

RENATA JĘDRZEJCZAK, BARBARA SZTEKE, WIESŁAWA RĘCZAJSKA

OZNACZANIE RTĘCI W ŻYWNOSCI POCHODZENIA ROŚLINNEGO
TECHNIKĄ ASA Z GENERACJĄ ZIMNYCH PAR (CVAAS)

MERCURY DETERMINATION IN FOOD OF PLANT ORIGIN BY COLD VAPOUR
ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (CVAAS)

Zakład Analizy Żywności, Instytut Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego
02-532 Warszawa, ul. Rakowiecka 36.
Kierownik: prof. dr hab. B. Szteke

Opracowano procedurę analityczną oznaczania rtęci w produktach spożywczych, głównie pochodzenia roślinnego, na poziomie 5 µg/kg i niższym. Obejmuje ona mineralizację mikrofalową próbki i oznaczenie zawartości rtęci techniką CVAAS z zastosowaniem całkowicie zautomatyzowanego analizatora rtęci f-my LDC, USA.

WSTĘP

Rtęć charakteryzuje się dużą aktywnością chemiczną i biologiczną oraz zmiennością postaci występowania (ciekła, gazowa). Zmienia łatwo stopień utlenienia, tworząc różnorodne związki organiczne i kompleksowe oraz podlega biologicznej akumulacji. Rtęć uznana została obok kadmu, ołowiu i arsenu za metal stanowiący istotne zagrożenie dla środowiska przyrodniczego i zdrowia człowieka. Występuje ona we wszystkich elementach środowiska w wyniku uwalniania ze złóż naturalnych oraz działalności człowieka związanych z jej produkcją i wykorzystaniem w procesach przemysłowych. Wyłączając narażenie zawodowe, żywność stanowi główne źródło rtęci dla człowieka i z tego powodu obecność tego pierwiastka w żywności musi być ograniczona do minimum. Zgodnie z Zarządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej zawartość rtęci w większości środków spożywczych nie może przekraczać 5 – 30 µg/kg [19].

Oznaczanie zawartości rtęci w materiale biologicznym, w tym żywności, napotyka na szereg trudności. Związane jest to przede wszystkim z jej właściwościami fizykochemicznymi, a szczególnie dużą lotnością oraz koniecznością oznaczania jej na poziomach µg/kg. Na każdym etapie analizy rtęci możliwe są zarówno straty jak i wprowadzenie zanieczyszczeń. Z tych powodów, analiza zawartości tego pierwiastka wymaga szczególnie czulej metody analitycznej, przestrzegania szczególnej czystości analitycznej w trakcie pracy i specjalnej czystości odczynników.

Lotność rtęci oraz wielu jej nieorganicznych i organicznych połączeń wykorzystywana jest do jej wydzielania w temperaturze pokojowej z mineralnych i organicznych matryc. W połączeniu z różnymi technikami analitycznymi umożliwia to znaczną po-

prawę czułości oznaczeń tego pierwiastka. Przykłady zastosowań różnych technik analitycznych do oznaczania całkowitej zawartości rtęci przedstawia tabela I.

Wśród nich, CVAAS należy do najczęściej stosowanych metod oznaczania rtęci w różnych materiałach biologicznych. Jest ona czuła, specyficzna i pozwala na oznaczanie rtęci na poziomach $\mu\text{g}/\text{kg}$ i $\mu\text{g}/\text{l}$, zwłaszcza przy zastosowaniu dodatkowego zateżenia par rtęci poprzez tworzenie amalgamatów, z metalami takimi jak złoto i platyna [3, 4, 7, 8, 11, 15–17]. Istotne jest również, że koszt adaptacji powszechnie stosowanych spektrofotometrów absorpcji atomowej nie jest zbyt wysoki. Metoda ta oparta jest na redukcji rtęci (II) do rtęci elementarnej pod wpływem czynnika redukującego (SnCl_2 , NaBH_4). Wynika z tego konieczność całkowitego rozłożenia analizowanej matrycy i przeprowadzenia organicznych połączeń rtęci w postać jonową lub luźno związane formy, które jedynie tą metodą mogą być analizowane.

Rozkład substancji organicznej analizowanych próbek przeprowadzany jest najczęściej poprzez ich ogrzewanie w samym kwasie azotowym lub w mieszaninie z kwasem siarkowym, czasem z dodatkiem substancji ułatwiających i przyspieszających utlenianie, jak nadmanganian potasowy, dwuchromian potasowy czy pięciotlenek wanadu. Proces ten prowadzony jest bądź w bombach teflonowych ogrzewanych konwencjonalnie bądź mikrofalowo, a także w naczyniach szklanych połączonych z chłodnicą zwrotną. Możliwe jest również przeprowadzanie mineralizacji na zimno (w łaźni lodowej), stosując mieszaninę silnych utleniaczy.

Mineralizacja próbek wymagana jest w większości stosowanych technik analitycznych. Wyjątek stanowi neutronowa analiza aktywacyjna (INAA) [3], w przypadku której mineralizacja próbek nie jest wymagana. Technika ta stosowana jest również jako odwoławcza, do potwierdzania wyników otrzymywanych innymi metodami a także jako preferencyjna przy certyfikacji biologicznych materiałów odniesienia. Pozostałe techniki, przedstawione w tabeli I, charakteryzują się również niskimi granicami wykrywalności, zwłaszcza fluorescencyjna spektrometria atomowa (AFS) [18] oraz technika ICP, szczególnie w połączeniu z generacją zimnych par [1, 14].

Celem niniejszej pracy było opracowanie procedury analitycznej oznaczania zawartości rtęci w środkach spożywczych pochodzenia roślinnego na poziomie $5 \mu\text{g}/\text{kg}$, techniką CVAAS, z zastosowaniem nowoczesnego, całkowicie zautomatyzowanego analizatora rtęci, tj. Fully Automated Mercury Analysis System Model 3200 firmy LDC, USA.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Aparatura

Automatyczny analizator rtęci f-my LDC z detektorem rtęci – mercury Monitor 3200 detector, automatycznym podajnikiem próbek – AM2000 autoMetric autosampler (na 114 probówek) i integratorem computing integrator; piec mikrofalowy f-my CEM model MDS 2000.

Naczynia laboratoryjne

Pojemniki teflonowe do mineralizacji mikrofalowej oraz szkło laboratoryjne ogólnego zastosowania, które przed użyciem pozostawiono na 24 h w rozcieńczonym kwasie azotowym (1+1) a następnie dokładnie płukano wodą.

Tabela I. Techniki analityczne stosowane do oznaczeń całkowitej zawartości rtęci w materiałach biologicznych i żywności
Analytical techniques used for determination of total mercury contents in biological materials and food

Technika analityczna	Matryca	Sposób przygotowania do oznaczeń	RSD %	Granica wykryw.	Rok	Piśm.
CVAAS	ryby, krew, mocz	bomby <i>Parr'a</i> : 1. HNO ₃ /H ₂ SO ₄ -130°C 2. HNO ₃ -mikrofalowa	3,7 3,7	6,6 ng/g 53 ng/l	1993	15
CVAAS (Au-amal.)	mocz, woda	mineralizacja mikrofalowa mineralizacja KBrO ₃ /KBr/HCl		0,2 µg/l 0,01 µg/l	1992	16
CVAAS (Au-Pt amal.)	certyfikowane materiały odniesienia, włosy	bomby <i>Parr'a</i> - HNO ₃ zatop. ampułki - HNO ₃	3,0	11 ng/g	1994	3
CVAAS	produkty rolne	mineralizacja mikrofalowa - HNO ₃		0,195 ng/ml	1991	11
CVAAS	cert. mat. odn.-roślinne	mineralizacja K ₂ Cr ₂ O ₇ /H ₂ SO ₄	1,8	3 ng	1990	7
CVAAS (Au-amal.)	mat. odn.: mleko, ostrygi, mąka, wątroba wołowa, surowica	min. mikrofalowa - HNO ₃	<10	0.84 ng/g	1989	17
CVAAS	tkanki biologiczne	min. na zimno HNO ₃ /H ₂ SO ₄ /HClO ₄ /KMnO ₄		53 ng/l	1992	4
CVAAS	ryby, skorupiaki, prod. warzywno-mięsne dla dzieci	min. K ₂ Cr ₂ O ₇ /H ₂ SO ₄	~4	8 ng/g	1992	8
IDSSMS	ryby, mat. rośl., mocz	spalanie w tlenie		0,1 µg/g	1988	10
INAA	cert. mat. odn., włosy	napromienianie		30 ng/g	1994	3
AFS	cert. mat. odn.: mleko, nerki, ostrygi, włosy	min. mikrof. - HNO ₃		0,9 ng/l	1991	18

ICP-MS	woda do picia	bezpośrednio	1	30 ng/l	1992	14
CV ICP-AES	cert. mat. odn. tkanki biol. woda	min. HNO ₃ /K ₂ CrO ₄ /KMnO ₄		0,5 µg/l	1994	1
Spektrofluorymetria	wody naturalne	min. w temp. pokojowej H ₂ SO ₄ /KMnO ₄		0,5 µg/l	1994	2
FI-AAS	woda, mocz	woda – bezpośrednio mocz – min. KMnO ₄ /H ₂ SO ₄	1,4	0,23ng/ml	1993	6
ETAAS	krew	kompleksowe NaDDC; ekstrakcja toluenum		2 µg/l	1992	5

CVAAS – absorpcyjna spektrometria atomowa z generacją zimnych par

Au – amal./Au-Pt amal. – tworzenie amalgamatu na złocie lub złocie i platynie

FI-AAS – absorpcyjna spektrometria atomowa w przepływie ciągłym

INAA – instrumentalna neutronowa analiza aktywacyjna

IDSSMS – spektrometria mas rozcieńczonych izotopów

AFS – fluorescencyjna spektrometria atomowa

ICP-MS – spektrometria mas z plazmą wzbudzona indukcyjnie

CV ICP-AES – spektrometria emisyjna z plazmą wzbudzona indukcyjnie i generacją zimnych par

ETAAS – absorpcyjna spektrometria atomowa z atomizacją elektrotermiczną

Odczynniki

Stosowano odczynniki o wysokiej czystości f-my BDH przeznaczone „do analizy Hg”, w tym: kwas azotowy 70%, kwas siarkowy 98%, woda utleniona 30%, borowodurek sodowy 98%, wodorotlenek sodowy, chlorowodurek hydroksyloaminy 99%, chlorek sodowy 99,9%, chlorek cynawy 97% (5% roztwór chlorku cynawego: zmieszać 50 ml H₂SO₄ z 300 ml H₂O, rozpuścić 15 g NaCl + 15 g NH₂OH.HCl + 25 g SnCl₂ i uzupełnić wodą do 500 ml), nadchloran magnezowy, woda destylowana dwukrotnie w szkle, roztwór wzorcowy rtęci o stężeniu 1000 mg/l.

Materiał do badań

Materiał do badań metodycznych stanowiły: próbka soku jabłkowego oraz groszku konserwowego z marchewką. Metodę analityczną sprawdzono na następujących certyfikowanych materiałach odniesienia: NBS CRM 1568 Rice flour, BCR No 281 Rye grass, NIST 1515 Apple leaves, NBS CRM 1572 Citrus leaves, NBS CRM 062 Olive leaves.

Mineralizacja w piecu mikrofalowym

2 ml produktu płynnego, 1 g produktu półpłynnego lub 0,3 g suchego materiału roślinnego odważano z dokładnością do 0,001 g do pojemnika teflonowego, dodano 3 ml HNO₃ i pozostawiono pod przykryciem na noc. Następnego dnia próbkę roztwarzano zwiększając stopniowo moc mikrofalowego ogrzewania i ciśnienie, w następujących warunkach pracy pieca, tj. mocy, ciśnienia i czasu, odpowiednio: I etap – 30%, 30psi, 10 min; II etap – 80%, 60psi, 10 min; III etap – 100%, 170 psi, 20 min. Po ochłodzeniu, do mineralizatu dodawano 2–3 ml wody i umieszczano w łaźni ultradźwiękowej (~1 min), w celu wstępnego usunięcia tlenków azotu. Następnie pojemniki teflonowe ustawiano na łaźni *Pierce'a* ogrzanej do temp. 30 – 40°C i odpędzono tlenki azotu, przepuszczając przez roztwór argon w ciągu 15 min. Próbkę przenoszono do kolb pomiarowych o poj. 25 ml i uzupełniano wodą do kreski. Równoległe z próbką badaną mineralizowano próbkę odczynników, tj. 3 ml HNO₃.

Oznaczanie zawartości rtęci

Do próbek wprowadzano pełną skalę wzorców (0,000 – 0,500 lub 0,000 – 5,000 μg/l), próbkę odczynnikową i próbkę badaną i umieszczano w automatycznym podajniku próbek.

Warunki pracy aparatu:

Wielkość próbki poddanej analizie:	pętla 2ml
Czułość:	0,005 AU (jednostek absorbancji)
Czas analizy:	5 min
Czas odpowiedzi:	5,0 s
Roztwór przemywający:	2% kwas azotowy w ultra czystej wodzie
Środek suszący:	Mg(ClO ₄) ₂

WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

Opracowaną procedurę analityczną opartą na mineralizacji mikrofalowej i oznaczaniu rtęci techniką CVAAS sprawdzono poprzez wykonanie:

— oznaczeń zawartości rtęci w próbkach soku jabłkowego oraz konserwowej marchewki z groszkiem i fortyfikowanych rtęcią na dwóch poziomach, w badanym zakresie analitycznym do 5 μg/l (tabela II i III),

— oznaczanie zawartości rtęci w certyfikowanych materiałach odniesienia (tabela IV).

Wszystkie oznaczenia zawartości rtęci w badanych materiałach wykonano w sześciu równoległych powtórzeniach obejmujących pełny tok analityczny. Na tej podstawie obliczono podstawowe parametry statystyczne metody, takie jak odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe i odzysk. Względne odchylenie standardowe

Tabela II. Ocena precyzji i dokładności oznaczeń zawartości rtęci w próbce soku jabłkowego techniką CVAAS (próbka – 2 ml; n=6).

Precision and accuracy data for mercury determination in apple juice sample using CVAAS technique (sample – 2 ml; n = 6).

Ilość dodanego wzorca; $\mu\text{g/l}$	–	1,0	2,5
Zawartość średnia; $\mu\text{g/l}$	0,59	1,53	3,01
Odchylenie standardowe; $\mu\text{g/l}$	0,054	0,06	0,11
Względne odchylenie standardowe; %	9,2	3,9	3,7
Odzysk średni; %	–	96,2	97,4
Granica wykrywalności; $\mu\text{g/l}$	0,15		

Tabela III. Ocena precyzji i dokładności oznaczeń zawartości rtęci w próbce marchewki z groszkiem techniką CVAAS (próbka – 1 g; n = 6).

Precision and accuracy data for mercury determinations in carrots and peas sample using CVAAS technique (sample – 1 g; n = 6).

Ilość dodanego wzorca; $\mu\text{g/kg}$	–	2	5
Zawartość średnia; $\mu\text{g/kg}$	1,39	3,39	6,25
Odchylenie standardowe; $\mu\text{g/kg}$	0,143	0,051	0,178
Względne odchylenie standardowe; %	10,3	1,5	2,9
Odzysk średni; $\mu\text{g/kg}$	–	100	97,8
Granica wykrywalności; $\mu\text{g/kg}$	0,30		

Tabela IV. Precyzja i dokładność oznaczeń rtęci w certyfikowanych materiałach odniesienia techniką CVAAS (próbka – 0,3 g; n=6).

Precision and accuracy data for mercury determinations in certified reference materials using CVAAS techniques (sample – 0,3 g; n=6).

Rodzaj materiału odniesienia	Zawartość Hg ($\mu\text{g/kg}$)		
	wg certyfikatu	oznaczona	RSD (%)
NBS CRM 1568 Rice flour	6 \pm 0,7	7 \pm 0,9	13,4
BCR No 281 Rye grass	20,5 \pm 1,9	21 \pm 1,0	4,8
NIST 1515 Apple leaves	44 \pm 4	48 \pm 0,7	1,5
NBS CRM 1572 Citrus leaves	80 \pm 20	84 \pm 2,9	3,4
BCR No 062 Olive leaves	280 \pm 20	291 \pm 13	4,3

RSD – względne odchylenie standardowe

dla oznaczeń zawartości rtęci w większości badanych materiałach wahało się w granicach od 1,3 do 4,8%. Tylko w przypadku oznaczeń bliskich granicy wykrywalności (sok jabłkowy, marchewka z groszkiem, NBS BCR 1568 Rice Flour), względne odchylenie standardowe było bliskie lub powyżej 10%. Odzysk metody obliczony na podstawie

badań metodycznych przeprowadzonych na próbach soku jabłkowego i konserwy warzywnej bez dodatku rtęci i fortyfikowanych na dwóch poziomach wahał się w granicach 96 – 100%. Granica wykrywalności metody, obliczona jako 3-krotne odchylenie standardowe oznaczeń zawartości rtęci w 10 oddzielnie zmineralizowanych próbkach odczynnikowych, wynosiła 0,012 $\mu\text{g/l}$, natomiast po uwzględnieniu wielkości odważki i rozcieńczenia była odpowiednio dla: 2 ml próbki – 0,15 $\mu\text{g/l}$, 1 g próbki – 0,30 $\mu\text{g/kg}$ i 0,3 g próbki 1,0 $\mu\text{g/kg}$ tj. znacznie poniżej poziomów określonych jako dopuszczalne w produktach spożywczych, zgodnie z wymaganiami resortu zdrowia. Metoda została również sprawdzona poprzez oznaczenie zawartości rtęci pięciu roślinnych materiałów odniesienia o certyfikowanej zawartości tego pierwiastka. Otrzymane wyniki oznaczeń we wszystkich badanych materiałach mieszczą się w granicach dopuszczalnego rozrzutu wartości certyfikowanej. Jednocześnie dość duże zróżnicowanie zawartości rtęci w badanych materiałach od, 6 do 280 $\mu\text{g/kg}$, pozwoliło na sprawdzenie przydatności metody i stosowanej techniki w dużym zakresie analizowanych stężeń.

WNIOSKI

Przeprowadzone badania metodyczne oznaczania zawartości rtęci w produktach owocowych i warzywnych, pozwalają na sformułowanie następujących wniosków:

1. Mineralizacja mikrofalowa kwasem azotowym w dobranych doświadczalnie warunkach pracy pieca (moc, ciśnienie, czas) zapewnia całkowite rozłożenie matrycy organicznej badanych materiałów pochodzenia roślinnego bez strat analizowanego pierwiastka.

2. Zastosowanie techniki CVAAS z wykorzystaniem automatycznego analizatora rtęci pozwala na oznaczenie zawartości tego pierwiastka na poziomach kilku $\mu\text{g/kg}/\mu\text{g/l}$ lub niższych, w zależności od wielkości analizowanej próbki.

3. Uzyskane wyniki oznaczeń zawartości rtęci w badaniach metodycznych oraz w analizowanych certyfikowanych materiałach odniesienia wskazują, że zastosowana procedura analityczna w połączeniu z techniką CVAAS gwarantuje prawidłowość wykonywania analiz na poziomach $\mu\text{g/kg}$, dopuszczanych w żywności przez resort zdrowia.

R. Jędrzejczak, B. Szteke, W. Ręczajska

MERCURY DETERMINATION IN FOOD OF PLANT ORIGIN BY COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION SPECTROMERTY (CVAAS)

Summary

The studies on the analytical procedure for mercury determination in food of plant origin on the level of 5 $\mu\text{g/kg}$, were carried out. For this reason, microwave digestion with HNO_3 and cold vapour atomic absorption spectrometry (CVAAS) with tin (II) chloride reduction, were used. Both digestion and determination conditions were experimentally optimized. The procedure was checked using two real food samples: apple juice and preserved carrot with peas both spiked on two levels with mercury. On these results basic statistic parameters that charcterized the method as standard deviation, relative standard deviation and recovery, were calculated. The precision was generally better than 10%, and recovery ranged from 96 to 100%. The detection limit of the entire procedure, defined as the mercury concentration corresponding to three times the standard deviation of ten consecutive determinations of blank measurement, was 0,012 $\mu\text{g/l}$. Taking into account the amount of a sample and the factor of dilution the

detection limit corresponds to 0,3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for 1,0 g, 1,0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for 0,3 g, and 0,15 $\mu\text{g}/\text{l}$ for 2 ml of a sample. Accuracy of the analytical procedure was tested by analysing five certified reference plant materials with the mercury contents ranged from 6 to 280 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The obtained results were in a good agreement with their certified values. Both analyses of the spiked real samples and certified reference materials allow to suggest that this analytical procedure based on microwave digestion and cold vapour determination using Fully Automated Mercury System is suitable for mercury determination in food products of plant origin on the level of $\mu\text{g}/\text{kg}$ or $\mu\text{g}/\text{l}$, with a good precision and accuracy.

PIŚMIENNICTWO

1. *Anderson K.A., Isaacs B., Tracy M., Moller G.*: Cold-vapor generation for inductively coupled argon/atomic emission spectrometric analysis. Part 3 Mercury. *J. AOAC*, 1994, 77, 473.
2. *Balint L., Vedrina-Dragojević I., Horvatić M., Murati I.*: Spectrofluorometric method for determination of the total mercury content in natural waters. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, 1994, 198, 29.
3. *Bruhn C.G., Rodriguez A.A., Barrios C., Jarmillo V.H., Becerra J., Gonzalez U., Gras N.T., Reyes O., Salud S.*: Determination of total mercury in scalp hair of human by gold amalgamation cold vapour atomic absorption spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.*, 1994, 9, 535.
4. *Colina de Vargas M., Romero R.A.*: Mercury determination by cold vapour atomic absorption spectrometry in several biological indicators from lake Maracaibo, Venezuela. *Analyst*, 1992, 117, 645.
5. *Emteborg H., Bulska E., Frech W., Baxter D.C.*: Determination of total mercury in whole blood by electrothermal atomic absorption spectrometry following extraction. *J. Anal. At. Spectrom.*, 1992, 7, 405.
6. *Hanna C.P., Tyson J.F.*: Determination of total mercury in waters and urine by flow injection atomic absorption spectrometry procedures involving on-line oxidation of organomercury species. *Anal. Chem.*, 1993, 65, 653.
7. *Landi S., Fagioli F., Locatelli C., Vecchiotti T.*: Digestion method for the determination of mercury in vegetable matrices by cold vapour atomic absorption spectrometry. *Analyst*, 1990, 115, 173.
8. *Landi S., Fagioli F., Locatelli C.*: Determination of total mercury in seafood and other protein-rich products. *J. AOAC*, 1992, 75, 1023.
9. *Ludwicki J.K., Wiadrowska B.*: Ręć w żywności Ręć w środowisku problemy ekologiczne i metodyczne. *Zeszyty Naukowe PAN* 1992, nr 4, 19.
10. *Moody J.R., Paulsen P.J.*: Isotope dilution sparc-source mass spectrometric determination of total mercury in botanical and biological samples. *Analyst*, 1988, 113, 923.
11. *Navarro-Alarcon M., Lopez-Martinez M.C., Sanchez-Vinas M., Lopez-Gracia de la Serrana H.*: Determination of mercury in crops by cold vapor atomic absorption spectrometry after microwave dissolution. *J. Agric. Food Chem.*, 1991, 39, 2223.
12. *Ngim C., Foo Sch., Phoon W-O.*: Atomic absorption spectrophotometric determination of mercury in undigested biological samples. *Industrial Health*, 1988, 26, 173.
13. *Nikonorow M., Urbanek-Karłowska B.*: Toksykologia żywności. PZWL, Warszawa 1987, 367.
14. *Powell M.J., Quan E.S.K., Boomer D.W.*: Inductively coupled plasma mass spectrometry with direct injection nebulization for mercury analysis of drinking water. *Anal. Chem.*, 1992, 64, 2253.
15. *Tahan J.E., Granadillo V.A., Sanchez J.M., Cubillan H.S., Romero R.A.*: Mineralization of biological materials prior to determination of total mercury by cold vapour atomic absorption spectrometry. *J. Anal. At. Spectrosc.*, 1993, 8, 1005.
16. *Tsalev D.L., Sperling M., Weltz B.*: On-line microwave sample pre-treatment for hydride generation and cold vapour atomic absorption spectrometry. *Analyst*, 1992, 117, 1735.
17. *Vermeir G., Vandecasteele C., Dams R.*: Microwave dissolution for the determination of mercury in biological samples. *Anal. Chim. Acta*, 1989, 220, 257.
18. *Vermeir G., Vandecasteele C., Dams R.*: Atomic fluorescence spectrometry combine with reduction aeration for the determination of mercury in biological samples. *Anal. Chim. Acta*, 1991, 242, 203.
19. Zarządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej w sprawie wykazu substancji dodatkowych dozwolonych i zanieczyszczeń technicznych w środkach spożywczych i używkach. *M.P.* Nr 22 p. 233, z dn. 31 marca 1993 r.