 μg/L, 相关系数(*r*)均大于 0.999 0, 检出限为 0.5~0.8 μg/L; 汞化合物各形态的 RSD 均小于 5%; 不同质量浓度下无机汞、甲基汞、乙基汞的加标回收率分别为 72%~90%、99%~118%、93%~111%; 鱼肉标准物质(GBW 10029)、人发标准物质(GBW 09101B)中汞形态的测定值均在标准值范围内, 甲基汞的 FAPAS 国际比对结果 Z 评分为 1.0。该方法前处理简便、线性范围宽、精密度高、准确性好, 适用于水产品中汞化合物的形态分析。

关键词: 液相色谱-电感耦合等离子质谱; 汞; 形态分析; 水产品

中图分类号: O657.63; O614.263 文献标识码: A 文章编号: 1004-4957(2010)08-0767-06
doi: 10.3969/j.issn.1004-4957.2010.08.002

Investigation of Mercury Speciation Analysis in Aquatic Products by Liquid Chromatography-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry

LU Liping¹, LÜ Chao^{1,2}, WANG Ying¹

(1. Beijing Center for Disease Prevention and Control, Beijing 100013, China; 2. Science Faculty, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract An HPLC/ICP-MS method was established for the determination of mercury speciation, including inorganic mercury (MC), methylmercury (MMC) and ethylmercury (EMC), in seafood. The sample was extracted with hydrochloric acid and separated on a C₁₈ chromatographic column (4.6 mm × 150 mm) using 5% methanol-0.06 mol/L ammonium acetate-0.1% cysteine as mobile phase. The linear ranges for three mercury species were all between 0 and 100 μg/L with correlation coefficients (*r*) more than 0.999 0. The detection limits were in the range of 0.5-0.8 μg/L. The relative standard deviations (RSDs) for the determinations of three mercury species were all less than 5%. The spiked recoveries for different concentrations of mercury compounds were in the range of 72% - 90% for MC, 99% - 118% for MMC and 93% - 111% for EMC, respectively. The method was applied in the determinations of mercury speciations in fish reference material (GBW 10029) and human hair reference material (GBW 09101B), and the analytical results were all in the scope of standard values. The Z score result of MMC in FAPAS was 1.0. The results indicated that the method had a simple pre-treatment procedure, broad linear range, good accuracy and precision, and was suitable for the determination of mercury speciations in aquatic products.

Key words liquid chromatography/inductively coupled plasma-mass spectrometry; mercury speciation analysis; aquatic products

汞是危害人体健康的重金属元素之一, 汞及其化合物曾大量用于杀虫剂、杀菌剂^[1]、电器设备、电池及照明等领域。汞的主要存在形态有无机汞、甲基汞、乙基汞、苯基汞, 环境中存在最多的是无机汞和甲基汞, 无机汞通过生物甲基化作用生成甲基汞, 甲基汞能穿透生物膜, 并通过食物链的富集

收稿日期: 2010-01-27 修回日期: 2010-05-21

基金项目: 北京市优秀人才培养资助项目(20051D0302640)

第一作者: 刘丽萍(1965-), 女, 北京市人, 主任技师, Tel: 010-64407088 E-mail: llp9312@yahoo.com.cn

作用进入人体, 严重危害人体健康^[2]。汞化合物的毒性依赖于其浓度及化学形态, 烷基汞的毒性比芳基汞和无机汞大, 甲基汞是毒性最强的汞化合物之一^[3]。鉴于不同形态汞化合物的毒性差异, 采用高灵敏度的形态分析方法测定环境样品和生物样品中汞的含量非常必要^[1]。

气相色谱 (GC)^[1,4]和液相色谱 (HPLC)^[1,5]是汞形态分析的常用手段, 气相色谱与光谱技术联用也被用于分析汞化合物^[6-9]。高效液相色谱以其前处理简单、适用性强, 可与原子吸收 (AAS)、原子荧光 (AFS)、电感耦合等离子质谱 (ICP-MS)、电感耦合等离子光谱 (ICP-AES) 等多种技术联用而广泛应用于汞形态分析^[10-12]。HPLC/ICP-MS 因灵敏度高、线性范围宽、检出限低等优点, 广泛用于汞化合物的分析^[13-19]。在汞形态分析中通常采用碱消解技术对样品进行处理, 再用二氯甲烷进行反萃^[11], 其过程较繁琐且回收率低。本文采用盐酸提取水产品中的汞, 以半胱氨酸为络合剂, 采用 HPLC/ICP-MS 联用技术对其中的甲基汞、乙基汞、无机汞的含量进行了研究, 并优化了实验条件, 该方法前处理简单, 避免使用剧毒管制试剂, 且方法灵敏准确。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

美国 Agilent 公司 1200 型高效液相色谱仪及 7500a 型电感耦合等离子体质谱仪; 美国 Millipore 2150 超纯水处理系统; 德国 Sigma 高速冷冻离心机; 超声清洗器; 意大利 MILESTONE DMA-80 测汞仪。

超纯水: 电阻率 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$; 甲醇 (色谱纯); 乙酸铵 (分析纯); 盐酸、氨水 (优级纯); 半胱氨酸 (生化试剂); 汞标准物质: 甲基汞 GBW 08675 含量为 $(76.6 \pm 2.9) \mu\text{g/g}$ 乙基汞 BW 3218 含量为 $(75.3 \pm 2.8) \mu\text{g/g}$ 无机汞 GBW (E) 080124 含量为 $100 \mu\text{g/g}$ 均购自中国计量科学研究院; 汞标准参考物质: 中国计量科学研究院的鱼肉 GBW 10029 人发 GBW 09101B 美国 NIST 的标准物质菠菜粉 NBS157Q。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液配制 分别取一定量甲基汞、乙基汞、无机汞, 用超纯水稀释定容, 配成 2 mg/L 的混合标准溶液, 所配溶液均储存于 4°C 的冰箱中。汞标准工作液由 2 mg/L 混合标准溶液用流动相与 2% 盐酸按 1:1 逐级稀释而成, 使用时现配。

1.2.2 样品前处理 称取 $0.2\sim 0.3 \text{ g}$ (干重) 样品于 15 mL 离心管中, 加入 5 mL 5 mol/L 盐酸, 混匀后超声萃取 2 h 4°C 8000 r/min 离心 15 min , 取 2 mL 上清液于 15 mL 离心管中, 逐滴加入 1.5 mL 35% 氨水和 0.2 mL 2% 半胱氨酸, 用纯水定容至 5 mL , 4°C 8000 r/min 离心 15 min , 取上清液过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜, 滤液经 HPLC/ICP-MS 进行形态分析。

1.3 高效液相色谱及电感耦合等离子体质谱条件

高效液相色谱条件: Agela Technologies Venusil C_{18} 色谱柱 ($4.6 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$); 流动相为 5% 甲醇 - 0.06 mol/L 乙酸铵 - 0.1% 半胱氨酸; 流速为 0.4 mL/min , 进样体积 $50 \mu\text{L}$ 。

电感耦合等离子体质谱条件: PFA 雾化器, RF 入射功率 1550 W , 载气为高纯氩气, 载气流速 0.95 L/min , 补偿气流速 0.15 L/min , 射频电压 1.7 V , 泵速 0.3 r/s , 检测质量数 $m/z=202(\text{Hg})$, $m/z=209(\text{Bi})$ 。

2 结果与讨论

2.1 高效液相色谱条件的选择

文献多采用 2-巯基乙醇为络合剂^[13-17], C_{18} 柱 ($50 \text{ mm} \times 2.1 \text{ mm}$) 分析汞化合物。本文考察了 $10 \mu\text{g/L}$ 的甲基汞 (MMC)、乙基汞 (EMC)、无机汞 (MC) 混合标准溶液在 Agilent ZORBAX SB- C_{18} 柱 ($50 \text{ mm} \times 2.1 \text{ mm}$) 上的分离情况 (见图 1A)。3 种汞化合物在 10 min 内基本实现分离, 但无机汞和甲基汞分离不完全。也有文献选用半胱氨酸为络合剂^[18-20], 但在 ZORBAX SB- C_{18} 柱上 3 种汞化合物的保留时间均在 3 min 内, 无法实现分离, 吕超等^[20]选用 Agela Technologies Venusil C_{18} 柱 ($150 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$) 分析汞化合物形态取得较好的结果, 本文亦选用此色谱柱。

考察流动相对分离的影响, 当采用 5% 甲醇 - 0.06 mol/L 乙酸铵 - 0.1% 2-巯基乙醇为流动相时,

化合物保留时间太长, 乙基汞拖尾严重, 测定误差较大, 且 2-巯基乙醇属剧毒管制试剂, 毒性较高。当选用 5% 甲醇-0.06 mol/L 乙酸铵-0.1% 半胱氨酸为流动相时, 3 种汞化合物可实现很好的分离, 且半胱氨酸为络合剂无毒无害, 图 1B 为 3 种汞化合物 (10 μg/L) 的分离谱图, 3 种汞化合物在 20 min 内能分离完全, 且峰形良好。综合考虑, 优化的 HPLC 条件见 “1.3” 所示。

2.2 前处理条件的选择

选用 5 mol/L HCl 对水产品中的汞化合物进行提取。HPLC- AFS 测定汞化合物多采用氢氧化钠调节酸度^[20], 但采用 HPLC/ICP-MS 测定时, 引入的钠盐会抑制 ICP, 使其稳定性下降, 导致数据波动, 测定不准确, 故采用 35% 氨水调节酸度。另外 Venusil MP C₁₈ 柱属中等极性柱, 适用 pH 范围较宽 (1.5~8.5), 提取液酸度不必严格控制。

2.3 方法的线性范围、检出限及精密度

配制质量浓度分别为 2.5、5.0、12.5、25.0、50.0、100.0 μg/L 的一系列 3 种汞化合物的混合标准溶液, 在优化实验条件下考察方法的线性范围, 线性相关系数大于 0.999 0, 以 3 倍基线噪声测定 3 种形态汞的检出限 (S/N = 3), 结果见表 1。

由于很难找到 3 种汞化合物都存在的天然水产品, 因此模拟制备 3 种不同浓度的水产样品考察方法的精密度, 平行测定其汞化合物含量, 计算 RSD, 除低浓度无机汞外, 其余浓度汞化合物的 RSD 均小于 5%, 结果见表 1。

表 1 方法的线性范围、检出限及精密度

Table 1 Linear range, detection limit and precision of the method

Compound	t/min	Linear range ρ/(μg·L ⁻¹)	Low level		Middle level		High level		LOD ρ/(μg·L ⁻¹)
			Average	s _r %	Average	s _r %	Average	s _r %	
			ρ/(μg·L ⁻¹)	s _r %	ρ/(μg·L ⁻¹)	s _r %	ρ/(μg·L ⁻¹)	s _r %	
MC	4.88	0-100	12.6	5.3	40.0	4.5	64.6	4.6	0.5
MMC	8.08	0-100	19.5	4.5	52.0	3.1	83.5	3.3	0.5
EMC	17.26	0-100	15.6	4.3	50.8	4.9	80.2	2.6	0.8

分别选择鱼肉、人发样品对方法的精密度进行研究。平行测定 7 个样品, 计算相对标准偏差 (RSD), 鱼肉样品主要含有甲基汞, 人发样品中含有无机汞和甲基汞, 其 RSD 均小于 5%, 结果见表 2。

表 2 鱼肉样品与人发样品的测定精密度

Table 2 Detection result of three mercury compounds in fish and human hair sample

Sample	Compound	Determined w/(μg·kg ⁻¹)							Average value w/(μg·kg ⁻¹)	RSD s _r %
		830.4	780.4	849.0	868.9	843.7	837.1	819.9		
Fish sample	MMC	830.4	780.4	849.0	868.9	843.7	837.1	819.9	832.8	3.3
Human hair	MC	240.0	217.5	251.7	239.4	237.6	245.0	236.0	238.2	4.4
	MMC	1011.8	950.3	963.6	922.1	984.9	1050.2	921.9	972.1	4.8

2.4 加标回收率

分别向水产样品中加入 3 种不同浓度汞化合物, 测定加标回收率, 结果见表 3。由表 3 可知, 无机汞的加标回收率偏低。在汞化合物的测定中, 甲基汞、乙基汞较稳定, 无机汞稳定性稍差, 易挥发。样品提取时采用氨水调节酸度, 酸碱中和放热, 氨气也易挥发, 酸碱中和时无机汞随着氨气的逸出而损失, 使得无机汞的加标回收率偏低。

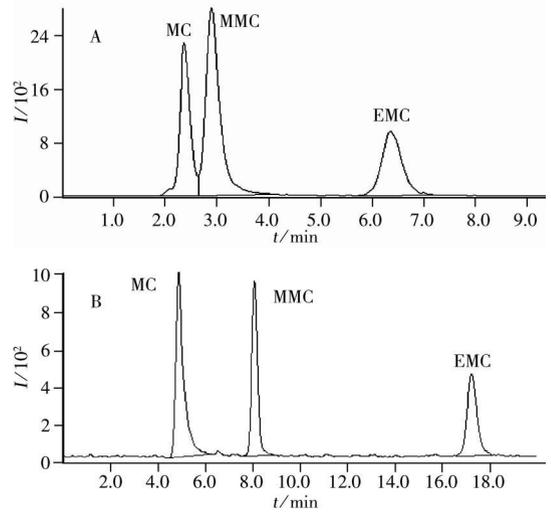


图 1 不同色谱柱对 3 种汞形态的分离色谱图
Fig. 1 Chromatograms of three mercury species on different columns

A. Agilent ZORBAX SB-C₁₈ column B. Agela Technologies Venusil C₁₈ column

表 3 水产样品的加标回收率

Table 3 Spiked recoveries of three mercury compounds in aquatic product

Compound	Original	Added	Found			Recovery		
	$\rho_0 / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho_A / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho_F / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			R %		
MC	0	16, 48, 80	11.6~13.8	37.1~43.1	60.2~68.0	72~86	77~90	75~85
MMC	1.48	16, 48, 80	18.3~20.3	50.4~55.1	80.8~87.4	105~118	102~112	99~107
EMC	0	16, 48, 80	14.9~16.5	46.5~53.4	77.9~83.7	93~103	97~111	97~105

2.5 标准物质测定

用 HPLC/ICP-MS 对鱼肉、人发标准物质进行汞的形态测定, 用测汞仪对菠菜粉标准物质进行总汞的测定, 结果见表 4, 分析谱图见图 2。

表 4 标准物质的测定结果 (n = 6)

Table 4 Determination results of standard materials (n = 6)

$w / (\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$

Standard sample	MC		MMC		Total mercury	
	Found	Certified value	Found	Certified value	Found	Certified value
Fish sample (GBW 10029)	-*	-	843.7 ± 24	840 ± 30	-	-
Human hair sample (GBW 09101B)	238.1 ± 28	-	960 ± 41	-	1 198.1 ± 69	1 060 ± 280
Spinach leaves (NBS1570)	-	-	-	-	30 ± 5	31.3 ± 0.6

* no detected total mercury is summary of MC and MMC concentration

2.6 FAPAS 国际比对

采用所建方法在 2009 年参加英国 FAPAS Proficiency Test 07115 国际比对, 对鱼罐头样品中的甲基汞进行测定, 本实验室编号为 36, 其比对结果 Z 评分为 1.0, 结果见图 3。

2.7 样品测定

采用 MILESTONE DMA-80 测汞仪对水产样品中的总汞进行测定, 用本方法测定其汞形态, 结果见表 5。由测定结果可知, 水产品中的汞形态主要为甲基汞, 个别样品含有少量的无机汞。测得水产品中汞形态的提取效率均在 80% 以上。

3 结论

本文采用 HPLC/ICP-MS 测定水产品中的汞形态, 通过对前处理方法和实验条件进行优化, 选择 5 mol/L 盐酸提取样品, 3% 氨水调节酸度, 半胱氨酸为络合剂, C₁₈ 柱分离汞化合物形态, 3 种汞化合物的线性范围为 0~100 μg/L, 相关系数 (r) 均优于 0.999, 检出限为 0.5~0.8 μg/L, 汞化合物各形态的 RSD 均小于 5%, 不同浓度下无机汞、甲基汞、乙基汞的加标回收率满足卫生检验方法要求; 鱼肉标准物质、人发标准物质中汞形态的测定值均在标准值范围内。采用所建方法参加 FAPAS 国际比对, 甲基汞比对结果 Z 评分为 1.0, 实验结果表明, 本方法样品前处理简便快速, 线性范围宽, 精密度高。

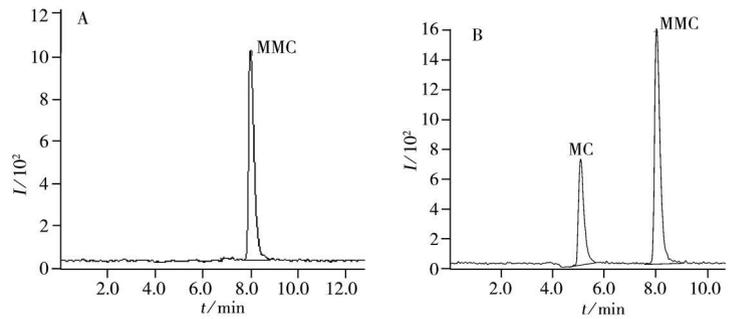


图 2 鱼肉 (A) 与人发 (B) 标准物质的谱图

Fig. 2 Chromatograms of fish (A) and human hair (B) standard material

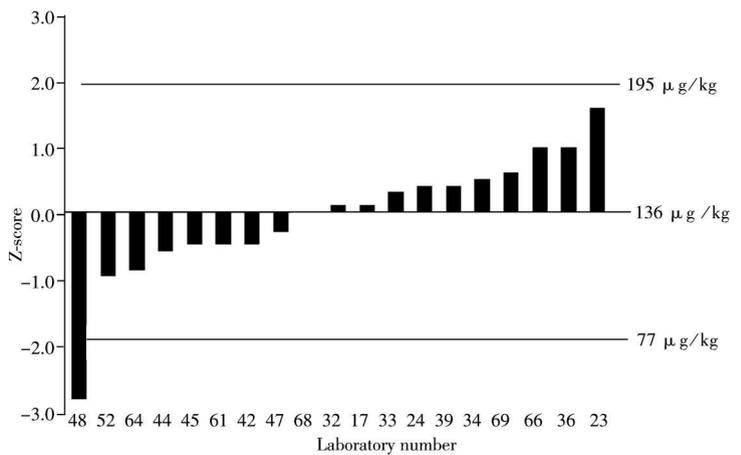


图 3 FAPAS 样品中 Z 评分结果

Fig. 3 Z-score of FAPAS sample

准确性好, 适用于水产品中汞化合物形态的测定。

表 5 实际样品中总汞和汞形态测定结果

Table 5 Determination results of total mercury and mercury speciation in actual samples

Sample	Determined $w / (\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1})$					Extraction efficiency (%)
	MC	MMC	EMC	Total mercury ¹	Total mercury ²	
Bighead fish	-*	184.3	-	184.3	186.9	99
Tuna	-	711.18	-	711.18	750.6	95
Actual sample 1	-	27.8	-	27.8	28.8	96
Actual sample 2	-	68.2	-	68.2	68.2	100
Actual sample 3	23.1	94.8	-	117.9	144.9	81
Actual sample 4	-	57.5	-	57.5	57.6	100
Actual sample 5	-	69.2	-	69.2	74.6	93
Actual sample 6	-	115.1	-	115.1	120.4	96
Actual sample 7	-	16.5	-	16.5	19.5	85
Actual sample 8	-	61.8	-	61.8	64.6	96
Actual sample 9	-	230.9	-	230.9	239.2	96
Actual sample 10	-	22.4	-	22.4	25.7	87

* no detected; 1: total mercury is summary of MC and MMC concentration; 2: total mercury is tested by the MILESTONE DMA-80

致谢: 在此特别感谢中国计量科学研究院韦超、安捷伦科技有限公司陈登云博士在方法的建立过程中给与的帮助!

参考文献:

- [1] 邓小红. 环境中汞的形态分析 [J]. 渝西学院学报, 2003, 2(3): 42-45.
- [2] 梁立娜, 江桂斌. 高效液相色谱及其联用技术在汞形态分析中的应用 [J]. 分析科学学报, 2002, 18(4): 338-343.
- [3] 商立海, 冯新斌, 阎海鱼, 仇广乐. 环境样品中甲基汞的分析方法综述 [J]. 地球与环境, 2004, 32(1): 17-22.
- [4] 朱霞萍, 张勇, 汪模辉, 苏茜, 倪师军, 何秋玲. 毛细管气相色谱法测定生物样品中痕量甲基汞 [J]. 理化检验: 化学分册, 2006, 42(5): 344-346.
- [5] 卢瑞宏. 高效液相色谱有机汞形态分析 [J]. 广东化工, 2006, 33(3): 41-42.
- [6] 梁淑轩, 庞秀言, 孙汉文. 超短柱气相色谱与原子吸收联用技术的优化及其在甲基汞形态分析中的应用 [J]. 中国卫生检验杂志, 2002, 12(3): 262-263.
- [7] 史建波, 廖春阳, 王亚伟, 江桂斌. 气相色谱和原子荧光联用测定生物和沉积物样品中甲基汞 [J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(2): 336-339.
- [8] 朱霞萍, 汪模辉, 倪师军, 张勇, 王以明, 夏军. 固相微萃取-原子荧光测定鱼样品中痕量甲基汞 [J]. 分析测试实验室, 2006, 25(9): 49-52.
- [9] 阎海鱼, 冯新斌, LIANG L, 商立海, 蒋红梅. GC-CVAFS法测定鱼体内甲基汞的分析方法研究 [J]. 分析测试学报, 2005, 24(6): 78-80.
- [10] 袁焯斌, 朱敏, 韩树波. 汞的形态分析研究进展 [J]. 岩矿测试, 1999, 18(2): 150-156.
- [11] 墨淑敏, 梁立娜, 蔡亚歧, 牟世芬, 江桂斌, 温美娟. 高效液相色谱与原子荧光光谱联用分析汞化合物形态的研究 [J]. 分析化学, 2006, 34(4): 493-496.
- [12] YU L P. Cloud point extraction preconcentration prior to high-performance liquid chromatography coupled with cold vapor generation atomic fluorescence spectrometry for speciation analysis of mercury in fish samples [J]. J Agric Food Chem, 2005, 53(25): 9656-9662.
- [13] 王萌, 丰伟悦, 张芳, 汪冰, 史俊稳, 李柏, 柴之芳, 赵宇亮. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用技术测定生物样品中无机汞和甲基汞 [J]. 分析化学, 2005, 33(12): 1671-1675.
- [14] 陈登云, 刘娜, 张兰英. 应用 HPLC-CP-MS 联用技术进行 Hg 的形态分析研究 [J]. 环境科学, 2005, 24(1): 110-113.
- [15] 刘娜, 张兰英, 杜连柱, 张玉玲, 刘端, 陈登云. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定汞的 3 种形态 [J]. 分析化学, 2005, 33(8): 116-118.
- [16] 王征, 游飞明, 邱秀玉, 黄红霞. HPLC-ICP-MS 法测定水样中的甲基汞、乙基汞和无机汞 [J]. 福建分析测试, 2009, 18(1): 28-31.
- [17] CHIOU C S, JIANG S J, DANADURA I K S K. Determination of mercury compounds in fish by microwave-assisted extraction and liquid chromatography-vapor generation-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Spectrochim Acta B, 2001, 56(7): 1133-1142.

(下转第 776 页)

- [4] 孙雷, 张骊, 汪霞, 王树槐, 毕言锋, 徐倩. 超高效液相色谱-串联质谱法对动物源性食品中 13 种 β -内酰胺类药物残留的检测 [J]. 分析测试学报, 2009, 28(5): 576-580
- [5] 黄百芬, 吴丹青, 蔡增轩, 谭莹, 任一平. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定牛奶中 19 种 β -内酰胺类抗生素 [J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(1): 1-6
- [6] 倪梅林, 崔晓美, 殷居易, 彭锦峰, 房科腾, 曹苏仙, 谢东华. 动物组织与水产品中头孢氨苄残留量的液相色谱-串联质谱检测 [J]. 分析测试学报, 2009, 28(4): 489-492
- [7] 白国涛, 储晓刚, 潘国卿, 李秀琴, 雍伟. 超高效液相色谱-串联质谱法测定牛肉中 9 种头孢菌素类药物残留 [J]. 色谱, 2009, 27(4): 417-420
- [8] 张琦, 叶能胜, 谷学新, 郝晓丽, 刘妮. β -内酰胺类抗生素分析检测技术及其应用研究进展 [J]. 化学通报, 2009, 72(5): 394-400
- [9] 何东旭, 孟欢欢, 陈玎玎, 祁克宗. 高效毛细管电泳同时测定头孢噻肟与头孢羟氨苄 [J]. 畜牧兽医杂志, 2008, 27(6): 5-7
- [10] 郭之晨, 梁茂植, 余勤, 夏庆, 张成, 向瑾, 南峰, 秦永平. 反相高效液相色谱法测定大鼠胰腺组织中头孢噻肟钠的含量 [J]. 现代预防医学, 2008, 35(19): 3766-3767
- [11] SAMANIDOU V, TSOCHATZIS E, PAPADOYANNIS I. HPLC determination of cefotaxime and cephalaxine residues in milk and cephalaxine in veterinary formulation [J]. Microchim Acta, 2008, 160(4): 471-475
- [12] LING S S, YUEN K H, BARKER S A. Simple liquid chromatographic method for the determination of cefotaxime in human and rat plasma [J]. J Chromatogr B, 2003, 783(1): 297-301
- [13] 孙淑芬, 董伟林. 高效液相色谱法测定血液中头孢噻肟钠的浓度 [J]. 中国药学杂志, 2010, 36(10): 697-698
- [14] 汪国权, 温忆敏, 王宏, 潘希和. 牛奶中头孢噻肟, 头孢唑啉的 LC/MS/MS 分析方法研究 [C]. 第十届全国有机质谱学学术会议论文集. 北京: 中国人民公安大学出版社, 1999: 202-204
- [15] 李惠琳, 邢俊鹏, 刘志强, 刘淑莹. 头孢菌素类抗生素的电喷雾多级串联质谱分析 [J]. 质谱学报, 2005, 26(4): 198-202
- [16] 盛龙生, 苏焕华, 郭丹滨. 色谱质谱联用技术 [M]. 1 版. 北京: 化学工业出版社, 2006: 101-105
- [17] B. N. 帕拉马尼克, A. K. 甘古利, M. L. 格罗斯. 电喷雾质谱应用技术 [M]. 蒋宏健, 俞克佳, 译. 1 版. 北京: 化学工业出版社, 2005: 26-35

(上接第 771 页)

- [18] WAN C C, CHEN C S, JIANG S J. Determination of mercury compounds in water samples by liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry with an in situ nebulizer/vapor generator [J]. J Anal At Spectrom, 1997, 12: 683-687
- [19] HIGHT S C, CHENG J. Determination of methylmercury and total mercury in seafood using high performance liquid chromatography (HPLC) and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS): Method development and validation [J]. Anal Chim Acta, 2006, 567(2): 160-172
- [20] 吕超, 刘丽萍, 董慧茹, 李筱薇. 盐酸提取-液相色谱-原子荧光联用技术分析水产品中甲基汞等汞化合物形态方法研究 [J]. 分析实验室, 2010, 29(2): 64-68