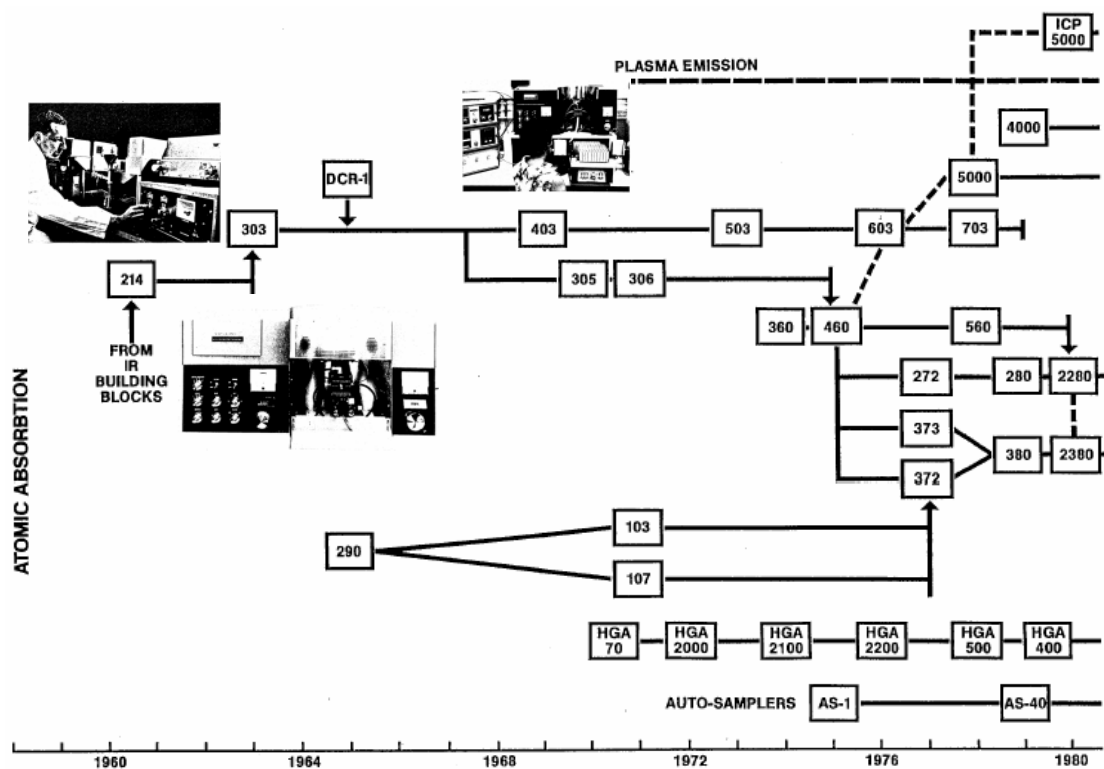


Atomic Absorption



美国 PerkinElmer 公司 原子吸收 45 周年纪念



AAAnalyst
200



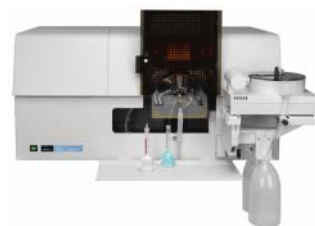
AAAnalyst
400



AAAnalyst
400+HGA 900



AAAnalyst
600



AAAnalyst
700/800

目录

1、概述

Evolution of analytical instrumentation: The PerkinElmer Story

SDI Global 7th Edition 2002-AAS

SDI Global 8th Edition 2004-AAS

石墨炉原子吸收光谱分析仪器技术的现状与发展

原子吸收光谱分析技术在环境、医学卫生和食品分析方面的应用

2、商检质检、检验检疫（食品、酒、果汁、糖、茶叶、营养品、鱼、奶粉、烟叶、食盐）

石墨炉原子吸收分光光度法测定粮食中的铅和镉

螺旋藻中的铅、镉微波消解-石墨炉原子吸收测定法

石墨炉原子吸收光谱法测定涉水产品及饮用水中的铬

HAc-MIBK 作稀释剂 GFAAS 法直接测定食用植物油中砷

用硝酸镁作基体改进剂平台石墨炉原子吸收法直接测定白酒中的锰

用硝酸镍作基体改进剂石墨炉原子吸收法直接测定白酒中的铅

石墨炉原子吸收法测定酒中微量铅

原子吸收 STPF 技术直接进样测定果酒及果汁饮料中的镉

原子吸收光谱法测定不同种类糖中金属元素的含量

原子吸收法测定茶叶 茶叶和土壤中微量元素

塞曼石墨炉原子吸收法测定水产品中的铬

微波消化——火焰原子吸收法测定营养饮品高乐高中钙的含量

微波消化石墨炉原子吸收法测定鱼样中痕量硒

微波消解-火焰原子吸收法直接测定出口动物肝中镉含量

微波消解石墨炉原子吸收法测定食品中硒

微波溶样石墨炉原子吸收法测定螺旋藻中微量铅

悬浮样品进样-多步斜坡升温平台石墨炉原子吸收法直接测定奶粉

悬浮样品进样-火焰原子吸收法直接测定奶粉中的钾钠钙镁

浮选富集-火焰原子吸收法测定鱼油中微量铜、铁

涉水产品中铬的石墨炉原子吸收法测定条件的探讨

火焰原子吸收光谱法测定皮蛋中微量铅

火焰原子吸收光谱法连续测定烟叶中的铜锰

火焰原子吸收法连续测定茶叶中铅、铜、锌、镉含量

用硝酸铵作基体改进剂采用石墨炉原子吸收光谱法直接测定食盐中的铅

石墨炉原子吸收法测定 NBS 菠菜中 Pb

石墨炉原子吸收法测定粮食中总铬

石墨炉原子吸收法测定茶叶中铅镉硒

茶多酚中微量铜的原子吸收光谱分析

3、水（湖水、饮用水、电厂排水、海水）

快速石墨炉原子吸收法测定湖泊水中的痕量铜、铅、镉

塞曼石墨炉原子吸收测定饮用水中痕量铜和铬

测定电厂水中痕量硅的原子吸收分析法

火焰原子发射法测定食品和水样中锶

石墨炉原子吸收光谱法测定水处理剂中微量铅和镉

石墨炉原子吸收分光光度法测定净水剂中的 Pb、Cd、Cr

石墨炉原子吸收法在电厂排水有害元素测试中的应用

石墨炉原子吸收法测定水中的痕量钴

石墨炉原子吸收法测定海水中 Pb——以 0.1NHNO₃ 抗坏血酸-NaI 作基体改进剂

纵向塞曼石墨炉原子吸收法测定水样中的痕量镉

逆流流动注射在线萃取火焰原子吸收法测定水样中的铜、铁、铅、锰

4、农业、环保（饲料、农产品、肥料、废气、废物、土壤）

冷原子吸收光谱法测定饲料中痕量汞

原子吸收光谱在农学生命科学中的应用

土壤环境背景值分析方法研究——土壤痕量元素铜、铅、锌、镉

横向塞曼石墨炉原子吸收法测定作物中的痕量铅

火焰原子吸收法测定肥料中的铬

进口复合肥中重金属铅、镉、铬的测定

Characterizing the Metal Adsorption Capability of a Class F Coal Fly Ash

冷原子吸收法测定土壤中总汞

原子吸收光谱法测定大气降尘中的重金属

原子吸收光谱法测定密闭环境空气中金属气溶胶的变化

原子吸收光谱法测定废气中的镉和铅

原子吸收法测定土壤中铜锌铅镉

微波溶样原子吸收法测定铁路危货站固体废弃物中的重金属

植物中多元素测定的微波消解前处理技术

用 EDTA 作基体改进剂 EAAS 法测定痕量锌元素及基体干扰的研究

石墨炉原子吸收法测定土壤金属元素的质量控制

自动连续进样原子吸收法测定松花江中重金属

5、轻工、纺织、玩具、石化

膨化脱墨废水的特性研究

L'vov 平台技术用于石墨炉原子吸收光谱法测定牙膏中的铅

填充玩具中唾液浸出物中重金属残留的测定

染料中铅的测定

生态纺织品中重金属残留总量的测定

草类原料的金属离子含量及分布初探

蔗渣原料不同筛分的化学成分及矿质元素分布

AAS 法测定航空润滑油中磨损金属含量

FCC 催化剂中微量金属测定样品预处理方法的改进

不同石墨炉技术对钒原子化信号的影响

催化裂化用渣油中微量金属元素的分析
原子吸收光度法测定聚丙烯中铝
原子吸收光谱应用有机金属标准物质测定润滑油中的铁和镍
原子吸收光谱法对催化剂中几种金属元素的连续测定
原子吸收光谱法测定汽油中铁含量的研究
原子吸收光谱法测定润滑油中钙含量
原子吸收光谱法测定金属钝化剂中的锑含量
原子吸收分光光度法测定裂解重油中几种微量金属元素
原子吸收法测定溶液中的铍含量
应用 MIBK-冰醋酸体系改进无铅汽油
微波溶样原子吸收光谱法测定石油添加剂中的钙、镁
无铅汽油中铅含量测定方法的改进
火焰原子吸收光谱法快速测定水性漆中镉
火焰原子吸收光谱法测定加氢催化剂中的铍
火焰原子吸收法测定茜素中的 K、Na、Ca
用带环的横向加热石墨管测定石脑油中的痕量铅
盐酸萃取火焰原子吸收法测定柴油中钠含量
直接进样原子吸收光谱法测定润滑油中铅含量
直接进样原子吸收光谱法测定润滑油中铜含量
石墨炉原子吸收光谱法测定超高纯试剂中银的研究
石墨炉原子吸收光谱绝对分析法测定催化剂及重油中的钒
石墨炉原子吸收法测定无铅汽油中铅
酸溶解火焰原子吸收法测定航空润滑油中磨损金属

6、中药、保健品、西药、血液血清、尿液、生物组织

黄芪及其水煎液中 Cu、Mn、Zn、Fe、Se 的测定和浸出率研究
原子吸收光谱法测定大承气颗粒剂中砷铅镉铬汞的含量
原子吸收光谱法测定益寿回春口服液砷铅镉铬汞的含量
基体改进-石墨炉原子吸收光谱法测定中药丹参中的铜和锌
塞曼石墨炉原子吸收法测定中药中痕量锰
多效皮肤外洗液元素分析
石墨炉原子吸收光谱法分析药用植物中微量营养元素的含量
石墨炉原子吸收光谱法测定牛黄中的铅含量
连翘中铅与砷的含量测定
塞曼石墨炉原子吸收法测定生物富硒样品中硒含量
荆门蚂蟥蚯蚓微量元素含量的测定
火焰原子吸收光谱法测定微量钾的增感效应
火焰原子吸收法研究酵母菌对 Cu^{2+} 的吸附作用
石墨炉原子吸收分光光度法测定安达美中硒含量
染铝大鼠尿中单胺类神经递质代谢物含量的变化
Ultratrace Aluminum Analysis of Nutritional Intravenous Solution Components in 1-Propanol Using GFAAS
Occupational Exposure to Lead and Induction of Genetic Damage
PE AA800 石墨炉原子吸收光谱仪测定全血铅
Zeeman 石墨炉原子吸收测定全血中微量铅

原子吸收分光光度法测定人血白蛋白中铅离子含量
 平台石墨炉原子吸收法测定血清铬
 氢氧化铋共沉淀预富集-火焰原子吸收光谱法测定人血中痕量锰
 火焰原子吸收光谱法测定血浆代用品中钾和钠
 用 SIMMA6000 原子吸收光谱仪测定血清中硒浓度
 石墨炉原子吸收光谱法测定全血中铅的方法改进
 石墨炉原子吸收光谱法直接测定血样中硒
 石墨炉原子吸收法测定人体血浆和尿中锆
 石墨炉原子吸收法测定血清锰
 血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定法
 微波前处理火焰原子吸收法测定人发中铁、锌、钙
 石墨炉原子吸收光谱测定大白鼠组织中的铝
 长期透析患者微量金属的测定方法

7、地质、冶金、氢化物发生、形态分析、间接法

GFAAS 测定地质样品中的痕量 Ag
 悬浮液直接进样 GFAAS 测定湖泊底泥中的 Pb
 石墨炉原子吸收法测定锡的基体改进剂研究
 原子吸收紧密内标法快速测定高含量铜
 直接溶样-火焰原子发射光谱法测定金属钠中的杂质钾
 石墨炉原子吸收光谱法无标准测定氧化铍中痕量铅
 等温平台石墨炉原子吸收光谱法测定高纯钢中痕量杂质镉和铋
 等温平台石墨炉原子吸收光谱法测定高纯镍中痕量杂质铈
 High-Temperature, Microwave-Assisted UV Digestion: A Promising Sample Preparation Technique for Trace Element Analysis
 微波消化-氢化物发生原子吸收光谱法测定鳗鱼中的汞
 流动注射氢化物发生原子吸收光谱法测定人发中痕量汞
 痕量砷流动注射在线还原氢化物发生原子吸收测定
 Speciation analysis. The future of atomic absorption spectrometry
 Natural Organic Matter Affects Arsenic Speciation and Sorption onto Hematite
 On-line separation for the speciation of mercury in natural waters by FI-AAS
 固相微萃取毛细管气相色谱-原子吸收联用测定农田土壤中的甲基汞和乙基汞
 萃取硝化石墨炉原子吸收法测定海水中的三丁基锡
 原子吸收光谱法间接测定饮用水中硫酸盐
 原子吸收法间接测定水中可溶性磷酸根的研究
 石墨炉原子吸收法间接测定氨基酸注射液游离氨基酸含量



AAAnalyst
200



AAAnalyst
400



AAAnalyst
400+HGA 900



AAAnalyst
600



AAAnalyst
700/800

分析测试(151~152)

石墨炉原子吸收分光光度法测定 粮食中的铅和镉

蔡继红, 陆 梅, 潘海燕

(淮阴市环境监测中心站, 江苏 淮阴 223001)

摘要: 研究并建立了石墨炉原子吸收分光光度法测定粮食中铅和镉的方法, 用于实际样品的测定, 得到了令人满意的结果。

关键词: 石墨炉原子吸收分光光度法; 铅; 镉

中图分类号: X830.2

文献标识码: B

文章编号: 1009-1211(2000)03-0151-02

准确测定粮食中金属的含量, 对于动物营养学的研究, 防治与诊断人体代谢疾病以及环境污染监测等方面都有重要意义。铅和镉的主要毒性效应是引起骨痛病、贫血、泌尿系统疾病等。有关粮食中微量金属的测定过去已有报道^[1,2], 其中多用火焰原子吸收分光光度法, 但待测金属含量低时难以准确测定。为此, 用石墨炉原子吸收分光光度法测定了粮食中的铅和镉, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

PE-600 原子吸收分光光度计; AS-80 自动进样器; THGA 横向加热石墨管; 铅、镉空心阴极灯; 亚沸蒸馏器。

硝酸, 优级纯; 铅和镉标准贮备液用光谱纯试剂配制。铅(质量浓度为 1 000 mg/L 的标准贮备液): 临用时用体积分数为 0.2% 的 HNO_3 溶液配成 50 $\mu\text{g/L}$ 的工作溶液; 镉(质量浓度为 1 000 mg/L 的标准

贮备液): 临用时用体积分数为 0.2% 的 HNO_3 溶液配成 10 $\mu\text{g/L}$ 的工作溶液; 质量分数为 0.06% 的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 和 1.00% 的 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 的混合溶液基体改进剂。

1.2 样品消解

将粮食样品用蒸馏水洗净后, 再将其在 105 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干。称取 0.5 g 试样于瓷坩埚中, 在电炉上低温炭化至无烟, 移入马福炉中于 550 $^{\circ}\text{C}$ 下灰化完全, 取出稍冷后加入体积分数为 50% 的硝酸溶液 2.0 mL, 置于电炉上煮沸溶解后移入 50.0 mL 容量瓶中, 以水定容, 摇匀。同时制作空白试样。

2 结果与讨论

2.1 仪器操作条件的选择

选择出铅和镉的最佳测定条件见表 1。

2.2 标准曲线的制作

利用自动进样器, 对标准工作溶液进行稀释后进样, 按表 1 中的工作条件操作, 进样量为 20 μL , 同时吸取 5 μL 体积分数为 0.06% 的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 和 1.00% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 混合基体改进剂, 绘制 A-S 曲线, 所得 2 条曲线的相关系数均大于 0.999 0。

2.3 基体干扰情况

存在粮食中的大量有机物和无机物使

收稿日期: 1999-08-16/通讯联系人蔡继红。

作者简介: 蔡继红(1967-), 女, 1989 年毕业于吉林大学化学系, 理学学士, 工程师, 现任江苏省淮阴市环境监测中心站室主任, 主要从事原子吸收光谱和气相色谱分析工作。

表 1 石墨炉工作条件

金属	升温步骤	温度 /℃	升温时间 /s	保持时间 /s	测定波长 /nm	灯电流 /mA	狭缝 /nm	氩气流量 /mL·min ⁻¹
铅	干燥	110	1	20	283.3	10	0.7	250
		130	5	15				
	灰化	900	10	20				
	原子化	1800	0	5				
	清洗	2450	1	3				
镉	干燥	110	1	20	228.8	4	0.7	250
		130	5	15				
	灰化	600	10	20				
	原子化	1400	0	5				
	清洗	2450	1	3				

注: 原子化操作时停气。

基体变得复杂, 需要加入一定量的基体改进剂, 既能除去容易对测定产生干扰的物质, 又不致使被测金属损失。经过多次实验比较, 最终选定质量分数为 0.06% 的 $Mg(NO_3)_2$ 和 1.00% 的 $NH_4H_2PO_4$ 溶液作为混合基体改进剂, 这样可以有效地分离背景吸收和原子吸收信号, 提高灰化温度和原子化效率, 消除测定干扰。

2.4 方法的精密度和准确度

为了考察分析结果的可靠性, 分别对铅和镉做了回收实验, 结果见表 2。可见铅和

镉的回收率是令人满意的。

2.5 作物样品的测定

表 3 的结果是用本方法分别对本地

表 3 作物样品定量测定结果 mg/kg

作物名称	铅	镉
花生	0.030	0.020
大米	0.080	0.035
大豆	0.010	0.003
小麦	0.030	0.007
油菜籽	0.020	0.016
玉米	0.010	0.010

表 2 铅和镉测定的精密度和准确度

金属	样品测定 值/ $\mu g \cdot L^{-1}$	加入量 / $\mu g \cdot L^{-1}$	回收量 / $\mu g \cdot L^{-1}$	回收率 /%	RSD /%
铅	0.300	1.000	0.95	95.0	2.4
	0.350	1.000	1.01	101.0	2.1
	0.930	1.000	0.92	92.0	1.9
镉	0.220	1.000	0.91	91.0	3.5
	0.430	1.000	0.93	93.0	4.1
	0.610	1.000	0.98	98.0	2.7

区生产的花生、大米、大豆、小麦、油菜籽和玉米等作物中的铅和镉进行定量测定得出的数据。

参考文献:

- [1] 戚文彬. 金属离子-双硫腙-表面活性剂显色体系研究[J]. 分析化学, 1986, 14(5): 374~376.
- [2] 彭珊珊. 大豆及豆制品中微量元素光谱测定[J]. 光谱学与光谱分析, 1998, 18(2): 217~219.

国结核病防治工作手册(1999 年 12 月),将我县 2001 ~ 2003 年痰结核菌涂片检验结果分析报告如下。

1 材料与方法

1.1 痰标本的采集 采用 4 cm × 2 cm 涂蜡纸密封盒,贴上标签,标明病人姓名与送检日期,采用即时痰、晨痰、夜间痰。

1.2 玻片选用 一律用磨砂边帆船牌载玻片,规格 25.4 mm × 76.2 mm。

1.3 涂片 用竹签荏端挑取痰标本的脓样、干酪样部分约 0.05 ~ 0.1 ml 于玻片正面的右侧 2/3 处均匀涂抹成 2.0 cm × 2.5 cm 卵圆形膜,厚度以油镜视野下可见 2 ~ 3 层为准。微火焰固定。

1.4 染色

1.4.1 染色液 统一由省疾病预防控制中心发放。

1.4.2 染色步骤 火焰固定涂片,滴加萘尼氏碱性复红液盖满痰膜,加热全出现蒸汽,染 3 ~ 5 min。要注意保持痰膜被染色液覆盖,必要时可续加染色液。流水自玻片背面上端轻洗,然后滴加脱色液(5%盐酸乙醇液),脱 2 ~ 3 min 至痰膜无可视红色为止,水洗后滴加亚甲蓝复染液染 30 s,再用水洗放干。痰膜染色效果看上去为淡蓝色。

1.5 镜检 油镜下连续观察 300 个不同视野,痰片读完后用二甲苯去油后登记保存。

2 结果

2.1 痰涂片镜检阳性率 2001 ~ 2003 年共涂片镜检 993 份,其中 2001 年 251 份,2002 年 310 份,2003 年 432 份,共找到抗酸杆菌 388 份,检出阳性率 39.1%,见表 1。

表 1 2001 ~ 2003 年痰液涂片镜检结果

年份	涂片份数	阳性份数	阳性率(%)
2001	251	74	29.5
2002	310	125	40.3
2003	432	189	43.8
合计	993	388	39.1

各年度阳性率比较 $\chi^2 = 13.8$, $P < 0.01$, 差异有非常显著性; χ^2 分割两两比较 2002 年与 2003 年 $\chi^2 = 0.87$, $P > 0.05$, 差异无显著性; 2001 年与 2002 年和 2003 年比较, $\chi^2 = 13.0$, $P < 0.01$, 差异有非常显著性。

2.2 不同质量痰标本检出情况 按标本性状不同将痰液标本分成合格标本(即脓血性、粘稠状痰液)和不合格标本(即唾液

泡沫、水样状标本)两类,各年度痰液标本质量状况见表 2。

表 2 2001 ~ 2003 年痰液标本质量状况

年份	标本数	合格标本数	合格率(%)
2001	251	126	50.2
2002	310	248	80.0
2003	432	391	90.5
合计	993	765	77.0

各年度痰液标本合格率比较 $\chi^2 = 148.1$, $P < 0.005$, 差异有非常显著性。

2.3 不同性状痰液标本的镜检结果 见表 3。

表 3 不同性状痰液标本的镜检结果

痰液性状	涂片份数	阳性份数	阳性率(%)
脓血性粘稠状	765	358	46.7
唾液泡沫水样状	228	30	13.2
合计	993	388	39.1

脓血性、粘稠状痰与唾液泡沫、水样状痰涂片阳性率比较 $\chi^2 = 124.6$, $P < 0.005$, 差异有非常显著性。

3 讨论

我县从 2001 年开始开展痰检工作,由专业检验人员专门负责肺结核门诊痰涂片找抗酸杆菌。3 年来,共接收门诊初、复诊病人痰标本 993 份,总检出阳性率为 39.1%。各年度痰检阳性率逐年上升,特别是 2001 年度的阳性率(29.5%)明显低于 2002 年(40.3%)和 2003 年(43.8%)。通过 2001 ~ 2003 年痰液标本质量状况分析,我们可以看出 3 年来痰液标本的合格率有非常明显的提高,从 2001 年的 50.2% 提高到 2003 年的 90.5%,与痰检阳性率的逐年提高相一致。从不同性状痰液标本的镜检结果分析,脓血性、粘稠状的痰液标本的涂片阳性率(46.7%)非常明显地高于唾液泡沫、水样状的涂片阳性率(13.2%)。

以上结果表明痰检阳性率与痰液标本的质量状况密切相关,痰液标本的质量是影响痰检阳性率最主要的因素。因此,在今后的工作中,要进一步加强肺结核病人留取痰液标本的宣传教育工作,尽可能地要求病人留取合格的痰液标本,从根本上提高肺结核病人痰液标本的合格率,从而提高肺结核菌阳性检出率。

(收稿:2004-06-29)

(本文编辑:张军)

螺旋藻中的铅、镉微波消解 - 石墨炉原子吸收测定法

武晓军

(江苏省南京市鼓楼区疾病预防控制中心,210003)

关键词 螺旋藻;铅;镉;微波消解;石墨炉原子吸收法

中国图书资料分类号:R115

文献标识码:B

文章编号:1004-1257(2005)01-0037-02

螺旋藻属蓝藻类,它被联合国粮食与农业组织(FAO)誉为“21 世纪最理想和最完善的食品”。螺旋藻蛋白质含量高达 60% ~ 70%,它还含有人体所需要的 18 种氨基酸和铁、铜、锌、锰、硒等人体必须微量元素,所以每天服用一定剂量的螺旋藻对人体健康有着一定的益处。但螺旋藻在培植过程中也会吸附对

人体有害的铅、镉元素,因此检测螺旋藻中铅、镉含量具有一定的卫生学意义。

铅、镉元素在 550 ℃干法灰化时就有逸失^[1],而微波消解是将样品置于特定的密闭容器中,样品在高压下进行微波消解,可以在使样品全部消解的同时避免被测元素的逸失。本文参考有

关资料^[2]建立微波消解与石墨炉原子吸收法相结合测定螺旋藻中的微量铅、镉,报告如下。

1 材料与方法

1.1 仪器 Analyst-700型原子吸收分光光度计及铅、镉空心阴极灯(美国珀金埃尔默公司产),XT-9900A型智能微波消解仪及XT-9800型多用预处理加热仪(上海新拓微波溶样测试技术有限公司)。

1.2 试剂

1.2.1 标准溶液 铅、镉单元素溶液标准物质(1 000 µg/ml),购自国家标准物质研究中心。

1.2.2 主要试剂 硝酸(优级纯),30%过氧化氢(分析纯),磷酸铵(分析纯),超纯水。

1.2.3 磷酸铵溶液(20 g/L) 称取2.0 g磷酸铵,加超纯水溶解稀释至100 ml。

1.3 标准曲线绘制

1.3.1 铅标准使用液 将铅标准溶液用1%硝酸(V/V)逐级稀释成50 µg/L的铅标准使用液。

1.3.2 镉标准使用液 将镉标准溶液用1%硝酸(V/V)逐级稀释成8 µg/L的镉标准使用液。

1.4 仪器条件 见表1。

表1 仪器测定条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	氩气流量 (L/min)	原子化 温度(℃)	基体改进剂
铅	283.3	0.7	10	0.25	1 800	5 µl 磷酸铵溶液
镉	228.8	0.7	20	0.25	1 800	5 µl 磷酸铵溶液

1.5 样品消解 称取1 g左右某螺旋藻样品于微波消解内罐中,加入10 ml硝酸,放置30 min后,将消解内罐置入预处理加热仪上,在120℃消解30 min后取出,等消解内罐冷却至室温后加入1 ml 30%过氧化氢,进行微波消解(5个大气压100 s,10个大气压40 s,15个大气压40 s,20个大气压36 s),消解结束后在消解液中加入5 ml超纯水,于120℃赶酸1 h,然后将样液定容至25 ml,待测。同时作试剂空白。

1.6 样品测定 取样液按仪器条件直接测定铅、镉。

2 结果

2.1 氧化剂的选择 消解食品样品常用的氧化剂有硝酸、硝酸-硫酸、硝酸-过氧化氢、硝酸-高氯酸。由于考虑到只采用硝酸做氧化剂会造成样品消解不完全,而硫酸对石墨炉原子吸收法测定有严重的记忆效应,高氯酸分解食品样品时反应激烈,在密闭及快速升温的消解过程中有一定的危险性。因此本

方法选择优级纯的硝酸和分析纯的30%过氧化氢作为微波消解的氧化剂,消解后样品消解完全,空白值低。

2.2 微波消解程序 由于螺旋藻样品中的蛋白质含量很高,在微波消解之前最好将放有样品和浓硝酸的溶样杯先冷消化,再进行120℃预消解,分解掉一部分蛋白质,以免微波溶样时反应激烈,瞬间压力过高,使罐内高压气体从安全孔释放,造成被测元素流失,影响测定的准确性。

2.3 铅、镉标准使用液测定结果 50 µg/L铅标准使用液在测定时,由石墨炉自动进样器自动稀释成25、50、75 µg/L的铅标准系列,并同时加入5 µl基体改进剂磷酸铵溶液(20 g/L);8 µg/L镉标准使用液在测定时,由石墨炉自动进样器自动稀释成4、8、12 µg/L的镉标准系列,并同时加入5 µl基体改进剂磷酸铵溶液(20 g/L)。

按仪器条件测定各标准系列后,各元素特征浓度为:铅:3.00 µg/L、镉:0.20 µg/L。

2.4 精密度实验 精确称取1.000 g某螺旋藻样品(铅含量为0.846 mg/kg,镉含量为0.104 mg/kg)11份,按本方法微波消解、定容,用石墨炉原子吸收法测定铅、镉元素含量,每份样测定6次。铅的相对标准偏差范围为1.8%~6.2%,平均为3.9%,镉的相对标准偏差范围为1.6%~5.9%,平均为3.3%。

2.5 回收实验 精确称取做精密度实验的螺旋藻样品1.000 g,进行加标回收实验,每份样测6次,计算回收率结果见表2。

表2 回收率实验结果

元素	加入量 (µg)	本底 (µg)	测定结果(µg/L)						回收率 (%)
			1	2	3	4	5	6	
铅	0.500	0.846	1.308	1.294	1.327	1.334	1.311	1.290	89.6~97.6
镉	0.100	0.104	0.196	0.193	0.200	0.201	0.193	0.198	89~97

3 讨论

综上所述,微波消解-石墨炉原子吸收法测定螺旋藻中铅、镉元素的含量,操作简便,方法快捷,精密度高(1.6%~6.2%),回收率高(89%~97.6%),能满足对螺旋藻中铅、镉元素的分析工作。

4 参考文献

- [1]孙汉文,著.原子吸收光谱分析技术.北京:中国科学技术出版社,1992.316.
- [2]中华人民共和国国家标准.食品卫生检验方法理化部分(一).北京:中国标准出版社,2004.

(收稿:2004-07-14)

(本文编辑:张军)

食品中蛋白质测定方法的改进

李芳

(江苏省无锡市疾病预防控制中心,214002)

关键词 食品;蛋白质;测定方法;改进

中国图书资料分类号:R115

文献标识码:B

文章编号:1004-1257(2005)01-0038-02

蛋白质是反映一些食品产品质量的一项重要指标,在进行产品监督检验时,蛋白质含量是常规检验项目。在采用GB/T 5009.5-2003标准检验方法^[1]进行样品检测中,发现样品预处理时间长,操作繁琐。笔者对样品预处理进行了改进,报告如下。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂 KCN-C型定氮仪(上海嘉定纤检仪器厂);硫酸;过氧化氢:30%;硼酸:20g/L;混合指示剂:1份0.1%甲基红乙醇溶液与5份0.1%溴甲酚绿乙醇溶液临用时混合;氢氧化

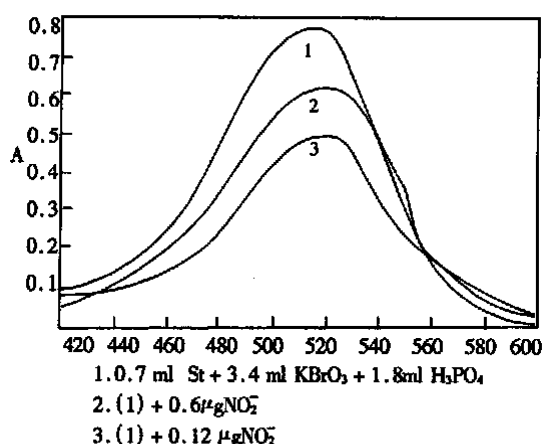


图1 藏红T的吸收光谱 λ/nm

21213 藏红T用量 藏红T在016~019ml之间,随试剂用量的增加,ΔA缓慢增加,试验选用1mmol L⁻¹藏红T溶液017ml。

21214 反应温度与加热时间 试验表明,常温下(约15℃),催化反应即能缓慢进行,随着温度升高,催化反应加快。lg(A₀/A)值迅速增大,在50℃时lg(A₀/A)值最大,随温度进一步升高,lg(A₀/A)值减少,因此选择水浴温度50℃。当加热时间在2~10min内时,lg(A₀/A)与反应时间显良好的线性关系,故选择加热时间为10min。

213 工作曲线

取不同量的NO₂⁻标准工作液,按试验方法绘制工作曲线,结果表明,NO₂⁻含量在010~516μg L⁻¹范

围内与lg(A₀/A)值显线性关系,回归方程为:lg(A₀/A) = 2.23C_{NO₂⁻} (μg/25ml) - 010245; r = 0.9992。

根据11次空白试验的标准偏差s = 3.8 × 10⁻⁴及工作曲线斜率用3倍法求得本法的检出限C = 3s/K = 2.0 × 10⁻⁸ μg L⁻¹。

214 共存离子影响

按试验方法,对011μg/25ml NO₂⁻进行测定,结果表明,当相对误差≤5%时,共存离子的允许量(以μg计)为:Cu²⁺、Fe²⁺、Cr³⁺、Al³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺(1000); Pb²⁺、Mn²⁺、Cd²⁺、Zn²⁺(100)。

215 样品分析

取客户送本中心待检的纯净水,取适量按试验方法进行分析,结果见表1。

表1 试样分析结果

试样	测定结果	平均值 (mg L ⁻¹)	22奈胺法 (mg L ⁻¹)	回收率 (%)	RSD (%)
纯净水1	010013, 010015 010014, 010014	010014	010014	96	518
纯净水2	010044, 010046 010041, 010043	010044	010043	96	417
纯净水3	010017, 010016 010017, 010016	0100165	010017	98	315

参考文献

- [1] 庄会荣,冯尚彩,任秀莲 1 溴酸钾氧化靛红催化光度法测定痕量亚硝酸根 1 分析实验室,1998,17(2):72
- [2] 李芳,孙向英,徐金瑞 1 催化光度法测定痕量亚硝酸根 1 分析试验室,2001,20(5):11

[收稿日期 2004-04-29]

石墨炉原子吸收光谱法测定涉水产品及饮用水中的铬

姜颖虹,王国玲,张霞

中图分类号 R15113

文献标识码 B

文章编号 1729-9292-(2004)03-0074-03

铬多以六价铬存在,而六价铬更易为人体吸收且在体内蓄积的毒害作用也已被人们所认识。目前,生活饮用水国家标准中六价铬的测定方法只有二苯碳酰二肼分光光度法(DPC),此法的最低检出限为01005mg/L,而按卫生部在涉水产品卫生安全评价规范中的规定,此灵敏度显然不能满足涉水产品的测定需

要,且多数净水剂、消毒剂由于带有颜色而无法用DPC法比色定量。近年来,我省涉水产品的数量随经济的发展而快速增加,此类产品的测定成为急待解决的问题。为此本文提出用石墨炉原子吸收法测定涉水产品及饮用水中痕量铬,并探讨了其最佳实验条件。

1 实验部分

111 仪器与试剂

Aanalyst-600型原子吸收光谱仪(美国Perkin-

作者单位 山东省疾病预防控制中心 济南市 250012

Elmer 公司), KY- PE 型铬空心阴极灯(北京曙光电子光源仪器有限公司)。铬标准溶液: 1mg/ ml (国家标物中心)。铬标准使用液: 临用时用硝酸依次稀释至 10μg/L。1 %硝酸铵: 按常规配制。硝酸: 优级纯。

112 仪器工作条件

波长 357. 9nm, 光谱通带 0. 17nm, 灯电流 7mA, 纵向塞曼背景校正, 进样体积 20μl。石墨炉升温程序如表 1。

表 1 石墨炉升温程序

步骤	温度 ()	时间 (s)	氩气流速 (ml/ min)
1	110	1, 30	250
2	130	5, 6	250
3	1300	10, 20	250
4	2300	0, 5	0
5	2450	1, 3	250

113 实验方法

11311 标准曲线的绘制 配制 10μg/L 的铬标准液, 加入 1 %硝酸铵, 按所选仪器条件以 0, 015, 110, 210, 410, 610, 810μg/L 分别测其吸光度, 测定结果见表 2。

表 2 铬标准溶液测定结果

浓度 (μg/L)	0	015	110	210	410	610	810
吸光度 A	0	010171	01362	010712	011401	012078	012682
曲线参数	$r = 0.9996$ $a = 0.034$ $b = 2.04 \times 10^{-3}$						

11312 样品的处理及测定 由于原子吸收测定的为总铬, 如要测六价铬, 可通过强酸性阳离子树脂, 将少量以阳离子形式存在的三价铬去除, 流经柱的水样可直接用来上机测定六价铬, 方法与标准曲线的绘制相同。

2 结果与讨论

211 干燥温度及时间的选择

干燥条件的选择直接影响分析结果的重现性。本文经试验, 选用斜坡升温方式分两步进行干燥, 第一步, 温度为 100 , 升温时间 1s, 保持时间 30s; 第二步温度为 130 , 升温时间 5s, 保持时间 6s^[1], 取得了较好效果。

212 灰化温度的选择

灰化温度及时间的选择是石墨炉原子吸收分析中最重要的步骤。要在保证被测组分没有明显损失的前提下使干扰基体尽可能排除, 所以应尽量采用较高的温

度和较长时间^[2]。本文对不同灰化温度进行了试验比较, 图 1 表明将灰化温度定为 1300 是较适宜的。

213 原子化温度的选择

过高的原子化温度反而会降低灵敏度, 并缩短石墨炉的使用寿命。在保证获得最大原子吸收信号的前提下, 尽量使用较低温度。本文对不同原子化温度进行了比较, 认为 2300 是比较理想的, 见图 2。

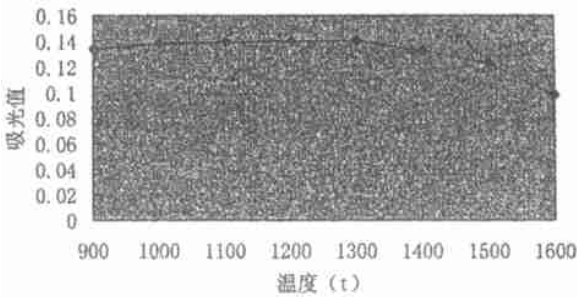


图 1 灰化曲线

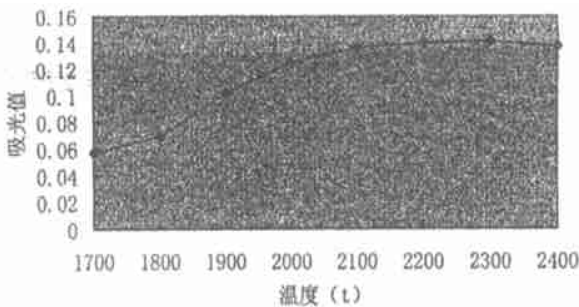


图 2 原子化曲线

214 精密度实验

本文对自来水、各类净水剂处理液及消毒剂处理液进行测定, 其结果见表 3。

表 3 精密度实验结果(n = 6)

样品	测定值 (μg/L)			均值 (μg/L)	相对标准偏差 (%)
自来水	01182	01187	01194	01188	3119
	01184	01196	01185		
净水剂 1 #	01292	01280	01290	1285	1175
	01282	01284	01281		
净水剂 2 #	01272	01267	01269	01271	2121
	01262	01278	01276		
净水剂 3 #	01327	01340	01336	01334	1150
	01339	01332	01331		
消毒剂 1 #	01492	01497	01504	01499	1160
	01510	01490	01501		
消毒剂 2 #	01451	01422	01477	01448	1134
	01449	01440	01456		

注: 净水剂 1 # 为聚合氯化铝, 净水剂 2 # 为硫酸铁, 净水剂 3 # 为氟化钠, 消毒剂 1 # 为二氧化氯, 消毒剂 2 # 为次氯酸钠。

215 回收率实验

本文分别在自来水、净水剂处理液及消毒剂处理液中进行了加标回收实验,其回收率在 9014 % - 109 %范围内。结果见表 4。

表 4 回收率实验结果(n = 6)

样品	本底均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	测定值 (μg/L)	回收率 (%)
自来水	01880	015	01640	9014
		210	21084	9418
		610	61022	9712
净水剂 1 #	01285	015	01738	9016
		210	21409	10612
		610	61356	10112
净水剂 2 #	01271	015	01727	9112
		210	21388	10614
		610	61807	10819
消毒剂 1 #	01499	015	11005	10112
		210	21447	9714
		610	71020	10817

216 共存离子干扰

按实验方法在样品中分别加入 10mgCa ,Mg ,Na , Cl ,100μgK ,Sr ,Li ,50μgZn、Cu、Mn、F ,30μgSO₄²⁻、NO₃⁻、PO₄²⁻ ,20μgAl、Ag、As、Ba、Pb、Hg、Cd ,10μgNi、Sn 均不影响结果。

217 两种方法的对照

取消毒剂 1 # 加入铬标准 610μL ,与二苯碳酰二肼法(DPC) [3]做了对照实验 ,其结果见表 5 ,证明无显著性差异。

表 5 两种方法对照

样品	本底值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	本法测定值 (μg/L)	DPC 法测定值 (μg/L)
消毒 1 #	01499	610	71020	61899

参考文献

[1]邓勃 ,等 1 应用原子吸收与荧光光谱分析 1 化学工业出版社
[2]吴华 ,等 1 石墨炉升温程序的灰化技术 1 中国环境监测 ,1998 ,14
(3) :32 ~ 34
[3]生活饮用水检验规范(2001) 1

(收稿日期 2003 - 10 - 12)

浅谈职业病的心理护理

梁淑杰 , 方宝良 , 李艳杰

中图分类号 R135

文献标识码 B

文章编号 1729 - 9292 - (2004)03 - 0076 - 02

随着医学模式的转变 ,职业病患者的心理护理已成为职业病治疗工作的一项新内容。

在计划经济向市场经济转轨过程中许多职业病患者面临着下岗以及职业病待遇下降等问题 ,即而产生了一些心理障碍 ,严重地影响了职业病患者的身心健康。研究和探索职业病心理障碍的本质和规律以及职业病心理护理的方法是新形势下职防工作亟待研究的新课题。

1 职业病患者的心理状态和心理需求

111 沮丧心理 职业病患者尤其是尘肺等不可逆的进行性的职业病者经常担心自己的病不可能治愈了 ,后半生只能在痛苦中挣扎 ,感觉自己似乎整天处在生与死的夹缝中。从而 ,经常思绪焦虑 ,垂头丧气 ,懊悔 ,甚至有时对生活失去信心 ——产生轻生

念头。此类患者求医时往往主诉“心焦” ,查体则很难发现有相应的器质性改变。

112 依赖心理 很多职业病患者大多都有一种共同的心理即“我病缘于生产 ,故在生活上、经济上和医疗上理所当然地应该享受职业病的有关待遇” ,实际上长期以来一直享受着相应的职业病待遇。由此便形成了一种依赖心理 ——我的后半生就依靠厂里了 ,全靠国家了。然而 ,企业转轨 ,情况突变。人们从心理上一时还很难适应。心理障碍的产生在所难免。

113 心理需求 由于职业病患者对疾病知识了解的较少 ,知情心理急切 ,自然会有许多不一定合乎情理的思考和疑虑等等。病人有要求医务人员理解自己需求的心理 ,并且急切地渴望得到尊重、理解和被医务人员的接纳。在职业病整个诊治过程中 ,病人都会产生焦虑不安 ,因此 ,具有强烈的获得安全感的心理需求。这些需求包括对各项检查是否安全 ,是否产生痛苦或者危

作者单位 吉林省白城市卫生局卫生监督所 137000

HAc-MIBK 作稀释剂 GFAAS 法 直接测定食用植物油中砷

丘 红 梅^①

(深圳市卫生防疫站 广东省深圳市 518020)

摘 要

采用冰乙酸-甲基异丁基甲酮(HAc-MIBK)混合剂稀释食用植物油样品,在氯化钾-硝酸镁混合基体改进剂存在的条件下,用石墨炉原子吸收法直接测定食用植物油中砷。方法简便、快速、可靠,具有较好的精密度和准确度。

关 键 词 砷,食用植物油,石墨炉原子吸收法。

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2001)04-0485-03

1 前言

为了避免样品在消化过程中的污染及损失,本实验室以往采用四氢呋喃溶解稀释样品, GFAAS 法直接测定食用植物油中砷。但四氢呋喃是一级易燃品,沸点只有 66℃,易挥发,蒸汽刺激皮肤、眼睛及粘膜。考虑到它的危险性大及测定液浓度易因溶剂的迅速挥发而改变等原因,本文以冰醋酸与甲基异丁基甲酮混合剂(HAc-MIBK)稀释食用植物油样品,在氯化钾与硝酸镁组成的混合基体改进剂存在的条件下,不经过消化,用石墨炉原子吸收法,直接测定食用植物油中砷。该法不仅简便、快捷,避免了污染和损失,而且较好地保证了实验的重现性和安全性。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器

PE-5100 原子吸收光谱仪; 5100 塞曼扣背景石墨炉; 石墨炉循环水冷却器; AS-71 石墨炉进样器; ZL5100 彩色控制台; 石墨管(PE 公司产 THGA)。

2.1.2 主要试剂

砷标准储备液: 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ [国家标准物质研究中心, GBW(E) 08117], 逐级稀释至浓度为 1.0 mg/L 的砷标准使用液。

冰乙酸(HAc)、甲基异丁基甲酮(MIBK)均为分析纯。

^①联系人, 电话: (0755)5535970; 传真(0755)5532595; E-mail: qhm007@163.net

作者简介: 丘红梅(1968—), 女, 广东省梅州市人, 主管技师, 从事原子吸收及原子荧光等仪器分析方法在卫生理化检验方面的研究和应用。

收稿日期: 2001-04-25

钯-镁(Pd-Mg)混合基体改进剂: 取 1g 氯化钯(英国进口, A R), 用 5mL 王水溶解, 再用 5% HNO_3 定容至 100mL, 此为改进剂I; 另取 0.4g 硝酸镁(G R), 用水溶解至 100mL, 此为改进剂II; 改进剂I 与改进剂II 按等比例混合即成。

砷标准加入法系列溶液的制备: 分别取 1.00g 油样于 5 只 10mL 容量瓶中, 加 Pd-Mg 改进剂 0.30mL 及砷标准使用液 0, 0.10, 0.20, 0.40, 0.80mL, 以 HAc-MIBK 溶解, 定容至刻度, 摇匀。配制成浓度为有 0、10、20、40、80 $\mu\text{g/L}$ 的砷标准系列。同时作双份试剂空白。

载气: 99.999% 高纯氮气。

实验中所有器皿均经(2+8)硝酸溶液浸泡过夜, 再用蒸馏水、超纯水(18.2M $\Omega\cdot\text{cm}$) 冲净后晾干备用。

2.2 仪器工作条件

测定波长 193.7nm; 灯电流 16mA; 狭缝 0.7nm; 载气流量 250mL/min, 原子化阶段停气, 进样量 20 μL 。

石墨炉升温程序的设置见表 1。

表 1 石墨炉升温程序参数

程序	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	升温时间 (s)	保持时间 (s)	内气流流量 (mL/min)
1	110	5	30	250
2	130	15	30	250
3	1200	10	20	250
4	2000	0	5	0
5	2400	1	2	250

3 结果与讨论

3.1 溶剂的选择与试剂各成分分配比的确定

MIBK(甲基异丁基甲酮)与四氢呋喃相比较, 它具有挥发性小、沸点较高(116.8 $^{\circ}\text{C}$, 与水沸点接近)、对人体危害较小的优越性, 这使该实验在重现性及安全性等方面得到了进一步的改善。

在溶剂中存在的 HAc (冰乙酸)能提高 MIBK 对水溶液的容纳能力。

经交叉实验结果表明, HAc-MIBK -油的比例为 2: 6.5: 1 的混合比例对水溶液的容纳量最大, 这将满足加入所需的基体改进剂和标准溶液的要求, 因此, HAc-MIBK 混合溶剂按 2: 7 比例配制。

3.2 钯-镁混合改进剂的应用与石墨炉条件实验

钯-镁混合基体改进剂的存在能有效地提高元素的灰化温度, 该实验中, 它的加入使砷的灰化温度提高到 1200 $^{\circ}\text{C}$, 大大地提高了灵敏度。

实验证明, 浓度为 60mg/L 的氯化钯(PdCl_2)溶液与浓度为 40mg/L 的硝酸镁 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液等比例混合而成的混合基体改进剂对增强吸收信号的灵敏度效果最好。

3.3 石墨炉升温程序的最佳化实验

经实验确定, 选定干燥温度第一步为 110 $^{\circ}\text{C}$, 第二步为 130 $^{\circ}\text{C}$, 灰化温度为 1200 $^{\circ}\text{C}$, 原子化温度为 2000 $^{\circ}\text{C}$ 。

3.4 标准加入法校准曲线

标准加入法校准曲线线性良好, 其线性相关系数 $r=0.99638$ 。

3.5 方法的精密度与回收率

在上述实验条件下, 对不同浓度的砷标准溶液(以 HAc-MIBK 为溶剂配制而成)连续测定 6 次, 其精密度结果见表 2。

在上述实验条件下对样品进行测定, 然后在此样品中加入标准溶液, 进行加标回收实验, 结果见表 3。

表 2 精密度实验($n=6$)

标定值 ($\mu\text{g/L}$)	测定平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差	RSD(%)
40	36.3	1.31	3.62
50	51.8	1.35	2.61

表 3 加标回收实验($n=6$)

加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
20	20.2	90
25	28.0	96

3.6 检出限与线性范围

对 HAc-M IBK 溶剂进行 7 次空白测定, 所得标准差为 0.002, 检出限为 48pg。
通过绘制标准加入法校准曲线得出, 砷的线性范围为 0—60μg/L。

4 小结

本法在样品处理上简便、快捷, 避免了污染和损失。检出限低, 灵敏度高, 准确度和精密度良好, 符合食用植物油卫生检验的要求。

参考文献

- [1] 高小霞. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法[M]. 北京: 北京大学出版社, 1987.
[2] 孙汉文. 原子吸收光谱分析技术[M]. 北京: 中国科学技术出版社, 1992.

Direct Determination of Arsenic in Edible Vegetable Oil by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry

QIU Hong-Mei

(Hygienic and Anti-Epidemic Station of Shenzhen, Shenzhen, Guangdong 518020, P. R. China)

Abstract

The sample was diluted by a HAc-M IBK mixture solvent. In the presence of a mixed matrix modifier PdCl₂-Mg(NO₃)₂ the sample was directly determined by GFAAS. The method was proved to be simple, rapid and convenient, with high accuracy and precision.

Key words Arsenic, Edible Vegetable Oil, GFAAS.

(上接 478 页)

美国化学文摘(CA)选登本刊论文的最近情况

序号	作者姓名	论文题目	《光谱实验室》发表的年、卷(期)、页	CA 选登的卷(期)、编号
646	卢嘉春 黄萍 陈广宇 许启初	红外光谱吸收峰的剥离和模拟	2000, 17(4), 396- 399	133(21): 304938c
647	杭海峰 张荣升 叶勤 张嗣良	红外光谱法原位监测亚微米树脂吸附反应	2000, 17(4), 378- 381	133(20): 286569d
648	殷国健 马莎 杨光宇 王林 尹家元	新型显色剂 2-(H-酸偶氮)-4, 5-二硝基苯酚测定铁(III)	2000, 17(4), 456- 458	133(20): 286043c
649	李雅琦	黄土高原土壤中微量元素的中子活化分析	2000, 17(3), 350- 354	133(20): 281105q
650	赵雷洪 胡晓春 彭小平	Fe(III)-灿烂绿-过氧化氢测定痕量铁	2000, 17(4), 419- 421	133(19): 271793y
651	刘小珍	阳离子金黄铋染料的合成及其光谱研究	2000, 17(2), 162- 164	133(18): 253811y
652	黄忠良 杨春明	掺杂功能磺酸的导电聚苯胺的合成及其红外光谱研究	2000, 17(2), 143- 146	133(18): 253085q
653	王肇中	煤矸石中铁的测定	2000, 17(4), 480- 482	133(16): 225323x
654	邬蓓蕾	盐酸萃取火焰原子吸收法测定柴油中钠含量	2000, 17(4), 483- 485	133(16): 225277k
655	解文秀	Mo(VI)-罗丹明 B-过氧化氢催化分光光度法测定痕量钼的研究	2000, 17(4), 477- 479	133(15): 217035q
656	谢绍金 董天祥	ICP-AES 法测定钛基复合材料中的 Al、Mo、B 的研究	2000, 17(4), 471- 474	133(15): 217034p

(下转 562 页)

文章编号:1002-8110(2002)01-0053-01

用硝酸镁作基体改进剂平台石墨炉原子吸收法 直接测定白酒中的锰

吕士奇

(哈尔滨市产品质量监督检验所,黑龙江 哈尔滨 150030)

中图分类号:TS262.3;O657.31

文献标识码:B

国家标准白酒中的锰采用分光比色测定,样品需要消化处理,且灵敏度低,无法准确测定。本文以硝酸镁作基体改进剂,结合平台技术及最大功率升温,直接测定白酒中的锰含量,并对实验最佳条件做了初步研究,方法简单,灵敏度满足了测定要求。

1 仪器与试剂

PE3300 原子吸收分光光度计;配置 PE HGA-600 型石墨炉;PEAS-60 型自动进样器;L'vov 平台石墨管。

锰标准工作液(1 µg/mL)、硝酸镁(20%)、硝酸(0.2%)。

2 分析方法

取酒样 5 mL 于 10 mL 带塞的比色管中,取锰标准工作液 0.4、0.6、1.0、2.0 mL 容量瓶中,上述样液标液用 0.2 的硝酸定容,锰标准应用浓度依次为 0.40、0.60、1.00、2.00 µg/L。

自动进样器设定取样液 10 µL,20% 的硝酸镁 5 µL,回收率试验测定是自动取 60 µg/L 的标准应用液量 5 µL,总进样量为 20 µL,依次进行标准系列、样品和样品回收率的测定。

3 仪器分析条件

3.1 仪器工作条件:波长 279.5 nm,光普通带 0.2 nm,锰空心阴极灯,氩气作保护气体,氘灯扣背景。

3.2 平台石墨炉条件

干燥温度:110 °C;斜坡升温 50 s;
灰化温度:1400 °C;斜坡升温 60 s;
原子化温度:2200 °C;保持 5 s;
烧净温度:2600 °C;保持 5 s;

4 结果讨论

4.1 本法对不同酒精浓度的 5 个白酒样品的测定和回收试

验结果如表 1

表 1

样 品	1	2	3	4	5
锰含量 µg/mL	24.82	24.39	46.08	20.02	62.33
加入 60 µg/L 锰	82.4	90.2	90.4	87.6	88.5
5 µL 的回收率 %					

4.2 基体改进剂对锰灰化温度的影响

我们试验了硝酸镁对锰的标准和样品灰化温度的影响。结果表明,加入硝酸镁做锰的基体改进剂,灰化温度可增至 1400 °C,没有锰的损失,而基体物质在慢速升温至 1400 °C 的过程中基本得到消除。

4.3 基体改进剂用量的选择

在改变硝酸镁加入量时发现,标液和样液中高于相当于 0.05 mg 的量时,回收实验没有明显的改变,所以我们选用了相当于 0.05 mg 硝酸镁的用量。

4.4 平台技术的应用

我们在试验中发现,普通石墨管在测定锰时记忆效应严重,峰形变宽。回收实验不理想,本文采用了 L'vov 平台石墨管,在原子化阶段为原子蒸汽提供相对稳定的吸收空间和温度,灵敏度大幅提高,峰形得到改善。

[参考文献]

- [1] 中国食品工业标准汇编饮料酒卷[S].
- [2] 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法[M].
- [3] (西德)威尔茨.原子吸收光谱法[M].

3.2.2 酿造用水宜用软水,对于暂时硬度高的水,应进行处理。

3.2.3 麦芽粉碎时,应使皮壳粉碎少些,使多酚溶解少些。

3.2.4 进量缩短糖化、过滤、煮沸时间。

3.2.5 限制整个糖化工序中氧气的摄入和限制氧化酶类的作用。

3.3 发酵及以后阶段

3.3.1 根据实际情况和需要,可选用减免作用强的酵母。

3.3.2 在啤酒过滤、包装过程中,应尽量避免空气混入,如采用二氧化碳、氮气等替代压缩空气备压,以减少多酚物质

的氧化机会。

3.3.3 啤酒灭菌时间已达到灭菌目的期限不宜过长。

3.3.4 在啤酒过滤中添加抗氧化剂,既能减少色泽变浑,又可延缓口味老化。

[参考文献]

- [1] 大连轻工学院.酿造酒工艺学[M].
- [2] 孙明度译.(德)啤酒厂麦芽汁制备工艺技术[M].
- [3] 管敦仪.啤酒工艺手册上册[M].
- [4] 酿酒[J].增刊 1985
- [5] 中国啤酒通讯[J].

文章编号:1002-8110(2001)03-0084-01

用硝酸镍作基体改进剂石墨炉原子吸收法 直接测定白酒中的铅

齐国胜,姚振魁

(哈尔滨市产品质量监督检验所,黑龙江 哈尔滨 150036)

中图分类号:TS261.3;O657.31

文献标识码:B

白酒中的铅含量较低,采用石墨炉原子吸收能够满足灵敏度的要求,但由于基体的干扰,直接测定白酒中的铅结果偏低,回收实验不理想,本文以0.2%硝酸为稀释剂,硝酸镍作基体改进剂结合平台技术及最大功率升温直接测定白酒中的铅含量,方法简单,快速,回收率得到改善。

1 仪器与试剂

PE33003300 原子吸收分光光度计,配置 PE HGA-6000 型石墨炉 PE AS-60 型自动进样器。

铅标准工作液(1 µg/mL) 硝酸镍(2%),硝酸(0.2%)

2 分析方法

取酒样 5 mL 于 10 mL 带塞的比色管中,取铅标准工作液 0, 4, 6, 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,上述样液和标液用 0.62% 硝酸定容,铅标准应用液浓度依次为 0, 40, 60, 100 µg/L。

自动进样器设定取样液 10 µL, 标液 10 µL, 2% 硝酸镍 5 µL 收率测定时自动取 60 µg/L 的标准应用液 5 µL, 总进样量 20 µL, 依次进行标准系列, 样品和样品回收率的测定。

3 仪器分析条件

3.1 仪器工作条件: 波长 283.3 nm; 光谱通带 0.7 nm; 铅空心阴极灯; 氩气作保护气体; 连续光源背景校正。

3.2 平台石墨炉条件

干燥温度 120 °C; 斜坡升温 60s;
灰化温度 70 °C; 斜坡升温 60s;
原子化温度 180 °C; 保持 5s;
烧净温度 2600 °C; 保持 5s;

4 结果与讨论

4.1 本法对不同酒精浓度的 6 个白酒样品的测定和回收试验结果如表 1

表 1

样 品	1	2	3	4	5	6
铅含量 µg/L)	7.11	4.62	38.11	20.69	54.02	23.22
加入 60 - µg/L	93.4	91.5	89.7	90.1	89.5	
铅 5 µL 的回收率 %						

4.2 本法采用平台技术结合最大功率升温在干燥阶段斜坡升温时间延长至 60s, 在灰化前尽可能清除酒精基体, 0.2% 硝酸为稀释剂, 使铅的峰形得到改善, 有利于峰面积的积分, 使分析结果准确性提高。

4.3 基体改进剂硝酸镍的使用使铅在干燥和灰化阶段稳定性得到显著的增加, 灰化温度升至 750 °C, 减少了背景吸收的干扰, 回收率得到了改善。基体改进剂加入量对测定结果没有显著的影响

[参考文献]

收稿日期:2001-05-8

作者简介:齐国胜(1960-),男(汉族),黑龙江,工程师,主要从事仪器分析工作。

[1] 方荣,等. 原子吸收光谱法在卫生检验中的应用[M].

[2] (西德)B. 威尔茨. 原子吸收光谱法[M].

[3] 食品卫生检验方法理化部分[S].

文章编号:1001-0580(2002)02-0235-01

【检验技术】

石墨炉原子吸收法测定酒中微量铅

山西省太原市卫生防疫站(030012) 吕建民

中图分类号:R155.5

文献标识码:B

白酒中微量铅的测定采用火焰原子吸收法灵敏度较低,需采用溶剂萃取富集处理方法^[1]。本文则是直接将白酒用 0.5% HNO₃ 稀释,然后用石墨炉原子吸收法测定,而中草药酒和果酒由于基体成分复杂,采用微波消解样品,石墨炉原子吸收法测定,取得满意结果。现介绍如下。

仪器与试剂 (1)仪器:AAAnalyst 100 原子吸收分光光度计:HGA-800 石墨炉;AS-72 自动进样器;铅空心阴极灯;热解石墨管;(以上均为美国 PE 公司产品)。MK-2 型压力自控微波溶样系统(上海新科微波技术研究所)。(2)试剂:铅标准溶液 1.00 mg/ml(国家标准物质研究中心);铅标准使用液 100 ng/ml(含 25%乙醇);硝酸;过氧化氢;硝酸镍。

测定方法 (1)吸收线 283.3 nm,光谱通带 0.7 nm,灯电流 15 mA,氘灯背景校正,信号记录方式:峰面积,载气流量:250 ml/min 高纯氦气,干燥温度:120℃(斜坡/保持 10/15),灰化温度:900℃(1/30),冷却温度:20℃(1/15),原子化温度:1800℃(0/5),热除残温度:2600℃(1/5)。(2)样品溶液的制备:白酒,用移液管吸取样品 25 ml,用 0.5% HNO₃ 稀释至 50 ml,混匀。中草药酒和果酒,吸取样品 1.0~3.0 ml 于清洗好的聚四氟乙烯溶样杯内,在水浴上挥去乙醇,依次加入 2.0 ml HNO₃,1.0 ml H₂O₂,盖上聚四氟乙烯内盖,将溶样杯晃动几次,放入微波炉中,根据不同酒类选择溶样压力为 1.5~2.0 MPa,时间 4~10 min 内消解完全,样品溶液无色透明,取出放冷,用纯水洗入 10 ml 容量瓶中,加入 2.5 ml 无水乙醇,用纯水定容至刻度,混匀。(3)测定:将仪器调至最佳状态,对标准品及样品进行编程,自动配制:0.10、20、40、60、80、100 ng/ml 标准系列,由自动进样器进样 20 μl 标准溶液(或样品溶液 5 μl)基体改进剂(1%硝酸镍),测量峰面积,应用 AAwinlab 软件,仪器自动给出标准曲线及测定结果。

结果与讨论 (1)乙醇含量对吸收值的影响:对分别含有:0%、5%、10%、15%、20%...50%无水乙醇的 50 ng/ml 浓度的铅标准溶液进行了吸收值测定,含 5%乙醇时,吸收值增大,含 10%乙醇时,吸收值下降,含 20%以上乙醇时,吸收值基本稳定,因此在制备系列标准溶液时乙醇浓度为 25%,与实际白酒样品基本一致(普通白酒乙醇浓度一般为 38%~56%)。(2)消化方式的选择:微波消解法与其它消解法的加热方式不同,微波消解法能同时加热所有的样品溶液而不加热容器,微波能引起酸与样品之间较大的热对流,促进酸与样品更有效地接触,在加压的条件下,酸的氧化及活性增加,使粒径大的样品也能在短时间内被消化^[2,3],一般 4~10 min 可消解一个样品,其次微波消解是在密闭的容器中进行,铅的损

失少,减少了由于酸而带入的污染,提高了测定结果的准确性。(3)基体改进剂的选择:由于铅在高温下容易挥发,为了防止铅在灰化过程中挥发损失,使用合适的基体改进剂是很必要的,本文采用硝酸镍作基体改进剂测定酒中微量铅,通过实验,找到了硝酸镍的最佳量为 0.2%~0.6%,在 0.3%硝酸镍存在下,灰化温度升至 900℃而无铅的挥发损失,通常在不使用基体改进剂时,灰化温度一般只能用 500℃,使用了此基体改进剂再结合最大功率升温,可使铅的测量获得满意的结果。(4)灰化温度及原子化温度的选择:在选定的条件下,采用 50 ng/ml 铅标准溶液,由自动进样器进样 20 μl 标准液及 5 μl 基体改进剂,测量峰面积,试验证明灰化温度及原子化温度分别选择 900℃、1800℃较好。(5)分析方法的指标评价:①标准曲线及检出限:在 0~100 μg/L 的范围内,回归方程: $y = 0.017 + 9.61 \times 10^{-3}x$,相关系数: $r = 0.9992$,检出限为 2.1 μg/L。②样品测定的精密性:本法对 5 种酒样在不同时间,相同条件下进行了 6 次测定,测定值的相对标准偏差 RSD 小于 6.8%。③准确度:酒样分析结果及标准加入回收率见表 1。

表 1 样品分析结果及回收率

样品	测定值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标测定值 (μg/L)	回收率 (%)
湘泉酒	12.1	50	60.2	96.2
沱牌曲酒	9.3	50	54.6	90.6
鹿王酒	31.0	50	83.0	104.0
汾酒	4.1	50	52.0	95.8
竹叶青酒	10.3	50	57.8	95.0

试验表明,石墨炉原子吸收法测定酒中微量铅,简便、快速,灵敏度高,方法回收率为 90.6%~104%,相对标准偏差小于 6.8%,能满足测定要求。

作者简介:吕建民(1959-),男,山西人,副主任技师,从事卫生理化检验工作。

参 考 文 献

- [1] 中国预防医学科学院标准处:食品卫生标准汇编(4)[C].北京:中国标准出版社,1997.
- [2] 许钢,邢文会.中国卫生检验[J],1999,9(4):248.
- [3] 许春向,邹学贤.现代卫生化学[M].北京:人民卫生出版社,2000:17.

(2000-09-30 收稿 任旭红编辑 郭长胜校对)

原子吸收 STPF 技术直接进样测定果酒及果汁饮料中的镉

解志海 程 刚 张 萍

(山东商检局)

石墨炉原子吸收已广泛地应用于食品中微量元素的分析。特别是恒温平台石墨炉(简称 STPF)技术^[1]提出以后,人们应用此项技术实现了某些元素的直接进样分析^[2,3]。镉是低温易挥发元素,原子吸收法测定食品饮料中的镉的主要困难在于样品前处理和测定时的灰化损失和背景干扰。目前,国内外已有运用 STPF 技术对基体较为简单洁净的食品饮料(如白酒)进行直接进样测试的报道,但对于基体较为复杂、粘度大、含糖量高的食品饮料 STPF 直接进样测试尚处研究阶段。本文以磷酸二氢铵和硝酸镁为混合基体改进剂,使用热解涂层横向加热石墨管,纵向塞曼效应背景校正,对果酒和果汁饮料中的镉直接进样石墨炉原子吸收测定进行了研究,实验表明本法具有简便、快速、准确的特点。

实验部分

一、仪器与试剂

PE 5100 ZL 原子吸收分光光度计,配 As-70 自动进样器和内循环水冷却系统;热解涂层横向加热石墨管;镉空心阴极灯。

镉标准溶液:国家标准溶液 GSBG62040-90 逐级稀释至 10ng/ml 和 5ng/ml 标准工作液。

0.5%的优级纯硝酸溶液。

混合基体改进剂:称取 0.70g 磷酸二氢铵和 0.03g 硝酸镁用 0.5%的优级纯硝酸溶液溶解稀释至 100ml。

自动进样器冲洗液:用 0.5%的优级纯硝酸溶液溶解 1.0ml Triton X-100 并稀释至 1000ml。

所有样品容器、玻璃仪器、自动进样杯等预先用 10%硝酸溶液浸泡 24h,用去离子水冲洗后干燥。

二、仪器工作条件

波长 228.8nm,灯电流 6mA,狭缝宽度 0.7nm,横向加热纵向磁场塞曼效应背景校正,积分测量方式,标准和样品进样体积 20 μ l,基体改进剂 10 μ l,石墨炉升温程序如表 1。

表 1 石墨炉升温程序

温度(℃)	110	130	550	1400	2400
斜坡时间(s)	10	10	10	0	2
保持时间(s)	10	25	25	5	1
氩气流量 (ml/min)	250	250	250	0	250

三、标准工作曲线绘制

以浓度(ng/ml)为横坐标,吸光度(A)为纵坐标,在标准工作条件下,对镉标准系列溶液进行石墨炉原子吸收测定,用 PE GEMAAS PC 软件微机操作进行信号和数据处理,绘制标准曲线。

四、样品制备

样品达室温后,充分混匀,超声波脱气 10min。称取 10.00g 果酒或 5.00g 果汁(或根据样品中镉含量适当加减)于 25ml 容量瓶中,用 0.5%的优级纯硝酸溶液定容至刻度,转入进样杯中,直接进样测定。

结果与讨论

一、自动进样器冲洗液的选择

在实验中发现,由于样品基体含糖量较高,粘度较大,毛细管注射针头中的有机成分难以用

水冲洗干净,导致测量精密度偏低。采用稀释的 Triton X-100 的硝酸溶液做为冲洗液可以很好地解决这一问题。用水和用 Triton X-100 的硝酸溶液做为冲洗液在测定镉吸光度约 0.1 的样液的检测精密度($cv, \%$)分别为 10.3 和 4.5。

二、基体改进剂的选择

镉属低温原子化元素,石墨炉原子吸收测定镉时,克服原子化前的灰化损失,消除基体干扰,提高灵敏度是测定的重要环节也是 STPF 技术关键解决的问题。目前关于镉的基体改进剂的文献报导甚多^[4,5]。选择基体改进剂的主要依据是基于其与样液或标准溶液中的镉形成化合物的热稳定性。热稳定性可通过测量 $\tau_{10\%}$ 来获得^[5]。 $\tau_{10\%}$ 为原子吸收信号达到峰值的 10% 时所需的时间。由于原子化时石墨管的温度一定,如果原子化的初始阶段时间增长,也即 $\tau_{10\%}$ 值的增加,说明镉的热稳定性得到了改善。本文对磷酸二氢铵、磷酸氢二铵、磷酸二氢铵和硝酸镁混合溶液、磷酸氢二铵和硝酸镁混合溶液做为基体改进剂的 $\tau_{10\%}$ 进行了测量。在灰化温度 500℃,原子化温度 1400℃ 时,得到 $\tau_{10\%}$ 曲线图如图 1。结果表明,70 μg 的磷酸二氢铵和 3 μg 的硝酸镁联合使用,镉的热稳定性改善效果最好。

三、石墨炉升温程序的设置

含有基体的样品干燥时间不同于洁净溶液。采用两步干燥程序,缓慢阶梯升温(表 1 中第一、二步)对于直接测定酒和饮料样品更为理想。为了防止镉的灰化损失及获得较为满意的原子化曲线,提高测定的灵敏度和准确度,本文以磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂,测定了浓缩苹果汁的灰化曲线和原子化曲线(图 2)。当灰化温度大于 600℃ 时,镉有损失。本文采用灰化温度比最高灰化温度稍低的 550℃,不易造成镉的损失。尽管如此,经 550℃ 灰化、纵向磁场塞曼效应扣背景后,样品基体背景仍小于 0.2Abs。从原子化曲线上可以看出,原子化温度在 1400℃ 时,吸收信号最高。

四、共存元素的影响

由表 2 可以看出,测定果酒和果汁饮料时,Fe、As、Cr、Pb、Cu、Zn、Ni 不影响 Cd 的测定。

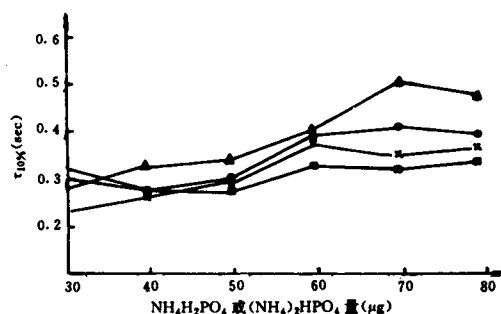


图 1 不同浓度的基改进剂对镉的稳定参数 $\tau_{10\%}$ 的影响曲线

○— $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 的 $\tau_{10\%}$ 曲线
 ×— $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 的 $\tau_{10\%}$ 曲线
 △— $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 和 3 $\mu\text{gMg}(\text{NO}_3)_2$ 的 $\tau_{10\%}$ 曲线
 □— $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 和 3 $\mu\text{gMg}(\text{NO}_3)_2$ 的 $\tau_{10\%}$ 曲线

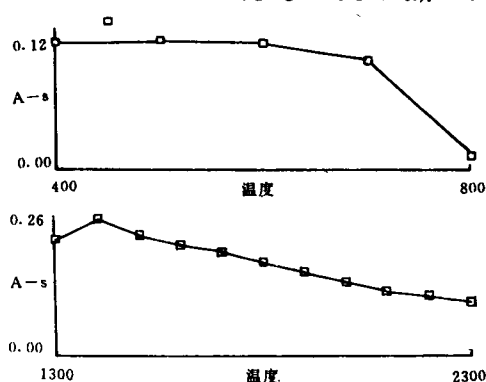


图 2 灰化曲线和原子化曲线

五、定量方法的选择

由于直接进样测定镉的样品基体不同于标准工作溶液,因此,本文对标准加入法和标准工作曲线法的样品测定结果进行了比较,如表 3 所示。当测定样品镉的浓度在 10ng/ml 范围内时,标准加入法和标准工作曲线法测得的结果基本一致。由于标准加入法测定结果 RSD% 偏高,测定较为繁琐,我们采用标准工作曲线法做为样品定量方法。

六、灵敏度、准确度和精密度

表 2 共存元素干扰实验

元素	2.1ng/ml 标准 + 样液	2.1ng/ml 标准 + 50ng/ml Cr、Ni、Zn + 100ng/ml Cu、Pb、As、Fe + 样液
镉, A	0.212	0.226

表 3 工作曲线法和标准加入法测定结果比较

方 法	测得值(ng/ml)		
工作曲线法	2.49	5.17	9.55
标准加入法	2.58	4.84	10.09

本方法具有较高的灵敏度,在上述条件下,对含有果酒和果汁饮料基体的样品测得镉的特征量为 $1.4\text{pg}/0.0044\text{Abs}$,检测限为 $0.39\text{pg}(2\sigma)$;通过样品加标回收实验,回收率在 $85\% - 109\%$ 之间;对同一样品进行 11 次测试,镉含量在 1.26ng/ml 左右

表 4 样品含镉量和回收实验

样 品	样品含镉量 (ppb)	样品加入 1.3ppb 标准测得量(ppb)	回收率 (%)
干白葡萄酒	1.06	1.35	104
干红葡萄酒	1.52	1.34	103
苹果汁	1.27	1.36	105
酸枣汁	0.67	1.42	109
青岛意思林	2.52	1.20	92
白兰地酒	0.48	1.27	96
兰鞭酒	0.45	1.20	92

时,标准偏差为 0.069 ,相对标准偏差为 5.49% 。

(上接第 45 页)

2. 样品的测定

取适量样品液,用蒸馏水稀释至浓度在工作曲线线性范围内(如果浓度在工作曲线线性范围内,亦可直接进样)。按实验方法进行测定并作了回收实验,结果见表 1,说明方法是准确的。

表 1 样品测定结果表

样 品	称样量* (g)	测得铜** ($\mu\text{g/g}$)	加入铜 ($\mu\text{g/g}$)	总测得铜 ($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)
滑 石	1.0	12.1	40.0	52.6	101
重晶石	2.0	6.5	20.0	27.0	102
矾 土	2.0	9.8	100.0	110.3	100
焦宝石	1.0	25.7	50.0	75.1	99

* 称准至 0.2mg , ** 为三次测定的平均结果。

本方法是测定部分矿产品中微量铜的快速方法,尤其适合于矿山生产中大批量样品的商品

采用以上 STPF 技术对有关样品进行含镉量测定,结果列入表 4。

结 论

本方法消除了食品元素分析繁琐的样品前处理,避免了样品交叉污染和挥发损失,具有简便、快速、准确和节省试剂等优点,适用于食品饮料镉的快速测定。

参考文献

- [1] 罗方若,分析测试通报,6(2)25,1987.
- [2] 张在整,郑基甸,付凤富,分析试验室,13(2)72,1994.
- [3] Frank Portala, Perkin Elmer Applied Atomic Spectrometry, No. 5. 3E 1991.
- [4] 贝源,田笠卿,分析试验室,13(3)26 1995.
- [5] Lynch S, Littlejohn D. Talanta, 37(8)825, 1990.

检验工作。

参考文献

- [1] 方肇伦,流动注射分析,分析化学,1981(9):369-372.
- [2] Hallas. M. Flow-Injection Analysis; New Environmentally Safe Analysis System for Future Laboratories. Dan, Kemi, 1983(64):6-8.
- [3] Boze F. L, et al. Flow Injection Environmental Analysis. Analysis 1985(13):147-159.
- [4] 张孙炜等,有机试剂在分析化学中的应用,北京,科学出版社,1981,第 108 页。
- [5] 袁有宪等,海洋科学,1987(5),32-35.
- [6] 袁有宪,海洋水产研究 1984(6),107-113.

原子吸收光谱法测定不同种类糖中金属元素的含量

杨雪峰 王中强

【文献标识码】 B

【中图分类号】 Q53;O657.3;O614

【文章编号】 1007-1040(2001)04-0284-01

随着社会经济的不断发展,人民生活水平的日益提高,市场销售的糖类越来越多,在人民日常食品中占有一定的比例,本法采用原子光谱法测定部分市售的糖类中钾、钠、钙、镁、铁、锰、锌、铜元素的含量,为合理膳食提供一定的参考依据。

1 材料与方法

1.1 样品来源 样品均采自市场上销售的各种糖类。

表2 不同糖类中八种金属元素含量(mg/100g, $\bar{X} \pm S$)

样品名称	样本数	元素种类							
		钾	钠	钙	镁	铁	锰	锌	铜
白糖	10	2 ± 0.30		5 ± 0.42	3 ± 0.33	0.1 ± 0.017	0.08 ± 0.014	0.05 ± 0.014	0.03 ± 0.010
冰糖	10		1.0 ± 0.16	34 ± 3.16		0.4 ± 0.021		0.05 ± 0.011	
蜂蜜	15	131 ± 7.19	4.9 ± 1.04	16 ± 2.68	3 ± 0.36	4.8 ± 0.41	0.05 ± 0.013	2.10 ± 0.014	2.10 ± 0.016
红糖	10	240 ± 10.26	18.3 ± 2.81	157 ± 8.63	54 ± 5.03	2.2 ± 0.64	0.27 ± 0.062	0.35 ± 0.058	0.15 ± 0.027

3 讨论

3.1 钙是构成机体骨骼、牙齿的主要成分,钙还参与凝血过程和维持毛细血管的正常渗透压,并影响神经肌肉的兴奋性,由表2结果可以了解,糖类中含钙较多的是红糖,10份红糖中钙含量均值达到157mg/100g。

3.2 镁元素对心血管的构造和功能有益,与心血管疾病的发生呈负相关^[1],可防治各种心律失常。由检测结果可以了解,红糖中镁含量较为丰富,每百克含量54mg。

3.3 钾离子有利尿作用,适量钠存在时钾有降压作用,研究结果表明心脏病患者钾明显低于对照组,多食富钾食品有利于心脏病的防治^[2]。由表2结果比较不难看出,钾含量较高的糖类有蜂蜜、红糖,分别达到每百克含量为131mg、240mg。

3.4 铁、锰元素是人体必需的微量元素,铁和体内细胞色素氧化酶、过氧化氢酶等多种酶的合成和活性有关,缺铁会引起人的贫血、免疫机制受损,抵抗力减弱。而锰对碳水化合物代谢有着重要的作用,铁锰会使胰腺产生胰岛素的能力降低^[3]。糖类中铁、锰元素含量均不高,而相对来讲,蜂蜜中的铁、红糖中的锰元素含量相对多一些。

3.5 铜、锌元素也是人体必需的两种微量元素,它们是一对

1.2 方法 按GB/T5009.12-1996方法中的湿法消解,定容至10.0ml容量瓶备用。钾、钠元素采用原子发射光谱分析法测定,检测波长分别为766.5nm和89.0nm,狭缝宽度0.2nm,铁、锰等元素用火焰吸收法测定。操作条件(表1)。

表1 仪器条件

项目	元素种类					
	钙	镁	铁	锰	锌	铜
狭缝宽度(nm)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.7
波长(nm)	422.7	285.2	248.3	279.5	213.9	324.8
积分时间(s)	3	3	3	3	3	3
灯电流(mA)	10	10	10	10	10	10
空气流量(L/min)	6.5	6.5	6.0	6.5	6.0	6.5
乙炔流量(L/min)	1.0	1.0	1.5	1.0	1.5	1.0

1.3 仪器 美国PE300型原子吸收分光光度计。

2 结果(表2)

有密切关系的元素,它们直接参与多种酶、激素、细胞传递介质等多种物质的组成和生物活性中心,因此在体内代谢过程中的或多或少将直接或间接的引发疾病的发生发展。由表2结果分析可见,蜂蜜中锌、铜元素含量最为丰富,均达到每百克2.10mg。

3.6 通过检测、比较分析,白糖和红糖由于加工工艺不完全相同,我们发现,红糖中金属元素含量要明显高于白糖,具有较高的营养价值,但由于红糖晶粒表面的糖蜜未洗净,因而极易吸潮而不耐保藏^[4]。冰糖中除了钙元素外,其它金属元素含量均不高。

本文对不同品种的糖类中金属元素含量进行了测定,并对各种金属元素与健康关系进行了讨论,供不同健康状况人员选用时参考。

参 考 文 献

- 孔祥瑞. 必需微量元素的营养、生理及临床意义,合肥:安徽科技出版社,1982,30
- 赵德山. 微量元素与心脑血管疾病,哈尔滨:黑龙江科技出版社,1995,215
- 张世德等. 第三军医大学学报,1993,15(3),259
- 食品工艺学. 轻工业出版社,1987,215

(2001-03-05 收稿)

色素氧化酶、过氧化氢酶的合成,与多种酶的活性密切相关。缺铁可引起贫血,使整个肌体处于衰弱状态,降低酶的活性,还可引起癌变。常饮含有这些中药的茶对增强免疫力,防治贫血等有积极的作用。苦丁茶中含有一定量的铷和锂,铷和锂是其它饮食中含量极少的元素,铷对人体神经生理及感情障碍有重要作用,而锂对人体内分泌系统有着广泛的影响,可使血糖降低,常饮苦丁茶可防治中老年人的记忆力衰退和老年性痴呆症,临床上可用来治疗糖尿病及神经紊乱。

以上所列中药,含有丰富的微量元素,且几乎无毒或毒性很小。因为这些中药大部分既是药品又是食品如^[14]:甘草、山楂、决明子、金银花、枸杞子、桔梗、菊花。而西洋参、杜仲、苦丁茶、绞股蓝、银杏叶又都可用于保健品。所以含有这些中药的茶类可放心饮用,定会起到强身健体作用,同时还可补充人体微量元素。

参考文献:

- [1] 孟令云,李滨,丁军.银杏叶中无机微量元素含量测定及临床意义[J].中医药信息,2001,18(5):36-37
- [2] 张太强.原子吸收法测定中草药绞股蓝中11种微量元素[J].微量元素与健康研究,2000,17(2):58-60
- [3] 罗太仙,任永全.苦丁茶的微量元素测定及其保健功能初探[J].微量元素与健康研究,1998,15(1):70
- [4] 陈怀耳,方剑文.两种不同中药精制工艺对枸杞子杭白菊提取液中微量元素含量的影响[J].微量元素与健康研究,1996,13(4):38
- [5] 黄锁义,黄天放,农贵生.山楂中微量元素的测定分析[J].微量元素与健康研究,2000,17(1):42-43
- [6] 夏元初.50种中药的微量元素含量测定[J].现代应用药学,1987,4(2):17
- [7] 余煜棉.原子吸收光谱法测定中药材中的多种元素[J].中药材,1989,12(4):35
- [8] 胡璞珍.延边地区39种中草药中微量元素测定[J].延边医学院学报,1989,11(4):265
- [9] 李晶晶.人参、西洋参中微量元素[J].中国药科大学学报,1989,12(11):35
- [10] 胡雪梅,谭光群,李晖.治疗心血管疾病中草药中微量元素的测定[J].四川大学学报,2003,35(1):109-111
- [11] 邵红,边才苗.7种补益中药微量元素的含量及溶出率测定[J].广东微量元素科学,2002,9(11):51-53
- [12] 陈丽霞,吴忠,苏薇薇.地奥心血康中微量元素的测定及其临床意义[J].广东微量元素科学,1995,2(6):66-68
- [13] 刘君,张京君.治疗冠心病中药的微量元素测定[J].广东微量元素科学,2001,8(12):44
- [14] 党毅,肖颖.中药保健食品研究与开发[M].北京:人民卫生出版社,2002.95-116

原子吸收法测定茶叶、茶树叶和土壤中微量元素

聂国朝

(襄樊职业技术学院科研处,湖北襄樊 441021)

摘要:茶叶是三大饮料之一,含有很多和人体健康密切相关的微量元素。采用原子吸收方法对谷城五山镇的玉皇剑茶叶、茶树叶以及生长的土壤中的10种微量元素进行了测定。结果表明三者之间微量元素存在一定关系。

关键词:火焰原子吸收法;茶叶;茶树叶;土壤;微量元素

中图分类号:O657.31 文献标识码:A 文章编号:1005-5320(2003)06-0032-02

收稿日期:2003-07-28

作者简介:聂国朝(1960-),男,湖北广水人,学士,襄樊职业技术学院副教授,主要从事分析化学研究。

The Determination of Microelements in Tealeaf, Tea Plant Leaf and Soil by AAS

NE Guo - chao

(Scientific Research Department, Xiangfan Vocational and Technical College, Xiangfan Hubei
441021, China)

Abstract: As one of the three traditional beverages, tea has many trace elements that effect human's health. The qualities of 10 microelements were determined in tealeaf, tea plant leaf of "Jade Emperor's sword" and soil in Wushan Gucheng. The result showed there was a relation between these three samples.

Key Words: AAS; tealeaf; tea plant leaf; soil; microelement

茶叶、咖啡、可可这三大天然传统饮料中,茶叶的保健作用是其它饮料无可比拟的。中国是茶的故乡,5000 多年的栽茶史,孕育了极其丰富的茶树品种资源。中国是世界仅有的多茶类生产国,不仅有绿茶、红茶、乌龙茶、白茶、黄茶及其再加工的花茶、紧压茶等大宗茶,还有琳琅满目的各种名优茶及特种茶。

微量元素系指生物体所需要,不可缺少,且存在量极少的元素,约占人体总重量的 0.05% 以下。目前发现的 50 余种微量元素大致分为人体必需的、非必需的(生物效应尚未确定的)、及有害的三类^[1]。其中必需的微量元素有 14 种,即锰(Mn)、铁(Fe)、钴(Co)、锌(Zn)、铜(Cu)、镍(Ni)、钼(Mo)、碘(I)、钒(V)、铬(Cr)、氟(F)、锶(Sr)、硒(Se)、锡(Sn)。有害的微量元素,如汞(Hg)、铅(Pb)、铋(Bi)、锑(Sb)、铍(Be)、镉(Cd)等。其中人体必需微量元素是体内许多生化酶的组成成分,还参与生物体内氨基酸、蛋白质、激素、维生素的合成及代谢^[2,3]。Fe、Zn、Mn 这 3 种元素都是人体特别是老年人容易缺乏的,老年人的免疫功能随年龄增长而减退,Fe、Zn、Mn 等微量元素对生物免疫功能的维护起到重要作用^[4],缺 Fe 淋巴细胞内脱氧核糖核酸的合成受损,抗体的产生受到抑制^[5],缺 Mn、Zn 会引起代谢功能的紊乱,免疫功能下降,易招细菌、病毒和真菌反复感染^[6],Mn 可以改善动脉硬化患者的脂类代谢^[6]。Ca 除作为骨质主要构成外,能增强毛细血管壁致密度,降低其通透性,减少渗出,具抗炎、消肿、抗组织胺作用。Mg 是人体内一种必需的常量元素,被称为“人体健康催化剂”,参与人体内有机物转化的重要环节—三羧酸循环,如果缺 Mg,使人产生疲乏、易激动、心跳加

快,Mg 还可刺激抗毒素的生成,故 Ca、Mg 两种离子可以起到解毒的作用^[7]。

实 验 部 分

1 实验仪器

5100TC 火焰原子吸收分光光度计及配套设备(PE 公司生产);AEL-160 电子分析天平(日本岛津);DGB/20-002 台式干燥箱(重庆试验设备厂生产)。

2 试剂与标准溶液

Fe、Cu、Mn、Zn、Na、Pb、K、Ca、Mg、Cr 标准溶液(光谱分析溶液标准物质,核工业北京化工冶金研究院生产)配制所需系列浓度。硝酸(优级纯,北京化工厂生产),高氯酸(优级纯,北京化工厂生产)。

3 样品采集

所有样品均采自谷城县五山镇,其中茶叶为现场炒制;茶树叶为茶树上的老叶子;土壤为供茶树生长的土壤。

表 1 火焰法的测试条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	乙炔压力 (kg/cm ²)	乙炔流量 (L/min)	空气压力 (kg/cm ²)	空气质量 (L/min)
Fe	248.3	0.2	10.0	0.30	2.3	1.6	10
Cu	324.3	1.3	7.5	0.30	2.3	1.6	10
Mn	279.6	0.4	7.5	0.30	2.3	1.6	10
Zn	213.8	1.3	10.0	0.20	2.0	1.6	10
Na	589.0	0.4	10.0	0.250	2.2	1.6	10
Pb	283.3	1.3	7.5	0.30	2.3	1.6	10
K	766.5	1.3	10.0	0.30	0.3	1.6	10
Ca	422.7	0.4	7.5	0.30	0.3	1.6	10
Mg	285.2	1.3	7.5	0.20	0.2	1.6	10
Cr	228.8	0.7	10	0.30	2.0	1.6	10

表 2 谷城五山“玉皇剑”茶叶、茶树叶和土壤中微量元素含量(mg/ L)

	Fe	Cu	Mn	Zn	Na	Pb	K	Ca	Mg	Cr
茶叶	1.56	0.16	8.20	0.74	1.03	0.20	14.1	22.5	14.1	0.07
茶树叶	2.67	0.18	10.8	0.80	1.03	0.25	21.5	17.0	9.2	0.11
土壤	2.19	0.29	1.00	1.26	1.15	0.47	6.38	0.35	14.8	0.31

4 样品前处理

以上 3 种样品烘干后各准确称取 0.5000 g, 分别置于坩埚中, 各加 5.0 ml 硝酸加热至溶解, 冷却, 再加入 3.0 ml 高氯酸和 3.0 ml 硝酸, 加热至沸腾, 重复 3 次, 至结晶, 结晶物加入 20.0 ml 硝酸溶解, 过滤, 冷却, 将全部的滤液移入 50 ml 容量瓶中定容, 摇匀, 即得到待测的样品。

5 样品中微量元素的测定

实验中我们采用原子吸收光谱法测定上述 3 种样品中微量元素含量。实验条件如表 1。因为在火焰中钙与铝、钛、硅等元素共存生成热稳定性强的二元化合物, 妨碍钙的挥发, 在空气—乙炔火焰中硅、铝还降低镁的吸收, 采用将火焰调高的方法, 消除干扰^[8]。

结果与讨论

按测试条件表 1 移取一定量的试样溶液进行测定, 每个样品测 3 次以上, 取平均值, 其结果见表 2。

1 采用标准加入法对本法进行考察

准确称取样品 0.5000 g, 加入一定量的标准溶液, 按试样消化步骤消化, 定容 100 ml 后, 上机测定, 测得其回收率为 95.4%~105.6%。结果表明本方法切实可行^[9]。

2 Mn、K、Ca、Mg 含量较高

从表 2 可以看出, 茶叶中含有多种微量元素而且含量丰富, 特别是 Mn、K、Ca、Mg 含量较高。

3 茶树是高富锰和钙的植物

从表 2 可以看出与土壤中 Mn 和 Ca 的含量相比, 茶叶中 Mn 和 Ca 的含量分别为 8.2 倍和 64.29 倍; 茶树叶分别为 10.8 倍和 48.57 倍。

4 茶叶中对人体有害元素 Pb 的含量较低

有害元素 Pb 低于国家标准含量(国家标准含量应低于 2×10^{-6} ^[10]), 而且从数据上看, 茶树叶中的 Pb 含量大于茶叶的含量, 有可能越是嫩叶, Pb 的含量越低。

5 土壤中, 茶树叶和茶叶中 Na 的含量相差不大, 特别是在茶树叶和茶叶中含量几乎没有区别。

6 茶叶中 Mn、Zn 含量都比较高

与有“水果之王”之称的猕猴桃相比, Mn 含量远远高于猕猴桃中 Mn 含量(1.10×10^{-6}), Zn 含量略低于猕猴桃中 Zn 含量(0.98×10^{-6})^[11], 老年人易缺乏 Mn 和 Zn, 所以老年人多饮用茶水对身体好处多。

7 结 论

火焰原子吸收方法测定微量元素含量准确、快捷。茶叶、茶树叶和土壤中微量元素含量存在一定关系。茶树是富 Mn 和 Ca 植物; 茶叶中富含 Mn、K、Ca、Mg 等元素, 有害元素 Pb 含量亦低于国家标准, 多饮茶叶有利身体健康。

参考文献:

- [1] 吕兰薰. 微量元素与中药[J]. 陕西中医学院学报, 1988, 11(3): 33 - 38
- [2] 敖书华. 中药微量元素的研究概况及方向[J]. 中国药理学杂志, 1992, 27(8): 457 - 459
- [3] 贾宏育, 葛嘉峰, 史经杰. 中药微量元素的研究概述[J]. 中医药学报, 1996, 2: 62 - 63
- [4] 张青云. 微量元素与中药[J]. 陕西中医学院学报, 1998, 11(3): 33 - 38
- [5] 李增禧. 铁是生命攸关的微量元素[J]. 广东微量元素科学, 1996, (4): 45 - 48
- [6] 范子龙. 含微量元素的中药对老年痴呆病的治疗[J]. 广东微量元素科学, 1994, (6): 67 - 68
- [7] 孙 磊, 贾俊梅, 李秀珍. 仙鹤草微量元素的测定方法[J]. 微量元素与健康研究, 2000, 17(6): 43
- [8] (德)鲁道夫·博格. 谢长生译. 分析化学分解方法手册[M]. 贵阳: 贵州人民出版社, 1982. 244
- [9] 张奇凤. 原子吸收测定江西 10 种中成药[J]. 光谱学与光谱分析, 1999, 19(2): 203 - 205
- [10] 黄伟坤. 食品检验与分析[M]. 北京: 轻工业出版社, 1980. 57
- [11] 刘建军. 中华猕猴桃微量元素测定分析[J]. 广东微量元素科学, 2001, 8(4): 66 - 69

塞曼石墨炉原子吸收法测定水产品中的铬^①

王海涛^② 蔺玉华^③ 卢 玲 耿龙武 战培荣 王 崇

(黑龙江水产研究所 哈尔滨市道里区松发街 43 号 150070)

摘 要

研究了石墨炉原子吸收法测定的方法, 对多种方法比较研究得出, 样品经过干法灰化, 以硝酸溶解未消解完全的样品, 用硝酸镁作基体改进剂, 利用塞曼扣背景技术, 热解平台石墨管进行测定, 线性范围为 $2.5-50\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, 回收率为 90%—103%, 相对标准偏差为 6.8%。

关 键 词 铬, 石墨炉原子吸收法, 水产品。

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2003)06-0955-04

1 前言

铬是水环境传统的污染元素之一, 水生生物对铬有很强的富集作用, 鱼类对铬的富集系数为 2000, 生活在含铬废水里的鱼类, 体内铬含量高达 40mg/kg 。铬广泛的分布在鱼的肌肉和消化器官内, 长期食用含铬的鱼肉, 铬会在人体内蓄积富集而引起癌症, 贫血等疾病^[1, 2, 8, 9]。随着我国经济的发展, 水产品已经成为人们食物的重要组成部分, 也是进出口贸易的重要部分, 所以对水产品中铬的检验要求也愈加严格, 近年来, 关于铬的测定方法常见报道^[1-14], 主要有原子吸收法、二苯碳酰二肼分光光度法、极谱法、容量法、电感耦合等离子体发射光谱法、反应堆中子活化法, 但是, 二苯碳酰二肼分光光度法和容量法的精密度较低, 而其他几种方法过于繁琐而且有仪器并不常见的缺陷, 不适合大批量样品的检测, 应用塞曼扣背景技术石墨炉原子吸收法, 选择干法消解样品, 用硝酸镁作基体改进剂^[8, 10], 测定鱼体中总铬, 效果令人满意, 而且仪器比较常见, 所以应用本方法检测水产品中的总铬有较高的实用价值和推广前景。

2 材料与方法

2.1 材料

2.1.1 仪器与设备

AA800 型原子吸收分光光度计配有 A-S 800 自动进样器、THGATM 全计算机控制横向加热石墨炉原子化器、ZEEMAN 纵向扣背景校正仪以及铬空心阴极灯(美国 Perkin-Elmer 公司制造); DS-200 型微型高速试样粉碎机(江苏省江阴市科学仪器厂); METTLER-TOLEDO AG285 型全自动校准电子分析天平(上海梅特勒托利多仪器有限公司); RJM-2810 型马弗炉(沈阳电炉厂); HAIHE-201 型电热恒温干燥箱(天津市实验仪器厂)。Milli-Qplus 型纯水器(millipore SA。

① 基金项目: 农业部行业标准项目 0318

② 联系人, 电话: (0451) 84847424

③ 通讯作者, 电话: (0451) 84861326; (0451) 84862298; E-mail: linyuhua@sohu.com

作者简介: 王海涛(1982—), 男, 哈尔滨市人, 黑龙江水产研究所实习研究员, 从事渔业生态环境检测和水产品质量检测研究。

收稿日期: 2003-08-16

FRANCE)

2.1.2 药品与试剂

重铬酸钾(优级纯,南京化学试剂一厂);去离子水(电阻率大于 18,000,000 $\Omega \cdot \text{cm}$);盐酸(优级纯,南京化学试剂一厂);硝酸(优级纯,南京化学试剂一厂);硝酸镁(优级纯,南京化学试剂一厂)。

2.1.3 实验材料

实验材料为鲜鱼,去离子水洗净,用滤纸吸干表面水分,取可食用部分用试样粉碎机粉碎、并充分匀浆。

2.2 实验方法

2.2.1 仪器工作参数及升温程序

光谱仪的工作参数见表 1。

仪器的升温程序见表 2。

2.2.2 标准溶液的配制

铬标准储备液:准确称取重铬酸钾 2.2829g,溶于 1000mL 高纯水中,此溶液浓度为 $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$;铬标准使用液:由标准储备液用 1% 硝酸稀释至 $50\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ (m/V 以铬含量计)。

2.2.3 试样的预处理

方法 1,2 准确称取经过充分匀浆的样品 7—8g,置于事先干燥恒重的瓷坩埚中,放入 105℃ 的恒温干燥箱中蒸干,并转入 250℃ 的马弗炉中,低温炭化 2—3h,至样品完全炭化,升温至 500℃,连续加热 8—10h,此时残渣应为灰白色或白色,如仍有部分成黑色,采用以下两种方法溶解。方法 1:加入 1mL 浓盐酸在电炉上蒸干,重新放入马弗炉消解至完全,并定容到 100mL 容量瓶中^[3-8]。方法 2:加入 1mL 浓硝酸在电炉上蒸干,重新放入马弗炉消解至完全,并定容到 100mL 容量瓶中^[3,4,6]。

方法 3(湿法消解):准确称取经过充分匀浆的样品,匀浆平铺于 100mL 的锥形瓶底部,同时作空白。样品和空白同时加入 5mL 浓硝酸盖上表面皿,在通风橱中加热蒸干到 1mL 左右,再加入 5mL 硝酸和 2mL 高氯酸,加热消解至完全。过滤定容到 100mL,待测^[3,7,9]。

3 结果

3.1 线性关系

取 $50\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 铬标准使用液,以 0.2% 的硝酸作为稀释剂,在线自动稀释成 $30\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $20\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $10\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的标准系列,进样 20 μL ,同时进 5g/L 硝酸镁 3 μL 作为基体改进剂,应用 ZEEMAN 扣背景法扣除背景,以表 1、表 2 所示的工作条件测定样品吸光度对样品浓度作校准曲线(图 1),在 $2.5\text{—}50\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 呈良好的线性关系,相关系数为 0.9996。

3.2 几种前处理方法的精密度及回收率比较实验

加入含铬 2 μg 的标准物质,分别按 2.2.3 所列前处理方法进行回收率及精密度实验,测定结果(表 4)。

3.2.1 试剂空白比较

试剂空白方法 3 > 方法 1 > 方法 2,方法 3 试剂空白最大为 0.925;方法 2 试剂空白值最小为 0.030,所以在湿法消解过程中由于加入试剂种类和量均较多,容易引入干扰物质而影响测量精度

表 1 光谱仪工作参数

测定元素	灯电流 (mA)	分析线 (nm)	光谱通带 (nm)	载气流量 (mL·min ⁻¹)	进样量 μL
铬	10	357.9	0.7	250	20

表 2 石墨炉升温程序

升渐步骤	温度(℃)	升温时间(s)	保持时间(s)
干燥	110	1	25
	130	5	25
灰化	1500	10	20
原子化	2300	0	5
清洗	2450	1	3

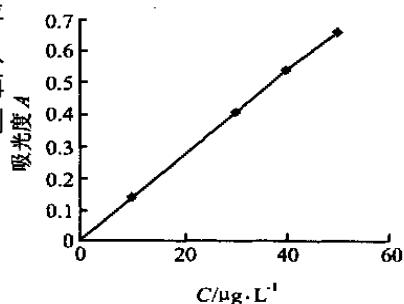


图 1 铬的校准曲线

和准确性, 而干法消解引起的污染远远小于湿法(表 3)。

3.2.2 回收率和精密度比较

分别对 3 种前处理方法处理过的试样进行精密度实验, 得到相对标准偏差方法 3> 方法 1> 方法 2, 方法 1 相对标准偏差最低为 4.5% 明显低于方法 3 的 10.5%, 说明干法在重现性和稳定性要好于湿法, 方法 2 相对标准偏差小于方法 1, 说明硝酸溶样法要好于盐酸溶样法。分别对 3 种前处理方法处理过的试样进行回收率实验,

得出回收率方法 2> 方法 3> 方法 1, 方法 2 回收率最高值为 92.2%, 其次为方法 3 值为 84.5%, 方法 1 最低值为 83.2%。说明硝酸对铬的溶解效率高于盐酸, 干法优于湿法(表 3)。

3.3 方法的灵敏度实验

IUPAC(国际理论化学和应用化学联合会)规定光谱学中灵敏度计算公式为:

$$S = C \times V \times 0.0044/A$$

其中: C ——浓度(g/mL);

A ——吸光度;

V ——进样体积(mL)。

按测定标样方法测定同一试样 7 次, 得到吸光度和浓度值(表 4)。

计算得该方法的灵敏度为 6.37×10^{-9} g/L

3.4 本方法的应用

用本文确立的实验方法对黑龙江地区几种淡水鱼类肌肉、鳃、肝、肠的铬含量测定, 分析结果(表 5)。

4 讨论

4.1 前处理方法的确定

对样品的前处理时, 选择干法消解方法 2, 而不是湿法消解, 是因为干法消解所用的试剂种类少, 消耗量小, 不易引起试剂污染, 且回收率精密度都较高。

4.2 基体改进剂的确定

选择硝酸镁作为基体改进剂是因为硝酸镁的加入使样品中大量的氯化物转化为易挥发物质, 在原子化之前挥发除去, 降低了背景吸收, 对铬的吸收信号有较大的改善。

5 结论

实验结果表明, 应用干法消解样品, 用硝酸镁做基体改进剂塞曼石墨炉原子吸收法测定水产品中的总铬, 有较高的精密度、回收率和灵敏度, 较低的检出限, 方便快捷, 适合大批量样品的测定, 可以满足水产品中总铬的测定要求。

参考文献

[1] 郝瑞荣, 韩俊文. 动物营养必需微量元素铬的研究进展[J]. 四川畜牧兽医, 2002, 29(137): 52—56.

表 3 回收率精密度实验

样品	加标量 (μg)	加标测得值(μg)		
		方法 1	方法 2	方法 3
试剂空白	-	0.526	0.030	0.925
1	2.000	1.762	1.757	1.751
2	2.000	1.759	1.873	1.876
3	2.000	1.872	2.001	1.972
4	2.000	1.998	1.929	2.203
5	2.000	1.927	1.859	1.694
平均值	2.000	1.864	1.944	1.899
平均回收率(%)	-	83.2	92.2	84.5
相对标准偏差(%)	-	5.5	4.5	10.5

表 4 方法灵敏度实验

试样号	吸光度	浓度($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
1	0.1108	8.310
2	0.1083	8.125
3	0.1023	7.675
4	0.0989	7.423
5	0.0947	7.108
6	0.0921	6.912
7	0.1054	7.907
平均值	0.1055	7.637
RSD(%)	6.8	6.8

表 5 鱼体内铬的含量 (mg/kg)

鱼类	肌肉	鳃	肝	肠
鲤鱼	0.1018	0.3238	0.1450	0.4584
草鱼	0.2471	0.3859	0.2041	0.0949
鲢鱼	0.1920	0.3545	0.1832	0.2370
虹鳟	0.2096	-	-	-
长春鳊	0.0880	-	-	-

- [2] 戴寅, 王叔淳, 杨惠芬. 食品卫生理化检验手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997. 146—150.
- [3] 武汉大学. 分析化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 1995. 518—520.
- [4] Hill A D. 一种消化生物样品的干湿结合法[J]. 刘震凤译. 分析化学译刊, 1987, 4(1): 57—59.
- [5] J. E 坎特尔. 原子吸收光谱分析[M]. 黄德玲译. 北京: 科学文献出版社, 1990. 49—50.
- [6] 崔静. 石墨炉原子吸收法测定动物组织中痕量铬的研究[J]. 辽宁大学学报自然科学版, 1995, 22(2): 68—70.
- [7] 邱洪久, 刘阳, 张巍. 原子吸收光谱分析中的溶样方法研究现状[J]. 光谱实验室, 1994, 11(6): 13—18.
- [8] 刘素云, 战新华. 塞曼石墨炉原子吸收法测定蔬菜水果及肉制品中铬和钴[J]. 农业环境和发展, 1996, 13(1): 8—12.
- [9] 孟立红, 张丙春, 王磊等. 微量元素的检测方法[J]. 中国饲料, 2001, 15(11): 21—22.
- [10] 高振宗, 晋玉霞, 马玲等. 石墨炉测定生物样品中痕量铬的基体比较研究[J]. 陕西师范大学学报, 1998, 26(3): 74—77.
- [11] 潘海燕, 丁清波, 陆梅. 石墨炉原子吸收法测定粮食中的总铬[J]. 淮阴工学院学报, 2001, 10(5): 63—64.
- [12] 李述信. 无火焰原子吸收中的干扰[M]. 北京: 北京大学出版社, 1987. 314—350.
- [13] 高丕英, 冯若兰, 江向东. 溶膜富集石墨炉吸收光度法测定痕量铬[J]. 华东理工大学学报, 1998, 24(4): 488—493.
- [14] 孔庆安, 吴奇藩, 林罗发等. 活性氧化铝富集火焰原子吸收法测定铬(III)和铬(VI)[J]. 分析测试学报, 1996, 15(4): 74—76.

Determination of Cr in Aquatic Products by GFAAS

WANG Hai-Tao LIN Yu-Hua LU Ling GENG Long-Wu ZHAN Pei-Rong WANG Chong

(Heilongjiang Fisheries Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Harbin 150070, P. R. China)

Abstract

A method of the determination of total chromium in aquatic products is described, using dry ashing as digestion technique. $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ was used as a modifier in this method and the background was eliminated by Zeeman effect. The linear range is from $2.5 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ to $50 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ with a recovery of 90%—103% and RSD of 6.8%.

Key words Chromium, Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy, Aquatic Products.

本期论文发表周期一览表

(出版日期: 2003 年 11 月 25 日)

论文作者	论文收到日期	论文发表周期	论文作者	论文收到日期	论文发表周期
郝志峰等	2003-09-16	2 个月又 9 天	徐琳等	2003-06-23	5 个月又 2 天
孟耀勇等	2003-05-13	6 个月又 12 天	邹玲媛等	2003-05-23	6 个月又 2 天
卢嘉春等	2003-09-29	1 个月又 26 天	苏界殊等	2003-05-30	5 个月又 25 天
林旭聪等	2003-09-08	2 个月又 17 天	林建原等	2003-06-02	5 个月又 23 天
杨之文	2003-01-19	10 个月又 6 天	陈松等	2003-05-13	6 个月又 12 天
李俊芬等	2002-03-13	20 个月又 12 天	杨左军等	2003-04-19	7 个月又 6 天
喻凌寒等	2002-04-08	19 个月又 17 天	刘江晖等	2003-04-27	6 个月又 28 天
丁莉华等	2002-03-13	20 个月又 12 天	高良豪等	2003-05-09	6 个月又 16 天
董学畅等	2002-10-04	13 个月又 21 天	孙武勇等	2003-05-04	6 个月又 21 天
黄运瑞等	2003-04-18	7 个月又 7 天	常春等	2003-05-02	6 个月又 23 天
袁明华等	2003-04-09	7 个月又 16 天	王东丹等	2003-05-12	6 个月又 13 天
孙爱玲等	2003-03-12	8 个月 13 天	沙沂等	2003-05-10	6 个月又 15 天
刘清福等	2003-03-21	8 个月又 4 天	曹书霞等	2003-05-11	6 个月又 14 天
钟志光等	2003-04-15	7 个月又 10 天	马晓刚等	2003-05-12	6 个月又 13 天
牟仁祥等	2003-04-24	7 个月又 1 天	孙曙光等	2003-05-15	6 个月又 10 天
吴少尉等	2003-04-09	7 个月又 16 天	许文林等	2003-05-17	6 个月又 8 天
张红等	2003-02-21	9 个月又 4 天	陈松	2003-09-17	2 个月又 8 天
宣春生等	2003-04-24	7 个月又 1 天	郑洪等	2003-05-19	6 个月又 6 天
何松涛等	2003-04-23	7 个月又 2 天	洪军等	2003-05-12	6 个月又 13 天
粟智	2003-01-02	10 个月又 23 天	徐增芹	2003-05-25	6 个月
周媛等	2003-07-01	4 个月又 24 天	王欲天等	2003-05-21	6 个月又 4 天
凡金龙等	2003-06-27	4 个月又 28 天	赵登山	2003-06-18	5 个月又 7 天
邓跃全等	2003-06-18	5 个月又 7 天	王海涛等	2003-08-16	3 个月又 9 天
林福兰等	2003-07-05	4 个月又 20 天			

微波消化——火焰原子吸收法测定 营养饮品高乐高中钙的含量

胡宇东, 陈新焕

(湖南省出入境检验检疫局, 长沙 410007)

摘要: 采用微波消化技术消化样品, 用火焰原子吸收法测定高乐高中钙的含量。吸光值与溶液中钙浓度在 0 ~ 8.0 mg/L 范围内呈线性关系, 相关系数 0.9993, 检出限 0.02 mg/L, 回收率 98.0% ~ 102.2%, 方法准确, 快速。

关键词: 钙; 火焰原子吸收法; 微波消化; 营养饮品高乐高

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-5320(2003)06-0046-02

The determination of calcium in nutritional beverage by AAS after microwave digestion

HU Yu-dong, CHEN Xin-huang

(Hunan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Changsha 410007, China)

Abstract: The microwave digestion technique was used in the direct determination of calcium in nutritional beverage - Gaolegao. Linear relationship held over the range of 0 ~ 8.0 mg/L for calcium concentration with coefficient of 0.9993, the limit of detection is 0.02 mg/L, the recovery is 98.0% ~ 102.2%. The method is proved to be accurate, simple and rapid.

Key Words: calcium; AAS; microwave digestion; nutritional beverage Gaolegao

钙大约占人体成分的 2%, 钙不仅维持骨骼和牙齿的构型与强度, 同时保证了心脏和肌肉收缩的正常。钙是身体的构造者又是身体的调节者。缺钙将可能导致严重的疾病。研究表明成人每天必须从膳食中获得不低于 800 mg 钙, 其中 40% 被人体吸收, 也就是 320 mg 钙, 同时人体通过代谢排出约 320 mg 钙^[1]。因为钙对于人体的重要性, 大多数的营养品都需要测定其钙的含量。对于钙的测定, 目前主要采用湿法或干法消化样品后用火焰原子吸收法测定。本实验采用微波消化技术消化样品, 结果准确, 快速, 简便。

材料与方法

1 仪器和试剂

PE3300 原子吸收分光光度计(美国 PE 公

司), 钙空心阴极灯。

MDS-2000 微波消化系统(美国 CEM 公司)。

钙标准储备液: 1.0 mg/ml (国家标准物质中心)。钙标准使用液: 用盐酸(2%) 将钙标准储备液稀释到 100 µg/ml。

2% 镧溶液: 称取 25 g 氧化镧(纯度大于 99.9%) 加入 75 ml 盐酸溶解, 转入 1000 ml 容量瓶中, 用去离子水定容到刻度。

硝酸为优级纯, 过氧化氢等试剂为分析纯, 实验用水为去离子水。

2 仪器工作参数

波长 422.7 nm, 狭缝 0.7 nm, 空气乙炔流量比 5:1, 氘灯校正背景。

3 样品溶液的制备

称取 0.500 g 样品于微波消化罐中, 加硝酸 5.0 ml, 放置过夜后加入过氧化氢 1.5 ml, 再浸泡 30 min。连接好消解装置并放入微波消化炉中, 按

收稿日期: 2003-07-14 修回日期: 2003-07-21
作者简介: 胡宇东(1972-), 男, 湖南岳阳市人, 工程师, 本科, 专业方向: 化学分析。

以下程序将样品消解至无色透明:60 psi(相当于 4 atm)处消化 10 min;100 psi 处消化 10 min;150 psi 处消化 15 min。消解程序执行完毕后取出转盘,冷却,开罐,将罐内试液用尖嘴吸管转移至 50 ml 容量瓶中,用适量水多次洗涤消化罐,洗液并入容量瓶中,加水至刻度,摇匀。同时做试剂空白试验。然后分别从定容后的样品及空白溶液中移取 1 ml 置于 25 ml 容量瓶中,分别加入 6.25 ml 2% 镧溶液,再加水至刻度。

4 测定

移取 0, 0.500, 1.000, 1.500, 2.000 ml 钙标准使用溶液(相当于 0, 50.0, 100.0, 150.0, 200.0 μg 钙)置于 50 ml 容量瓶中,再分别加入 12.5 ml 2% 镧溶液,用水稀释定容至刻度,混匀。此系列标准及样品溶液中的镧的含量相当于 0.5%。将钙系列标准溶液,试剂空白溶液,样品溶液分别导入火焰原子化器进行测定,绘制标准曲线,求得样品溶液中的钙含量。

结果与讨论

1 测定介质的影响

在国家标准 GB12398 - 90(食品中钙的测定)中要求使用 2% 镧溶液而且要求使用的氧化镧的纯度在 99.99% 以上。事实上 99.99% 的氧化镧难以买到且价格较 99.9% 的氧化镧较贵,且实验表明钙的浓度在 0 ~ 4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的范围内而镧的浓度在 0.5% ~ 2% 范围内时,钙的吸光值随着介质中镧含量的降低而升高,同时试剂空白的吸光值随着介质中镧含量的升高而降低,吸光值的变化范围在 5% 以内。综合考虑以上因素,选择溶液中镧的浓度为 0.5%,和使用 99.9% 氧化镧是经济而适用的方法。

2 样品消化方法的选择

对于食品及其相关产品中钙的测定,国家标

准^[2]有两种消化方法:干法和湿法。从理论上这两种方法都是可以的。但在实际的操作中这两种方法都有一定的缺点。湿法消化要使用 20 ~ 30 ml 混和酸(高氯酸 + 硝酸)在电炉上加热挥发近干导致试剂空白升高,劳动强度加大,一次只能处理少量样品,并且由于钙的广泛存在,实验时须同时处理两份以上的空白来确保空白的准确。干法消化需要长时间灰化,灰化完成后有残渣留下,则可能导致转移时出现残渣黏附在坩埚壁上的损失和灰化时的挥发性损失。实验表明由于操作上的原因,同一样品干法消化和湿法消化的钙的结果的平均值分别较微波消化的平均值低 5% 和 10%。由于营养饮品(如高乐高、奶粉等)标识上钙的含量一般在 500 mg/100g 左右,如此范围的误差在乘以稀释倍速后可能会导致争议。

3 微波消解条件的选择

作为营养饮品的一类样品属于微波消化方法容易消解的范围,微波消解的湿法溶样体系以硝酸—过氧化氢体系为最佳,所以本实验采取该体系。根据样品量和样品个数的多少适当的调整消解的压力和消解的时间长短能够得到理想的消解效果。一般采用消解压力由低至高的安排能够保证消解的完全和实验的安全。

4 线性范围、检出限和回收率实验

吸光值与钙浓度在 0 ~ 8.0 mg/L 范围内呈线性关系,相关系数 $r = 0.9993$ 。以 3 倍空白标准偏差计算,方法的检出限为 0.02 mg/L。向测试样品中添加适量的钙标准溶液,按样品分析过程测定钙含量,回收率为 98.0% ~ 102.2%。

参考文献:

- [1] A.H 恩斯明格.食物与营养百科全书.第 4 分册
- [2] 中华人民共和国国家标准. GB12398 - 90

• 实验技术与方法 •

微波消化石墨炉原子吸收法测定鱼样中痕量硒

周 珊 北京市卫生防疫站 (100013)
Nelson Belzile Yuwei Chen 加拿大 Laurentian 大学

微量元素可以通过自然和人为过程进入环境。水环境的污染问题已经被重视多年,然而,微量元素在水生物,尤其是鱼类中的蓄积因其可以引起对水生物的直接毒性及可以通过蓄积对人体健康产生不良影响而受到更多的重视。^[1]

硒是一种极为独特的元素,因为它在正常水平对人体有益,是人体必需元素,然而在特定情况下,硒浓度有时只高于正常水平 10 倍即可危害水生物,继而对人体健康产生负面影响。^[2]因此检测水生物中的硒元素水平具有一定的卫生学意义。

由于硒元素的挥发性及其痕量存在的特性,在做试样处理时需要特别小心。微波消化法的特点在于,待测定试样置于密闭容器中,以此避免挥发性试样散失;且消化在高温高压下进行,可以保证复杂化学成分的全部消解转化。经过微波消化处理后生物试样中的硒可以通过多种分析仪器测定。^[3,4]石墨炉原子吸收法作为元素分析的强有力工具,因其操作简便和高灵敏度被应用于本研究硒的测定。

本研究建立了微波消化鱼试样,石墨炉原子吸收法测定硒的分析方法,方法的准确度,精密度经测试加拿大国家级标准参考物验证,获得满意结果。

1 实验方法

1.1 试样采集与预处理 鱼试样从加拿大安大略省萨德伯里的雷梦瑟湖中采集。取背部鱼肉试样适量,储存在酸处理过的塑料袋中于 -100℃ 冷冻保存。本研究所有容器、工具等均以酸处理,即在 10% 硝酸中浸泡 24 h 以上,双蒸水淋洗干净,室温挥干,或在 30℃~40℃ 烘箱中烘干。试样操作台及工作区用特氟龙膜覆盖保持洁净。鱼试样以冷冻干燥方式进行处理防止硒元素挥发。待试样干燥后转入研钵中碾碎成粉末,储于棕色瓶保存。

1.2 消化步骤

所有消化用酸及预处理试剂均痕量金属级(飞世尔公司提供),其它化学试剂为分析纯。干燥的鱼肉试样与标准参考物质(加拿大国家研究院提供)经微波消化处理。选择适当试剂组合及消化功率进行消化效率实验。所有试样及标准参考物质均加入 2 mL 浓硝酸,在 200 W 下微波消化 1 min,再在 1 000 W 下消化 6 个 30 s,待冷却后以双蒸水定容至 25.00 mL。

1.3 分析测定

表 1 微波消化条件

微波消化程序	测定硒平均回收率 % (n = 6)
200 w 1 min;500 w 2 个 30 s	73
200 w 1 min;500 w 10 个 30 s	76
200 w 1 min;500 w 2 个 30 s;1000 w 2 个 30 s	88
200 w 5 min;500 w 2 个 30 s;1000 w 2 个 30 s	93
200 w 5 min;500 w 4 个 30 s;1000 w 2 个 30 s	101
200 w 10 min;500 w 2 个 30 s;1000 w 2 个 30 s	97
200 w 1 min;1000 w 4 个 30 s	88
200 w 1 min;1000 w 6 个 30 s ⁽¹⁾	101 ⁽¹⁾

注:(1)为选定微波消化条件:200 w 1 min;1000 w 6 个 30 s

硒定容后溶液以 PE 公司 5000 型原子吸收分光光度仪(塞曼背景扣除)进行分析测定,石墨炉条件见结果与讨论。

2 结果与讨论

2.1 微波消化条件 微波消化时间和功率对于试样的完全消化和避免挥发性元素损失至关重要,本研究以省时,并保证试样回收率为前提,选定了微波消化条件如下:

2.2 石墨炉条件 经优化实验条件,选定石墨炉测试参数,测定波长:196.3 nm;狭缝:0.1 nm;除干扰液:1 000 mg/L 硝酸镍以 1:1 等体积与测试液混合加入石墨管测定。

2.3 方法的精密度和准确度 微波消化效率及石墨炉原子吸收法测定硒元素的准确度和精密度,经检验加拿大国家科学研究院提供的标准参考物质分析验证,并通过测试实际鱼试样获得,结果见表 3。

表 2 石墨炉原子吸收法
测定硒元素仪器条件

仪器参数	硒元素
进样体积 μL	20 ~ 30
干燥温度 $^{\circ}\text{C}$	110
干燥时间 s	60
灰化温度 $^{\circ}\text{C}$	800
灰化时间 s	30
原子化温度 $^{\circ}\text{C}$	2500
原子化时间 s	10

3 结论

微波消化石墨炉原子吸收法测定鱼类试样中痕量硒简单、快速、有效,使用微波消化可有效分解试样中复杂硒化合物,并可防止挥发性硒元素的损失;石墨炉原子吸收法作为元素分析的强有力分析手段被有效应用;本研究方法的精密度、准确度得到了测试认可,证实本方法可行。

致谢:本研究获得加拿大国家自然科学基金和 Laurentian 大学研究基金资助,特此致谢,并感谢安大略省自然资源部 J M Gunn 及其研究组为本研究提供鱼样采集,同时感谢北京市卫生防疫站康君行老师对本稿审查及提出改进意见。

4 参考文献

1 Fergusson J E. The heavy elements: chemistry, environmental impact and health effects. Pergamon Press, Oxford 1990

2 Frankenberger W T, Benson S M. (Eds) Selenium in the environment. Marcel Dekker Inc, New York, 1994

3 Alfassi Z B. (Ed) Determination of trace elements, VCH Publ, Amsterdam 1994

4 Herber R F M, Stoppler M. (Ed) Trace element analysis in biological specimen, Elsevier, Amsterdam, 1994

表 3 石墨炉原子吸收法测定标准参考物质
中硒元素的方法准确度 $\mu\text{g/g}$

标准参考物质	DORM - 2(参考物质 1) 硒	TORT - 2(参考物质 2) 硒
标定值	1.40 $\pm$ 0.09	5.63 $\pm$ 0.67
测定值	1.37 $\pm$ 0.06	5.66 $\pm$ 0.33
测定次数	6	13
平均回收率 %	98	101

表 4 微波消化石墨炉原子吸收法测定
鱼试样中硒元素的方法的精密度 %

测定件数 (每个试样测定 6 次)	21	12
平均 RSD	4.0	2.0
RSD 范围	0 ~ 12.8	0 ~ 4.4

实验技术

微波消解 - 火焰原子吸收法直接
测定出口动物肝中镉含量

陈新焕, 袁智能, 傅 明, 陈 燕, 胡宇东, 杨万彪

(湖南省出入境检验检疫局, 长沙 410007)

摘要: 采用微波技术消解样品, 用火焰原子吸收法直接测定了出口动物肝中的镉含量。吸光值与镉浓度在 0~1.8 mg/L 范围内呈线性关系, 相关系数 0.9997, 检出限 0.003 mg/L, 回收率 97.6%~101.2%, 相对标准偏差不超过 3.7%。方法准确, 操作简便、快速。

关键词: 镉; 火焰原子吸收法; 微波消解; 动物肝

文献标识码: A 文章编号: 1005-5320(2001)02-0063-02

镉是 1973 年 FAO/WHO 所确定的第三位优先研究的食品污染物, 仅次于黄曲霉毒素和砷, 其在机体中的蓄积量以肝、肾最多。关于进口动物肝中的镉含量, 欧盟 96/23EC 等法规明确要求不得超过 1.0 mg/kg。对于食品中微量元素镉的测定, 目前主要用石墨炉原子吸收光谱法、萃取-火焰原子吸收光谱法、比色法^[1]。本实验提出用 HNO_3 - H_2O_2 体系以微波技术消解样品, 采用火焰原子吸收光谱法不萃取直接测定猪肝、牛肝等出口动物肝中的镉含量, 结果满意, 方法准确度高, 操作简便、快速。

材料与方 法

1 仪器和试剂

PE3300 型原子吸收分光光度计(美国 PE 公司), 配有 FAAS 计算机处理系统及镉空心阴极灯。

MDS-2000 微波消解系统(美国 CEM 公司)。

多功能食物搅拌器。

镉标准储备液: 1.0 mg/mL, 称取 1.0000 g 金属镉(99.99%), 溶于 20 mL 盐酸(1+1)中, 加 2 滴硝酸, 移入 1000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。

镉标准使用液: 用硝酸(0.8 mol/L)将镉标准储备液稀释至 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

硝酸为优级纯, 过氧化氢等试剂为分析纯, 实验用水为去离子水。

2 仪器工作参数

波长 228.8 nm, 狭缝 0.7 nm, 灯电流 10 mA, 原子化器高度 7 mm, 空气流速 6 L/min, 乙炔流速 0.8 L/min, 氘灯校正背景。

3 样品溶液的制备

称取 1.000 g 经多功能食物搅拌器搅碎的样品于微波消化罐中, 加硝酸 5.0 mL, 放置过夜后加入

过氧化氢 1.5 mL, 再浸泡 30 min。连接好消解装置并放入微波消化炉中, 按以下程序将样品消解至无色透明: 60 psi(相当于 4 atm)处消解 10 min, 150 psi 处消解 15 min。消解程序执行完毕后取出转盘, 冷却, 开罐, 将罐内试液用尖嘴吸管转移至 25 mL 容量瓶中, 用适量水洗涤消化罐, 洗液并入容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。同时做试剂空白试验。

4 测 定

吸取 0, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 mL 镉标准使用液(相当于 0, 1.25, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00 μg 镉)于 50 mL 容量瓶中, 用硝酸(0.8 mol/L)稀释至刻度, 混匀。将镉标准溶液、试剂空白液、样品溶液分别导入火焰原子化器进行测定, 绘制标准曲线, 求得样品溶液中的镉含量。

结果与讨论

1 测定介质及酸度的影响

试验表明, 镉在硝酸、盐酸介质中的吸光值基本一致, 考虑到试样消解, 本实验选择硝酸作为测定的介质。在 0.048~4.8 mol/L 范围内, 硝酸浓度对镉的测定没有明显影响。

2 样品消解方法的选择

测镉样品的消解方法主要有普通的湿式消解法和干灰化法, 前者虽有较高的回收率, 但试剂用量大, 且需使用混合酸; 而干灰化法不仅消化时间长, 样品难以消解彻底, 回收率也不很理想。本实验采用近年来发展迅速的微波溶样技术消解试样, 由于消解反应是在高压密闭容器内进行, 样品消解快速、完全、挥发损失小。

3 样品消解体系的选择

试验证明, 仅用硝酸较难达到理想的消解效果。

索有瑞^[2]、李赛君等^[3]在比较了多种湿法溶样体系后一致认为 HNO_3 - H_2O_2 为最佳消解体系。因此, 本实验选择 HNO_3 - H_2O_2 体系消解试样, HNO_3 、 H_2O_2 的用量分别为 5.0 mL、1.5 mL。

4 微波消解条件的选择

考察了消解压力、时间、功率等参数对消解效果的影响, 发现低压下动物肝中的有机物难以消解完全, 而压力过高容易引起酸气泄漏影响消解效果并缩短消化罐的使用寿命; 消解时间主要受控于设定的压力和消解样品的性质, 如压力低、样品组分复杂, 应适当延长消解时间; 微波功率则主要决定于同时使用的样品消化罐数量的多少, 参照仪器使用手册, 每减少(增加)1 个样品罐, 微波功率相应降低(提高)30 W(相当于 MDS-2000 功率的 5%)。本实验采用先低压后高压的程序, 既达到了样品的彻底消解, 又保证了实验的安全。

5 测定方式的选择

在镉的火焰原子吸收光谱测定方法中, 前人较多的是使之先与碘离子络合, 接着用 4-甲基戊酮-2(MIBK)萃取分离测定。该法由于进行了富集, 在提高了分析灵敏度的同时也消除了大部分常见金属离子的干扰, 但操作繁琐, 因用有机相进样, 火焰的稳定性差, 排液管等仪器配件容易出现老化现象。本实验提出不经萃取, 以水相进样直接测定出口动物肝中的镉含量。方法的灵敏度完全能够满足实际测定的需要, 因样品处理时稀释倍数大, 测定时又用氘灯校正背景, 试液中的共存离子不会对镉的测定造成干扰, 本法测定结果与萃取测定结果无明显差异(表 2)便是有力的佐证。由此可见, 采用火焰原子吸收光谱法直接测定出口动物肝中的镉含量完全可行, 既节省了试剂, 又缩短了分析时间。

6 线性范围及检出限

吸光值与镉浓度在 0~1.8 mg/L 范围内呈线性关系, 相关系数 $r=0.9997$ 。以 3 倍的空白标准偏

差计算, 方法的检出限为 0.003 mg/L。

7 回收率试验

向测试样品中添加适量的镉标准溶液, 按样品分析的过程测定镉含量, 回收率为 97.6%~101.2%(表 1)。

表 1 回收率试验 ($n=4$, μg)

样品号	加入量	回收量	回收率(%)
1	0.625	0.610	97.6
2	1.250	1.236	98.9
3	2.500	2.530	101.2

8 样品分析及方法验证

同时用本实验方法与萃取-火焰原子吸收光谱法对 4 个猪肝、4 个牛肝样品及国家标准物质 GBW(E)080193 牛肝中的镉含量进行了测定, 结果见表 2。

表 2 样品分析结果 ($n=4$, $\mu\text{g/g}$)

样品名称	本法结果	RSD(%)	萃取测定结果
猪肝 1 号	0.165	2.8	0.182
猪肝 2 号	0.852	2.1	0.839
猪肝 3 号	0.125	3.7	0.139
猪肝 4 号	0.503	1.9	0.524
牛肝 1 号	0.542	2.3	0.523
牛肝 2 号	0.582	1.6	0.568
牛肝 3 号	0.402	3.0	0.406
牛肝 4 号	0.147	3.2	0.160
080193 牛肝	0.381(标准值: 0.388)		/

由表 2 可见, 标准物质的测定值与参考值基本吻合, 进一步验证了方法的可靠性。相对标准偏差不超过 3.7%, 说明方法的精密度好。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家标准. GB/T 5009.15-1996
- [2] 索有瑞. 氢化- AFS 法测定青藏高原中草药中的微量砷、锑、硒和汞. 光谱学与光谱分析, 1997, 17(5): 103
- [3] 李赛君, 张完白, 王彤文, 等. 火焰原子吸收法测定人发中微量铈. 理化检验-化学分册, 1990, 26(2): 94

The direct determination of cadmium in animal liver for export by faas after microwave digestion

Chen Xinhuan, Yuan Zhineng, Fu Ming, Hen Yan, Hu Yudong, Yang Wanhao

(Hunan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Changsha 410007, China)

Abstract The microwave digestion technique was used in the direct determination of cadmium in animal liver for export. Linear relationship hold over the range of 0~1.8 mg/L for cadmium concentration with coefficient of 0.9997, the limit of detection was 0.003 mg/L, the recovery was 97.6%~101.2%, and the RSD was not more than 3.7%. the proposed method has been proved to be accurate, simple and rapid.

Key Words: Cadmium; FAAS; Microwave digestion; Animal liver

微波消解-石墨炉原子吸收法测定食品中硒

山西省太原市卫生防疫站(030012)

吕建民 王向纯

提 要 采用微波消解样品,以镍-硝酸镁作基体改进剂,石墨炉原子吸收法对食品中硒的测定进行实验。该方法的绝对灵敏度为 $30 \text{ pg}/0.0044 \text{ A}$,检出限为 6.5 ng/ml ,相对标准偏差为 6.6% ,样品加标回收率为 $88.6\% \sim 107.8\%$,应用于食品中硒的分析,结果令人满意。

关键词 微波消解 原子吸收法 硒 食品

现行的食品中硒的标准检验方法是荧光分光光度法和氢化物原子荧光光谱法^[1]。第一法操作繁琐,所用试剂 2,3-二氨基萘毒性大,且需进口,第二法原子荧光光度计在国内尚未普及。本文对食品中硒的石墨炉原子吸收法测定进行了探讨,采用微波消解样品,石墨炉原子吸收法测定食品中硒,取得满意结果。

1 材料和方法

1.1 仪器与试剂 (1)仪器:AAAnalyst100 型原子吸收分光光度计;800 型石墨炉;AS-72 型自动进样器;硒空心阴极灯;热解石墨管(以上均为美国 PE 公司产品) MK-2 型压力自控微波溶样系统(上海新科微波技术研究所)。(2)试剂:硒标准溶液($100 \mu\text{g/ml}$,国家标准物质研究中心)、硒标准使用液(100 ng/ml)、硝酸、过氧化氢、硝酸镍、硝酸镁。

1.2 测定方法

1.2.1 仪器工作条件 吸收线 196.0 nm ,光谱通带 2.0 nm ,灯电流 16 mA ,氘灯背景校正。信号记录方式:峰面积,载气流量: 250 ml/min 高纯氦气。干燥温度: 120°C (斜坡/保持 $10/50$),灰化温度: 900°C ($1/3$),原子化温度: 2100°C ($0/5$),热除残温度: 2600°C ($1/5$)。

1.2.2 样品溶液的制备 (1)粮食:样品用水洗 3 次, 60°C 烘干,用不锈钢磨粉碎,储于塑料瓶内,备用。(2)蔬菜及其他植物性食物:取可食部分用水洗净后用纱布吸去水滴,打成匀浆后备用。称取样品 $0.2 \sim 0.5 \text{ g}$ (蔬菜样品 $1.0 \sim 1.5 \text{ g}$) 于清洗好的聚四氟乙烯溶样杯内,依次加入 2.0 ml 硝酸, 1.0 ml 过氧化氢, 2.0 ml 纯水,盖上聚四氟乙烯内盖,将溶样杯晃动几次,以下操作严格按照 MK-2 型压力自控微波溶样系统操作说明书操作。根据不同类型的食品选择溶样压力为 $1.5 \sim 2.0 \text{ MPa}$,时间 $5 \sim 10 \text{ min}$ 内消解完全,样品溶液无色透明,取出放冷,移入 10 ml 容量瓶中,用纯水洗涤溶样杯数次,合并洗涤液,用纯水定容至 10 ml 备用。同时做试剂空白。

1.2.3 测定 将仪器调至最佳状态,对标准及样品进行编程,自动配制 $0.20, 40, 60, 80, 100 \text{ ng/ml}$ 标准系列,由自动进样器进样 $20 \mu\text{l}$ 标准(或样品), $5 \mu\text{l}$ 基体改进剂($0.015 \text{ mg Ni} +$

0.01 mg Mg NO_3),测量峰面积。应用 AAwinLab 软件仪器自动给出标准曲线及测定结果。

2 结果与讨论

2.1 消化方式的选择 微波消解法能同时加热所有的样品溶液而不加热容器,因此用微波加热时,溶液能很快达到沸点,同时微波能引起酸与样品之间较大的热对流,搅动并清除已消解的不活泼的样品的表层,促进酸与样品更有效地接触,在加热的条件下,酸的氧化及活性增加,使粒径大的样品也能在短时间内被消化^[2]。一般 $5 \sim 10 \text{ min}$ 即可消解一个样品,其次,微波消解是在密闭的容器中进行,硒的损失较少,回收率较高,因微波消化中酸的消耗少,减少了由于酸而带来的污染,提高了测定结果的准确性。

2.2 基体改进剂的选择 由于硒在高温下容易挥发,为了防止硒在灰化过程中挥发损失,选择加入某种金属离子,使其在灰化过程中与硒生成热稳定金属化合物,将待测元素“固定”在石墨炉中^[3]。本法选择镍-硝酸镁作为基体改进剂使硒的灰化温度提高至 900°C 。

2.3 灰化温度及原子化温度的选择 在选定的条件下,采用 50 ng/ml 硒溶液,由自动进样器进样 $20 \mu\text{l}$ 标准溶液及 $5 \mu\text{l}$ 基体改进剂($0.015 \text{ mg Ni} + 0.01 \text{ mg Mg NO}_3$),测量峰面积,试验证明灰化温度及原子化温度分别选择 900°C 、 2100°C 较好。

2.4 共存元素的影响 在选定的条件下,下列 7 种元素的加入量(μg)为:CaO(0.5) Pb(0.8) Cd(0.1) As(0.1) F、Cl(0.3) Fe(0.1) 均不干扰硒的测定。

2.5 标准曲线及检出限 在 $0 \sim 100 \text{ ng/ml}$ 的范围内,回归方程为:

$$y = 2.34 \times 10^{-3} X + 0.0009, \text{ 相关系数:}$$

$$r = 0.9996, \text{ 本方法的绝对灵敏度为 } 30 \text{ pg}/0.0044 \text{ A}, \text{ 检出限为 } 6.5 \text{ ng/ml}.$$

2.6 准确度及精密度 食品样品分析结果及标准加入回收率见表。

表 样品分析结果($\mu\text{g/g}$)及回收率($n=3$)

样 品	测定值	加标量	加标测定值	回收率
面粉	0.00	0.50	0.482	96.4%
鸡蛋	0.00	0.50	0.539	107.8%
蔬菜	0.00	0.50	0.475	95.0%
奶粉	0.05	0.50	0.493	88.6%

取同一样品(1.0 g 蔬菜 + $0.4 \mu\text{g}$ 硒标准)进行 10 次测定,结果(ng/ml)如下:36.2 40.3 38.2 41.6 34.9 34.3 40.3 37.8 37.1 40.5。计算其相对标准偏差为 6.6% 。

参 考 文 献

1. 中国预防医学科学院标准处编:食品卫生标准汇编(4).北京:中国标准出版社,1997
2. 许钢,邢文会.中国卫生检验 1999;9(4):248
3. 杨锦发,苏瑞芳.理化检验(化学分册)1990;26(1)36
(1999-11-15 收稿 任旭红编辑 张亚莲校对)

3. Chinoy NJ, Sequewa E. Reversible fluoride induced fertility impairment in male mice. Fluoride 1992;25(2):71~76
4. 应晨江,等.硒对氟致大鼠雄性生殖损害的拮抗研究.地方病通报 1998;13(3):4
5. 张海谋,等.微量尿与血清样品中氟的测定方法研究.中国卫生检验杂志 1997;7(5):25
(2000-04-17 收稿 宋艳萍编辑 张亚莲校对)

用是肯定的。

参 考 文 献

1. Gupta SK, et al. Reversal of fluorosis in children. Acta Paediatr Jpn 1996 Oct;38(5):513
2. Narayana MV, Chinoy NJ. Reversible effects of sodium fluoride ingestion on spermatozoa of the rat. Int J Fertil Menopausal Stud 1994 Nov-Dec;39(6):337

方法自动地把这些伪迹分开。a. 峰宽,宽的点是伪迹,很窄的点是噪声,荧光探针标记的分子颗粒的峰宽有一定的范围;b. 峰宽误差,峰宽的分布不好表示伪迹或荧光点重叠产生的多峰, $C \cdot X^2$ 检验的高值表示为伪迹。

每个荧光点的位置可以定位精确到 0.1 像素,当用 40X 物镜时,可定位在 25nm 之内。由于 CCD 成象灵敏度高,曝光在低水平上进行,通常曝光时间取 10s。荧光点运动的跟踪是通过每幅象之间的荧光点之间的关系来进行的,一般来说,每 1~2 min 记录一幅图象。为了把某幅象中的某荧光点(通常一幅象中有几十至几百个荧光点)与一定时间间隔后的下一幅象中的相应的点相联系起来,荧光点的跟踪要绝对正确,否则会分不清楚或引起错误地跟踪。跟踪时,有时会产生跟踪点的消失。如产生凝聚,内吞或从膜上分离开去。这些点可以通过规定最小的几率来自动

取消跟踪。最后一幅象测量结束后,要重新测量细胞位置有没有变化。通过一幅一幅图象的测量和分析就可以跟踪每个荧光点即被标记的分子颗粒的运动轨迹,从中计算出它们的运动速度和了解它们的运动方式^[5]。

参考文献

- [1] 胡坤生. 膜蛋白的侧向扩散运动的测定. 生物化学与生物物理进展, 1988, 15(1): 23~27
- [2] Hu kunsheng *et al.* Protein Rotational Diffusion Measurements on Interaction of Bee Venom Melittin with Bacteriorhodopsin in Lipid Vesicles. Biochim. Biophys. Acta, 1985, 816(2): 358~364
- [3] Quinn P J, Cherry R J Structural and Dynamic Properties of Lipid and Membrane. Portland Press, 1992, 137~152
- [4] Morrison I G *et al.* Measuring Diffusion Coefficients of Labeled Particles on Cell Surfaces by Digital Fluorescence Microscopy. Biochemical Society Transactions 1990, 938
- [5] 胡坤生,袁燕华. 电荷耦合器件荧光成像研究膜上受体扩散. 生物物理学报, 1997, 13(3): 415~419

微波溶样石墨炉原子吸收法测定螺旋藻中微量铅

曾文辉 李江平

(梅雁螺旋藻高科技研究所 梅州市 514759)

E-mail: zengwenhui@21cn.com

摘 要 采用微波样品处理器及石墨炉原子吸收法对螺旋藻样品中微量铅的直接测定进行了研究,确定了测定螺旋藻中铅的最佳仪器参数。该方法具有灵敏度高、干扰少的特点,是测定螺旋藻中铅含量的一种有效分析手段。方法下限可达 $0.002\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;样品加标回收率为 99.2~100.2%;变异系数(RSD)为 0.33%,结果令人满意。

关键词 微波样品处理器;石墨炉原子吸收;螺旋藻;铅

中图分类号 O657

Determination of Trace Lead in Spirulina by Microwave Samples Processor Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

Zeng Wenhui, Li Jiangping

(Advanced Scientific and Technical Institute of Meiyuan Spirulina, Meizhou 514759, P.R.China)

Abstract A new method for determination of trace lead in spirulina samples by microwave samples processor graphite furnace AAS was developed. The analysis parameters for measuring lead in spirulina was optimized. The method was highly sensitive with little interference. The lead content in spirulina was determined and a reliable analytical method was established. The detection limit of the method was $0.002\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The recovery of the samples was in the range of 99.2%~100.2%. The precision(RSD) was 0.33%.

Key words Microwave samples processor; graphite furnace atomic absorption; spirulina; lead

螺旋藻被誉为“21 世纪最佳营养食品及最佳蛋白质资源”,具有广阔的开发前景,作为一种全营养食

品,其重金属含量特别是铅含量的控制是保证其质量的前提之一,本文用微波溶样,石墨炉原子吸收法测定

收稿日期:2001-07-23

基金资助:本项目得到 2000 年度广东省经贸委挖潜改造资金(技术创新专项)的支持。

作者简介:曾文辉,1973 年生,男,广东梅州人,广东梅州市梅雁螺旋藻高科技研究所助理工程师,1997 年毕业于四川大学生物系(生物化学专业)。主要研究方向为螺旋藻深加工产品开发。

螺旋藻中铅含量,方法准确度、灵敏度和精密度均满足实际样品分析的要求。

1 实验部分

1.1 仪器及装置

WR-A 微波样品处理系统;(北京美城科贸集团生产)

PE AA300 型原子吸收分光光度计,HGA-800 型石墨炉;

PE 产铅空心阴极灯。

1.2 试剂

铅标准储备液:浓度为 $1.000\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,GSB G 62071-90;

铅标准工作液:移取计算量的铅标准储备液稀释配制而成;

HNO_3 、 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 为优级纯或光谱纯;水为去离子三蒸水(电阻在 $8\times 10^5\Omega$ 以上)^[1]。

1.3 仪器工作条件

1.3.1 样品制备及微波溶样程序^[1,2]:

1) 准确称取 0.5000g 冷冻干燥梅雁螺旋藻精粉样品置于 PFA 内罐中,样品尽量放入罐底中心部位,加 4mL 左右硝酸入该罐内,淹没样品,不要将样品挂到壁上,盖上内罐盖;

2) 将内罐放入外罐中,盖上外罐盖,拧紧,使其密封;

3) 在内罐的上部孔中,放入一片防爆膜,用压堵压紧;

4) 选一个罐不放防爆膜,用于安放已连接好压力控制线的测压嘴,用于监控压力状况。

5) 选一个罐作为空白罐,不放样品,但要放试剂,试剂量应与样品罐相同;

6) 打开风扇(如样品量多,需微波能高时可不开风扇,有泄露时再开);

7) 将控制开关打到程控档;

8) 设定程序,详情见图1。假如样品少于9个,设定功率及保持时间可适当减少;

9) 启动程序,消解样品;

10) 让样品冷却,开罐,消解后的样品液移入 50mL 容量瓶,定容至刻度,摇匀、待测。

1.3.2 原子吸收光谱仪的工作参数^[3]及石墨炉升温程序
波长 283.3nm ,狭缝 0.70nm ,铅灯电流 10mA ,基体改进剂采用 $0.2\text{mg}\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 + 0.01\text{mg}\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$,测量峰面积,氘灯背景校正。

通过优化选择,石墨炉升温程序为:干燥, 120°C , $10/25$ (斜坡/保持, s, 下同);灰化, 550°C , $1/30$;原子

化, 1800°C , $0/6$;清洗, 2600°C , $1/5$;内气流量 $250\text{mL}/\text{min}$,原子化阶段停气。

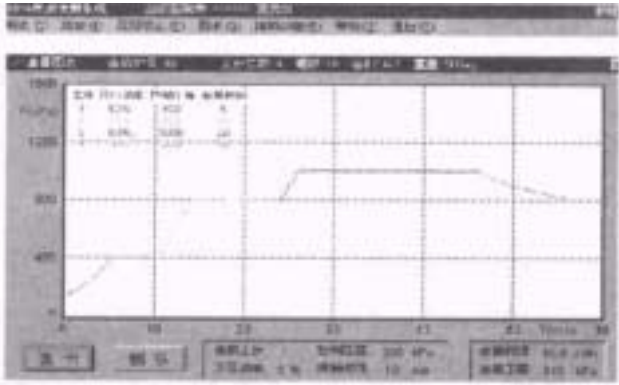


图1 微波酸消解螺旋藻样

1.4 工作曲线及检测限

准确吸取一定量的铅标准液于 50mL 容量瓶中,使其浓度为 $0.00, 20.00, 30.00, 50.00\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,取光度与相应浓度绘制标准曲线,线性范围 $0.00 \sim 50.00\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,相关系数 0.9998 ;参见图2。

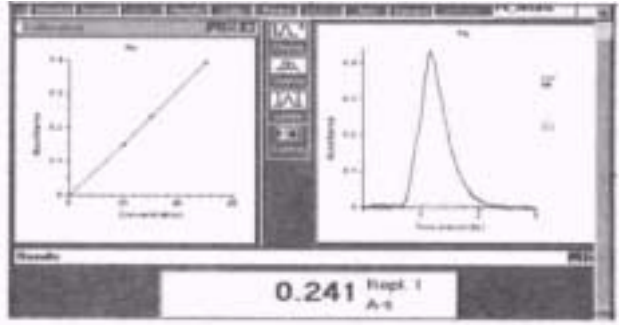


图2 石墨炉原子吸收法测铅的标准曲线和一样品的峰面积图形

在选择的最佳测试条件下,连续 10 次对空白溶液测定,并以相应的标准溶液校正曲线,根据原子吸收法 $DL = 3S$ 计算,获得该方法的检测下限为 $0.002\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

2 结果与讨论

2.1 微波酸消解的用酸量

由于大多数试剂级酸都含痕量金属杂质,为使测量准确,分析中应进行空白测定。因此采用石墨炉原子吸收测定铅时,应尽量选用超纯级酸消解样品,最后的用酸量必须保持一致而且尽可能少。这是因为酸会影响溶液的粘度从而会影响提升量^[4],用酸量少还可降低样品空白。

2.2 微波消解条件

微波消解的升压功率及保持时间可根据样品罐数的多少进行调整,如图1所示的图形即为消解9罐螺旋藻样的微波消解图形,升压功率恰到好处。

2.3 石墨炉工作条件

图 2 所示一螺旋藻样峰面积吸收峰形图,其峰形较好,背景干扰少。该测定方法中,采用氘灯背景校正,石墨炉的自动进样量为 20 μ L,在原子化阶段采用中断净化气体,以硝酸盐形式存在于水溶液中的 Pb,最高灰化温度为 550 $^{\circ}$ C,原子化温度为 1800 ~ 2000 $^{\circ}$ C。为了避免样品中其它元素的干扰,本方法中采用在进样时加基体改进剂的方式来消除干扰元素的影响。

2.4 精密度与回收率试验

取一份样品重复测定十次,测得平均值及精密度结果见表 1。

表 1 重现性实验结果

样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8
测得值 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	1.153	1.152	1.159	1.148	1.150	1.157	1.155	1.157
平均值 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	1.154							
标准偏差 s	0.0038							
变异系数 (%)	0.33							

微波溶样石墨炉原子吸收法测定螺旋藻中铅含量,经标准加入回收试验结果如表 2,平均回收率达 99.8%。

表 2 回收率实验结果

样品 Pb 本底值 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Pb 加入量 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	实测值 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1.153	0.50	1.649	99.2	99.8
1.152	1.00	2.150	99.8	
1.150	1.50	2.653	100.2	
1.157	2.00	3.150	99.7	
1.155	2.50	3.652	100.1	

3 小 结

本实验结果表明,用微波溶样原子吸收法测定螺旋藻中铅的方法,各项技术指标均满足保健食品产品的质量检测要求^[5],方法的精密度和准确度优于其他检测手段,可以推广。

参考文献

[1] 食品卫生检验方法.理化部分 GB/T 5009.12-1996 45
[2] 北京美诚科贸集团微波化学部编,微波样品处理系统应用方法汇编,2000 年
[3] Analytical Techniques for Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, Recommended Conditions, Bodensee werk Perkin-Elmer GmbH
[4] 李述信主编,分析样品的预处理,北京:中国光学学会光谱专业委员会出版,1985,538
[5] 板野一臣,伊村祈年子,佐佐木清司.食品卫生学杂志(日),1992,33(3):231

新一代简易型原子吸收分光光度计测控系统软硬件模块化设计

叶 昀

周志恒

(吉林大学朝阳校区信息学院 长春 130026)

(北京地质仪器研究所 北京 100027)

E-mail:yeyuncust@yahoo.com

摘 要 以简易型原子吸收分光光度计为基础,着重介绍它的测控系统的各个模块的设计思路和软件的编程方法,讨论了 CPLD 器件及在系统可编程技术的应用,并简单地讲述了 C51 语言。最后给出仪器的功能和主要指标。

关键词 原子吸收分光光度计;CPLD;在系统可编程;测控系统;C51

中图分类号 TH744.12⁺5

The Modular Design of Hardware and Software for Measurement and Control System of New Generation of Simple AAS

Ye yun

Zhou Zhiheng

(Jilin University, Changchun 130026, P. R. China)

(Beijing Institute of Geological Instrument, Beijing 100027, P. R. China)

Abstract Based on the new simple AAS, the design clew of every module of measurement and control system and method of programming are introduced. This article discusses the application of CPLD chip and ISP technology. The C51 language is described. Finally the performance and functions of the instrument are introduced.

Key words AAS; CPLD; ISP; measurement and control system; C51

收稿日期:2001-07-16

作者简介:叶昀,吉林大学仪器系硕士研究生,现从事分析仪器的研制和 USB 设备开发。

悬浮样品进样—多步斜坡升温平台石墨炉原子吸收法直接测定奶粉中铅的方法研究

浙江省杭州市卫生防疫站(310006) 杨忠乔 陈筱君

浙江省化工研究院 孙卫萍

铅是对人体有害的微量元素。目前,测定奶粉中铅常采用原子吸收法^[1,2],但该方法前处理操作繁琐,易引起污染和损失,且测定时易发生爆溅等现象。为此,本文在有关文献^[3,4]的基础上,研究了以三乙醇胺作稳定剂,将样品的悬浮液注入石墨管,结合多步斜坡升温技术。平台石墨炉原子吸收光谱法直接测定奶粉中的铅,避免了样品的污染和损失,减少了样品基体干扰和背景吸收,建立了制备悬浮液稳定性、多步斜坡升温的灰化、原子化等实验条件。本法与国标法^[1]测定结果作比较,结果十分吻合。实验证明,本法不需样品前处理,操作简便、快速,准确度高,精密度好,能对奶粉中痕量铅进行快速分析。

1 材料与方 法

1.1 仪器与材料 PE3100 原子吸收分光光度计; HGA-600 型石墨炉; AS-60 石墨炉自动进样器; L'VOV 平台片和热解石墨管(以上产品均为美国 PE 公司); 铅空心阴极灯(北京有色金属研究总院)。铅标准贮备液: 1.00mg/ml(国家钢铁材料测试中心冶金部钢铁研究总院制 GSB G62071-90); 铅标准应用液由 0.2% 硝酸逐级稀释而成; 三乙醇胺溶液: (1+1)(V/V); 2% 硝酸镁溶液。本试验均采用二次蒸馏水。

1.2 仪器工作条件 测定波长 283.3nm, 灯电流 5mA, 光谱通带 0.7nm, 氩气作保护气, 进样体积 20μl, 最大功率升温, 峰面积分测定, 石墨炉工作条件见表 1。

表 1 HGA-600 型石墨炉工作参数

步骤	温度 (℃)	斜坡升温时间 (S)	保持时间 (S)	气体流速 (ml/min)
1	70	1	20	300
2	120	15	15	300
3	400	10	10	300
4	850	10	20	300
5	20	1	10	300
6	1800	0	5	0
7	2500	1	3	300

1.3 试验方法 称取奶粉约 0.2g 于 10ml 比色管中, 加少许水湿润, 加 5.0ml 三乙醇胺(1+1)、1.0ml 12% 硝酸镁, 加水定容至刻度, 摇匀后于沸水浴中加热 5min, 取出冷却, 摇匀, 由 AS-60 自动进样器送入石

墨管内的平台上, 按测定条件测定, 根据峰面积在计算机上计算定量。

2 结果与讨论

2.1 悬浮稳定剂的用量与悬浮液稳定性关系 1974 年, Brady^[3]首次采用悬浮样品进样技术, 在样品中加入悬浮稳定剂, 常用的有三乙醇胺、甘油、琼脂、乙醇等。本文采用的是三乙醇胺作样品的悬浮稳定剂, 在样品中加入不同量的三乙醇胺(1+1), 随着加入量的增大, 悬浮溶液的稳定性也增加。由于加入量太大, 造成悬浮样品粘度太大, 影响进样, 因而本试验加入量最大为 5ml, 实际加入三乙醇胺(1+1)也为 5ml。

2.2 加热时间对悬浮液稳定性的影响 在样品中加入 5.0ml 三乙醇胺(1+1), 沸水浴加热, 进行加热时间试验, 加热 2min 以上, 稳定时间基本上呈现一平台, 悬浮液可稳定 50min。由此确定加热时间为 5min。

2.3 基体改进剂效应和灰化温度的确定 由于奶粉中含有大量的有机物和其它基体成份, 严重干扰了铅的正常测定。为此, 本文采用常用的基体改进剂硝酸镁^[5], 经试验证明, 样杯中当选用浓度大于 0.1% 硝酸镁时, 吸收值为一定值, 并可使铅的灰化温度高达 850℃ 而不损失, 样品中有机物等基体大部分可除去, 这样降低了背景吸收, 提高了铅测定的灵敏度, 因此, 本文采用 0.20% 硝酸镁作基体改进剂, 并将灰化温度选为 850℃。

2.4 干燥、灰化多步斜坡升温程序 本试验方法奶粉悬浮液在升温程序中易发生爆沸现象, 为了抑制这种现象, 有利于基体成份的挥发和消除, 经试验证明, 慢速斜坡升温可以消除这些现象, 干燥阶段分为 70℃ 和 120℃ 两步, 灰化阶段也分为 400℃ 和 850℃ 两步, 这样测得的结果同时有较高的精密度。

2.5 最佳原子化温度 用 AS-60 石墨炉自动进样器吸取 20μl 样品悬浮液, 按上述测定条件, 1800℃ 就可到达原子化温度。本文选择 1800℃ 作为测定奶粉中铅的最佳原子化温度。

2.6 干扰试验 测定铅 20μg/L(含硝酸镁 0.20%)按上述测定条件, 以下元素不干扰测定(以 mg/kg 计): K、Na、Ca(8000), Mg、Fe、Zn(100)、Cu(4), As(0.5)。

2.7 准确度和精密度试验 取几种奶粉样品按本法

进行准确度和精密度试验,结果加标浓度在 8.0~20.0ng/ml 时,回收率在 89.5%~105%;样品浓度在 15.7~47.8ng/ml,变异系数为 3.4%~5.1%。

2.8 方法对照试验 按本法与国标法^[1]测定上述几种奶粉,每一样品各测定 6 次,分别求平均值,再对测定结果进行比较,经统计学处理, t 值为 0.31, $P > 0.05$,两种方法测定结果无显著性差异。

参 考 文 献

1. 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法(理化部

- 分). 第 1 版. 北京: 中国标准出版社, 1997: 45
2. 穆家鹏(编译). 原子吸收分析方法手册. 第 1 版. 北京: 原子能出版社, 1989: 147
3. Brady D V, et al. Direct determination of Zinc in sea-bottom Sediments by carbon tube atomic absorption spectrometry. Anal. Chin. Acta. 1974; 70: 448
4. 孙晓娟. 多步斜坡升温- 恒温平台石墨炉法直接测定葡萄酒中微量铅. 理化检验- 化学分册 1996; 32(2): 86
5. Slavin W, et al. Magnesium Nitrate as a Matrix Modifier in the Stabilized Temperature Platform Furnace. Anal Chem, 1982; 54: 621

(1997-12-07 收稿 1998-03-05 修回 任旭红编辑)

鹤庆县一起病毒性心肌炎暴发调查报告

云南省大理州卫生防疫站 (大理 671000) 陈白云 黄黔云 杨 林 周 舟

云南省大理州医院 王昆兰 刘 燕

1997 年 6 月 20 日至 23 日。云南省大理州鹤庆县中江乡大箐村阿拉禾自然村, 发生猝死 4 人, 自觉不适数十人, 经流行病学调查、临床检诊, 肠道病毒检测、病理检查证实, 该村疫情为柯萨奇 B₃ 病毒感染引起的急性心肌炎暴发。现报告如下。

一般资料 (1) 基本情况: 阿拉禾自然村位于金沙江西岩, 大黑山半腰, 山坡地貌, 海拔 2092m。无公路, 交通不便, 距乡政府约 15km, 距村公所约 4km, 该村共 42 户, 177 人, 分为上下两社, 相距约 500m。有耕地约 100 亩, 以包谷、豆类为主粮, 每年约缺粮 3~4 个月。以出售少量牲畜、核桃油为主要经济来源, 年人均收入 460 元。是县扶贫攻坚重点贫困村之一。(2) 环境、饮食调查: 村民居住条件简陋, 村内无厕所, 环境卫生状况较差。全村饮用由塑胶管作供水管道的“土”自来水, 水源为山箐水, 距村约 1500m, 未发现水源污染。病死者及现患者无外出史, 家庭内饮食无特殊变化, 村内无采食蕈类史。

疫情特征 (1) 发病情况: 1997 年 6 月 20 日至 23 日, 下社有 3 户发病, 死亡 4 人, 一批人出现乏力、头昏、心悸、胸闷、恶心等症状。对村民进行临床及心电图检查, 参照急性病毒性心肌炎诊断标准(草案)^[1], 初诊病毒性心肌炎病人 37 人, 罹患率 20.9%。男: 女= 1: 1.46, 最小年龄 7 岁, 最大 60 岁。其中 7~10 岁组 4 人, 11~15 岁组 5 人, 16~20 岁组 4 人, 21~25 岁组 6 人, 26~30 岁组 2 人; 31~40 岁组 4 人, 41~50 岁组 3 人, 51~60 岁组 9 人。(2) 症状体征: 临床主诉出现头昏、乏力、恶心、心悸者占检查人数 15.22%, 心电图异

常(频发房性、室性早搏, ST-T 波改变, 1°AVB) 占 23.9%。(3) 肠道病毒 RNA 检查: 6 月 25 日采取 10 例患者血清做肠道病毒 RNA 检查, 其中 5 例柯萨奇 B₃ 病毒呈阳性。8 月 18 日又采血检查, 20 名患者中有 7 名, 9 名正常者中有 5 名柯萨奇 B₃ 病毒呈阳性。(4) 病理检查: 取一死亡病例的心脏作病理检查, 光镜下显示左右心室壁, 乳头肌弥漫性炎细胞浸润, 部分心肌凝固性坏死。(5) 既往病情: 1970 年 7 月至 1997 年 6 月, 该村有 9 年次、累计发生类似病人 22 例, 死亡 20 例, 其中发生 4 年次、发病死亡 7 人的有 1 户, 发生 4 年次、发病 5 人, 死亡 3 人的 1 户, 发生 2 年次、发病死亡 3 人的有 2 户。发病有家庭聚集性, 这些家庭生活贫困, 卫生条件较差。

防治措施及病人转归 自 6 月 23 日起, 医疗组对村庄环境、室内及饮用水进行消毒, 对临床自觉症状重、心电图有 ST-T 波改变、频发房性或室性早搏的 11 名患者收住乡医院治疗。其余患者留村观察。每日 1 次静脉注射 50% 葡萄糖 40ml、维生素 2g、口服板兰根、病毒灵, 连用 3 天。所有村民给予板兰根、维生素 C、亚硒酸钠 3 天常规量。至 27 日, 除 6 例 T 波改变、1 例频发室性早搏未恢复外, 其他患者临床症状及心电图改变均转为正常, 全村未再出现新发病人。

参 考 文 献

1. 杜平, 等. 现代临床病毒学. 北京: 人民军医出版社, 1991: 567

(1998-01-25 收稿 1998-04-25 修回 郭醒华编辑)

悬浮样品进样 - 火焰原子吸收法直接测定奶粉中的钾钠钙镁

浙江省杭州市卫生防疫(310006) 杨忠乔

浙江省化工研究院 孙卫萍

悬浮样品进样技术是 Brady 等^[1]首次于 1974 年采用的,已广泛应用于石墨炉原子吸收法中,但在火焰原子吸收法中应用甚少^[2,3]。本文利用悬浮样品进样技术,采用三乙醇胺作稳定剂,将样品不经任何化学处理制成悬浮溶液,用空气 - 乙炔火焰原子吸收法直接测定奶粉中的钾钠钙镁,避免样品前处理的繁琐、费时、易污染的缺点,简化了操作步骤。方法经与国标法测试结果相比较,结果令人满意,是测定奶粉中 4 种常见元素的一种快速、简便的分析方法。现介绍如下。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂 PE3100 原子吸收分光光度计(美国 PE 公司产);钾钠钙镁元素空心阴极灯(北京有色金属研究总院);钾钠钙镁 4 种元素标准贮备液;1.0 mg/ml(国家钢铁材料测试中心、冶金部钢铁研究总院制);氧化镧溶液:100g/L;氯化铯溶液:100g/L;三乙醇胺溶液:(1+1)(V/V)。

1.2 仪器工作条件 经试验确定仪器的最佳工作条件,见表 1。

表 1 仪器工作参数

元素灯	波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	空气 (L/min)	乙炔 (L/min)
钾	404.4	3	0.7	3.8	1.7
钠	330.2	14	0.7	3.8	1.7
钙	422.7	5	0.7	4.0	2.5
镁	285.2	3	0.7	3.8	2.0

1.3 试验方法

1.3.1 工作曲线制作 准确吸取 4 种元素标准贮备液稀释成以下浓度范围的标准系列:K:0~100μg/ml;Na:0~100μg/ml;Ca:0~5.00μg/ml;Mg:0~0.50μg/ml。K、Na 标准溶液中含氯化铯溶液 2g/L, Ca、Mg 标准溶液中含氧化镧溶液 2g/L,将仪器按表 1 调至最佳状态,分别进行测定,由计算机上作出工作曲线。

1.3.2 样品测定 准确称取 0.5g 左右样品于 50 ml 烧杯中,加少许水湿润,加入 5.0 ml 三乙醇胺(1+1),至样品完全成悬浮溶液,转移至 50 ml 容量瓶中,用少量水多次洗涤烧杯,洗液一起于容量瓶中,以下操作同标准曲线操作,同时作试剂空白,测定 Ca、Mg 可进一步稀释,按表 1 测定条件在仪器上进行测定,由计算机上计算定量。

2 结果与讨论

2.1 悬浮稳定剂用量与悬浮稳定性关系 称取 0.5g 样品 6

份,各加入 2.0、5.0、7.0、10.0、12.0、15.0 ml(1+1)三乙醇胺,按样品测定,实验表明,加入大于 5.0 ml 三乙醇胺(1+1),悬浮液至少可稳定 48 小时,这足以供样品分析用的时间,实际加入 5.0 ml 三乙醇胺(1+1)。

2.2 测定钾钠波长选择 由于奶粉中钾钠含量高,文献^[4]采用火焰原子发射光谱法测定,本文采用原子吸收光谱法测定,为了避免过度稀释,选用 K(404.5 nm)、Na(330.2 nm)次灵敏线作为测定波长,这样操作方便、省时,测定时有较好的稳定性。

2.3 方法准确度试验 将 6 种奶粉进行加标回收,按上述测定条件测定,结果 4 种元素的回收率分别为:K:85%~102%;Na:89%~97%;Ca:85%~109%;Mg:88%~106%。

2.4 方法精密度试验 对 3 种奶粉 4 种元素分别作 6 次测定,其变异系数分别为:K:2.0%~4.2%;Na:1.2%~3.1%;Ca:1.8%~4.9%;Mg:1.7%~4.0%。

2.5 干扰消除 为了消除空气 - 乙炔火焰中钾钠的电离干扰^[5],经测定表明:加入氯化铯 2g/L 即可抑制这种影响。文献^[6]报道了铝、磷、硅对测定钙、镁有干扰,当加入氧化镧 1.0g/L 可消除这些干扰,本文选用氧化镧溶液 2g/L。其它常见共存离子不影响上述元素的测定。

2.6 方法对照试验 采用本法与文献^[4]法(国标法)对同一份样品 4 种元素进行 6 次测定,以测定结果分别进行 t 检验,经统计学处理,两法无显著性差异。

2.7 样品测定 按样品分析方法,测定奶粉样品,结果见表 2。

表 2 奶粉中 4 种元素测定值 (mg·kg⁻¹)

	K	Na	Ca	Mg
儿童补钙奶粉	8419	2453	6537	807
孕产妇奶粉	9674	2573	7402	790
高钙全脂奶粉	10968	3515	12385	779
婴儿补钙奶粉	6854	2427	4910	317

参 考 文 献

- Brady D V, et al. Direct determination of Zinc in seabottom sediments by carbon tube atomic absorption spectrometry. Anal. Chim. Acta., 1974;70:448
- 刘立行,栾树斌.悬浮样品进样 - 火焰原子吸收光谱法直接测定玉米面中钙.分析化学 1998;26(3):372
- 刘宇,等.乳化法 - 火焰原子吸收光谱法测定奶粉中的锌.分析试验定 1997;16(4):60
- 中国预防医学科学院标准处编.食品卫生国家标准汇编(2).第 1 版.北京:中国标准出版社,1992:307
- B.威尔茨(著).李家熙等译.原子吸收光谱法.第 2 版.北京:地 1989:209
- 方荣(主编).原子吸收光谱在卫生检验中的应用.第 1 版.北京:北京大学出版社,1991:150

(1999-06-28 收稿 任旭红编校)

5. 姜小鹰,等.SPSS FOR WINDOWS 简明教程.福州:福建教育出版社,199:62

6. 黄子杰,林碧. Well-being 生存质量量表实证效度的考核. 美国

中华心身医学杂志 1997;1(1):19

7. 中国医学百科全书编辑委员会.中国医学百科全名.第 1 卷.上海:上海科学技术出版社,1991:312

(1999-09-27 收稿 李溪莹编辑 任旭红校对)

浮选富集 - 火焰原子吸收法测定鱼油中微量铜、铁*

上海市徐汇区卫生防疫站(200031) 杨龙彪

上海市卫生防疫站 吕维君

鱼油营养价值高,是人们喜爱食用的保健品。但是在加工生产、储存、运输、销售等过程中,如果铜、铁进入鱼油,就会加速油脂酸败,引起脂肪酸氧化而变质。测定鱼油中微量铜、铁作为判断鱼油酸败的卫生指标,具有十分重要的意义。

本文采用浮选富集对鱼油中微量铜、铁进行预富集^[1-3],其反应原理是:以石油醚溶解油样,用硝酸提取,提取液中的金属离子与碘化钾、次甲基兰生成络合物体系,该络合物浮选于水相和有机相之上,分离后,金属离子富集在浮选物之中,以二甲基甲酰胺溶解浮选物,然后将其导入空气-乙炔火焰中进行原子吸收法测定。现报道如下。

仪器及工作参数 美国 PE-300 型原子吸收分光光度计,铜空心阴极灯,波长 324.7nm。光谱通带宽度 0.7nm,灯电流 9mA,空气流量 6.0L/min,乙炔流量 1.0L/min。铁空心阴极灯,波长 248.3nm,光谱通带宽度 0.7nm,灯电流 13mA,空气流量 6.0L/min,乙炔流量 1.4L/min,均用氘灯背景扣除。

试剂 铜标准溶液,SB6605,5.0μg/ml,铁标准溶液,SB6609,5.0μg/ml,10%硝酸,0.5mol/L KI 溶液,0.5%次甲基兰溶液,pH 为 1.5 的缓冲液(0.1mol/L 盐酸 37.64ml 与 0.2mol/L KCl 溶液 31.20ml 相混和),石油醚、甲苯、二甲基甲酰胺(DMF)以上均为分析纯。实验用水为去离子水。

绘制工作曲线 分别将铜、铁标准溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.1ml 于 125ml 分液漏斗中,加去离子水至 50ml,依次加入 5ml KI 溶液,5ml 缓冲液,1.5ml 次甲基兰溶液,混匀,加入 10ml 甲苯剧烈振荡 3min,静置分层,弃去水相和有机相。浮选物用 10ml DMF 溶解,然后将其喷入空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪上测其吸光度,仪器绘制 A-C 关系曲线。

* 国家自然科学基金资助课题

样品测定 称取 2.00g 混匀油样于 125ml 分液漏斗中,加 10ml 石油醚溶解,用 10%硝酸反复提取 3 次,合并提取液,以下步骤同前项,同时作空白。

结果与讨论 (1) 样品预处理方法的选择:据文献报道采用 APDC-MIBK 或双硫踪萃取体系其选择性较差,共存离子之间的干扰也不能有效消除,回收率也不理想^[4]。选用浮选富集,选择性大大提高,灵敏度也增加,回收率符合检验要求。(2) 工作曲线:试验表明,铜、铁在 0.1~1.0mg/L 范围内具有良好的线性,铜、铁的相关系数分别为:0.9997,0.9994。(3) KI 用量的试验:在铜、铁浓度均为 0.5mg/L 的标准液中,分别加入 2.4、6.8、10ml KI 溶液进行试验。结果表明。KI 溶液在 4~8ml 时吸光度值较恒定,因此选用 5ml。(4) 次甲基兰用量的试验:在铜、铁浓度均为 0.5mg/L 的标准液中,分别加入 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0ml 次甲基兰溶液进行试验。结果显示,次甲基兰用量在 1.0~3.0ml 时吸光度值较恒定,因此选用 1.5ml。(5) 酸度的影响:试验表明,铜、铁在 pH 为 1.0~2.0 的范围内浮选才能完全,因此选用 pH 为 1.5 的缓冲液 5ml。(6) 精密度试验:平行取 6 份油样,测得铜含量分别为 6.47、6.82、6.53、6.37、6.65、6.89μg/g, R.S.D 为 3.07%。测得铁含量分别为 4.28、4.64、4.44、4.11、4.39、4.55μg/g, R.S.D 为 4.32%。(7) 回收率试验:以测得本底值铜为 6.48μg,铁为 4.37μg/g 的样品,分成 2 组,每组 3 份,分别加入 10μg、20μg 铜、铁标准,测得铜、铁平均回收率分别为 98.20%、96.8%,相对标准偏差分别为 3.42%、5.35%。(8) 干扰试验:取 1.0μg/ml 的铜、铁标准溶液分别加入 10μg 铅、锌、锰、5μg 镉。结果表明,对铜和铁的测定未产生干扰。

结论 采用浮选富集-火焰原子吸收法测定鱼油中微量铜、铁,虽然分析过程较复杂,特别是反萃取过程,但是提高了空气-乙炔火焰原子吸收法对铜、铁的测定灵敏度。同时,由于本法选择性好,富集浓度高,在目前是测定鱼油中微量铜、铁较理想的方法。

参 考 文 献

1. 徐其亨,等.理化检验(化学分册) 1984 20(4):48
2. 邓华陵,等.分析化学 1988,16(2):106
3. 孙汉文,原子吸收光谱分析技术.北京:中国科技出版社,1992
4. 郭英凯.环境与健康杂志 1995,12(7):61
(1998-12-06 收稿 1999-03-08 修回 董建群编辑)
5. 刘晓明.成就动机、自我概念与学生学业成绩的关系研究.心理科学 1991;2 期
6. 霍金芝,等.个性特征与早期问题行为.中国社会医学 1995;4:46
7. 李品.初中优生普通生个性特性、家庭环境及人际关系的比较.中国校医 1997;11(3)
8. 王芳芳.初中优、差等生的心理健康状况与学习成绩的关系.中国学校卫生 1992;13(3):130
9. 吴海楼.中学生人格因素与学习成绩关系的探讨.中国学校卫生 1996;16(4):280
10. 高珂,等.心理控制源、个性及焦虑与学习成绩初探.中国心理卫生杂志 1997;11(5):53
11. 黄永新.不同学习成绩的大学生心理健康水平比较.中国学校卫生 1994;15(1):53
(1998-09-07 收稿 1998-12-01 修回 任旭红编辑)

调整和塑造青少年不断向成人自我状态发展,对其学习成绩的提高有重要作用。

总之,学习动机、智力、个性及心理健康状况等因素对学习成绩的影响已明确,但各因素在其中的权重有待深入研究。

参 考 文 献

1. 霍金芝,等.学习动机、智力和个性对学习绩的影响的交互作用.中国心理卫生杂志 1997;1(6):328
2. 周谦.学习心理学.北京:科学出版社,1992
3. 唐肇昶.医学生心理控制源倾向及相关因素的探讨.中国校医 1997;11(4)
4. 刘志华,郭占基.初中生的学业成就动机、学习策略与学业成绩关系研究.心理科学 1993;16(4)

【研究报告】

涉水产品中铬的石墨炉原子吸收法测定条件的探讨

姜颖虹, 王国玲, 张霞

(山东省疾病预防控制中心, 济南 250014)

[摘要] 目的:探讨石墨炉原子吸收光谱法测定涉水产品中铬的试验条件。方法:涉水产品经过前处理后,用石墨炉原子吸收光谱法测定其铬的含量并找出最佳试验条件。结果:最佳灰化温度 1 300、原子化温度 2 300。方法的线性范围 0~8.0 $\mu\text{g/L}$, 相关系数 $r=0.9996$ 。RSD 为 1.34%~3.19%, 回收率为 90.4%~108.9%。结论:在方法的最佳试验条件下测定涉水产品中的铬可以得到满意的结果。

[关键词] 涉水产品;石墨炉原子吸收光谱法;铬

[中图分类号] O657.31

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-8685(2005)01-0033-02

Determination of chrome in products related to drinking water and drinking water by GFAAS

Jiang Yinghong, Wang Guorling, Zhang Xia

(Shandong Center for Disease Control and Prevention, Jinan 250014, China)

[Abstract] **Objective:** To develop the best experimental condition of chrome determination in products related to drinking water and drinking water by GFAAS. **Methods:** Chrome in products related to drinking water was determined after being dealt with and the best experimental condition was found. **Results:** The best cineration temperature and atomization temperature was 1 300 and 2 300. The linear range was 0~8.0 $\mu\text{g/L}$. The correlation coefficient was 0.9996. RSD % was 1.34%~3.19%. The rate of recovery was 90.4%~105.9%. **Conclusion:** The method in the best experimental condition is accurate and can be successfully used for detection of chrome in products related to drinking water and drinking water.

[Key words] Products related to drinking water; GFAAS; Chrome

目前,生活饮用水国家标准中六价铬的测定方法只有二苯碳酰二肼分光光度法(DPC),此法的最低检出限为 0.005 mg/L ,而按卫生部在涉水产品卫生安全评价规范中的规定,此灵敏度显然不能满足涉水产品的测定需要,且多数净水剂、消毒剂由于带有颜色而无法用 DPC 法比色定量。近年来,我省涉水产品的数量随经济的发展而快速增加,此类产品的测定成为亟待解决的问题。为此本文提出用石墨炉原子吸收法测定涉水产品及饮用水中痕量铬,并探讨了其最佳实验条件。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

AAnalyst-600 型原子吸收光谱仪(美国 Perkin-Elmer 公司);KY-PE 型铬空心阴极灯(北京曙光明电子光源仪器有限公司);铬标准溶液:1 mg/mL (国家标物中心);铬标准使用液:临用时用 1% 硝酸依次稀释至 10 $\mu\text{g/L}$;1% 硝酸铵:按常规配制;硝酸:优级纯。

1.2 仪器工作条件

波长 357.9 nm,光谱通带 0.7 nm,灯电流 7 mA,纵向塞曼背景校正,进样体积 20 μL 。石墨炉升温程序如表 1。

表 1 石墨炉升温程序

步骤	温度(°C)	时间(s)	氩气流速(ml/min)
1	110	1,30	250
2	130	5,6	250
3	1 300	10,20	250
4	2 300	0,5	0
5	2 450	1,3	250

1.3 实验方法

1.3.1 标准曲线的绘制 配制 10 $\mu\text{g/L}$ 的铬标准液,加入 1% 硝酸铵,按所选仪器条件以 0,0.5,1.0,2.0,4.0,6.0,8.0 $\mu\text{g/L}$ 分别测其吸光度,测定结果见表 2。曲线方程为: $Y = 0.034X + 2.04 \times 10^{-3}$, $r = 0.9996$ 。

表 2 铬标准溶液测定结果

浓度($\mu\text{g/L}$)	0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
吸光度 A	0	0.0171	0.0362	0.0712	0.1401	0.2078	0.2682

1.3.2 样品的处理及测定 由于原子吸收测定的为总铬,如要测六价铬,可通过强酸性阳离子树脂,将少量以阳离子形式存在的三价铬去除,流经柱的水样可直接用来上机测定六价铬,方法与标准曲线的绘制相同。

[作者简介] 姜颖虹(1955-),女,大学本科,主任技师,主要从事金属元素测定研究。

2 结果与讨论

2.1 干燥温度及时间的选择

干燥条件的选择直接影响分析结果的重现性。本文经试验,选用斜坡升温方式分两步进行干燥,第一步温度为 110[°],升温时间 1 s,保持时间 30 s;第二步温度为 130[°],升温时间 5 s。保持时间 6 s^[1],取得了较好效果。

2.2 灰化温度的选择

灰化温度及时间的选择是石墨炉原子吸收分析中最重要的步骤。要在保证被测组分没有明显损失的前提下使干扰基体尽可能排除,所以应尽量采用较高的温度和较长时间^[2]。本文对不同灰化温度进行了试验比较,图 1 表明将灰化温度定为 1 300[°] 是较适宜的。

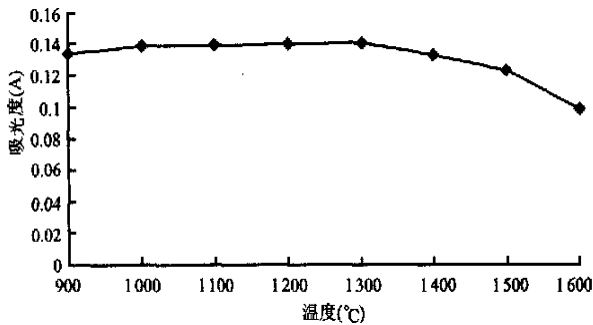


图 1 灰化曲线

2.3 原子化温度的选择

过高的原子化温度反而会降低灵敏度,并缩短石墨管的使用寿命。在保证获得最大原子吸收信号的条件下,尽量使用较低温度。本文对不同原子化温度进行了比较,认为 2 300[°] 是比较理想的。见图 2。

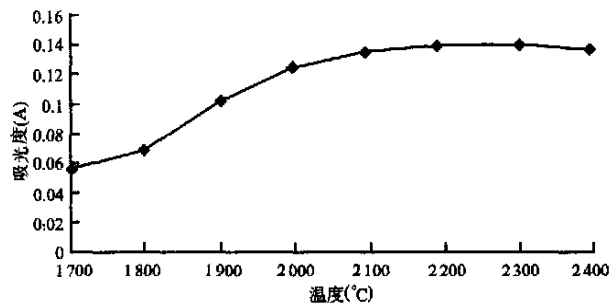


图 2 原子化曲线

2.4 精密度实验

本文对自来水、各类净水剂处理液及消毒剂处理液进行测定,其结果见表 3。

表 3 精密度实验结果(n=6)

样品	测定值($\bar{x} \pm s$, $\mu\text{g/L}$)	相对标准偏差(%)
自来水	$0.188 \pm 5.69 \times 10^{-3}$	3.03
净水剂 1 #	$0.285 \pm 5.00 \times 10^{-3}$	1.75
净水剂 2 #	$0.271 \pm 5.92 \times 10^{-3}$	2.19
净水剂 3 #	$0.334 \pm 5.04 \times 10^{-3}$	1.51
消毒剂 1 #	$0.499 \pm 7.53 \times 10^{-3}$	1.51
消毒剂 2 #	$0.448 \pm 5.89 \times 10^{-3}$	1.31

注:净水剂 1 # 为聚合氯化铝;净水剂 2 # 为硫酸铁;净水剂 3 # 为氯化钠;消毒剂 1 # 为二氧化氯;消毒剂 2 # 为次氯酸钠。

2.5 回收率实验

本文分别在自来水、净水剂处理液及消毒剂处理液进行了加标回收实验,其回收率在 90.4 % ~ 109 % 范围内。结果见表 4。

表 4 回收率实验结果(n=6)

样品	本底均值($\mu\text{g/L}$)	加标量($\mu\text{g/L}$)	测定值($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)
自来水	0.88	0.5	0.640	90.4
		2.0	2.084	94.8
		6.0	6.022	97.2
净水剂 1 #	0.285	0.5	0.738	90.6
		2.0	2.409	106.2
		6.0	6.356	101.2
净水剂 2 #	0.271	0.5	0.727	91.2
		2.0	2.398	106.4
		6.0	6.807	108.9
消毒剂 1 #	0.499	0.5	1.005	101.2
		2.0	2.447	97.4
		6.0	7.020	108.7

2.6 共存离子干扰

按实验方法在样品中分别加入 10 mg Ca、Mg、Na、Cl, 100 μg K、Sr、Li, 50 μg Zn、Cu、Mn、F, 30 μg SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} , 20 μg Al、Ag、As、Ba、Pb、Hg、Cd, 10 μg Ni、Sn 均不影响结果。

2.7 两种方法的对照

取消毒剂 1 #、净水剂 1 #、净水剂 2 # 各加入铬标准 6.0 $\mu\text{g/L}$,与二苯碳酰二肼法(DPC)^[3]做了对照实验,其结果见表 5,证明无显著性差异。

表 5 两种方法对照

样品	本底值($\mu\text{g/L}$)	加标量($\mu\text{g/L}$)	本法测定值($\mu\text{g/L}$)	DPC 法测定值($\mu\text{g/L}$)
消毒剂 1 #	0.499	6.0	7.020	6.899
净水剂 1 #	0.285	6.0	6.356	6.228
净水剂 2 #	0.271	6.0	6.807	6.649

[参考文献]

- [1] 邓勃,迟锡增,刘明钟,等. 应用原子吸收与荧光光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社.
- [2] 吴华,李绍南. 石墨炉升温程序的灰化技术[J]. 中国环境监测, 1998, 14(3): 32 - 34.
- [3] 生活饮用水检验规范[S]. 2001.

(收稿日期:2004 - 08 - 02)

火焰原子吸收光谱法测定皮蛋中微量铅

陈新焕,袁智能

(湖南出入境检验检疫局,湖南长沙 410007)

摘要 研究了火焰原子吸收光谱法测定皮蛋中微量铅的方法。样品采用过硫酸铵灰化法消解,无需萃取、富集,方法灵敏,操作简便,具有良好的精密度和准确度,检出限达 $0.016 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,相对标准偏差 3.2%,回收率 94.0%~98.0%。

主题词 火焰原子吸收光谱法;皮蛋;铅

中图分类号:O657.31 **文献标识码**:B **文章编号**:1000-0593(2001)05-0668-02

铅是一种有蓄积性的有害元素,在皮蛋的卫生指标中被列为重要监测项目^[1]。食品中铅的测定一般采用二硫腈比色法、石墨炉原子吸收光谱法或萃取-火焰原子吸收光谱法^[2,3],二硫腈法及萃取-火焰原子吸收光谱法试剂消耗多,操作烦琐,石墨炉原子吸收光谱法则仪器设备昂贵,精密度较差,均不太适合批量皮蛋中微量铅的测定。本文研究发现,采用过硫酸铵灰化法消解样品,很好地克服了皮蛋以普通干灰化法难以消解的问题,消解液不经萃取,直接导入原子吸收分光光度计中进行测定,获得满意结果。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

PE-3300 原子吸收分光光度计(美国 PERKIN-ELMER 公司),铅空心阴极灯。

硝酸(优级纯);过硫酸铵(分析纯)。

铅标准溶液: $1.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$,称取 1.0000 g 金属铅(99.99%),分次加入少量(1+1)硝酸(总量不超过 37 mL),加热溶解,冷却后用去离子水准确定容至 1000 mL。使用时用 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸逐级稀释至所需浓度。

所用玻璃仪器均以(1+5)硝酸浸泡过夜,用自来水反复冲洗后用去离子水洗干净。

1.2 仪器工作条件

波长 283.3 nm,狭缝 0.7 nm,灯电流 10 mA,乙炔流量

$1.2 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,空气流量 $7.5 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$,燃烧器高度 6 mm,氩

灯背景校正。

1.3 样品分析

洗去皮蛋外壳的料泥,再破除外壳,于组织捣碎机中打成蛋泥,制成分析试样。称取分析试样 10.00 g 于 50 mL 瓷坩埚中,加 5 mL 硝酸浸泡 4 h 以上,先小火炭化,冷却后加入 4.0 g 过硫酸铵覆盖,继续炭化至不冒烟,转入马弗炉, 500°C 恒温 2 h,再升至 800°C ,保持 20 min,冷却后取出,用 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸少量多次转入 25 mL 容量瓶中并定容至刻度,导入乙炔-空气火焰测定铅含量。同时做试剂空白试验。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线

将标准溶液($0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)依次导入火焰进行吸光度测定并绘制工作曲线,结果表明,工作曲线线性良好,相关系数 $r=0.9993$ 。

2.2 方法检出限

在测定条件下,当信噪比为 2 时,铅的检出限为 $0.016 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.3 精密度和准确度试验

对同一皮蛋样品重复测定 5 次,其相对标准偏差为 3.2%。

向不同的皮蛋样品添加适量的铅标准溶液,做回收试验,结果见表 1。

Tab. 1 Recovery test

样品编号	测得量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	加入量/ μg	回收量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	回收率(%)
1	0.24	5.00	0.73	98.0
2	0.70	5.00	1.18	96.0
3	0.43	5.00	0.91	96.0
4	0.46	5.00	0.93	94.0
5	0.38	5.00	0.87	98.0
6	0.69	5.00	1.16	94.0

收稿日期:2000-01-17,修订日期:2000-06-10

作者简介:陈新焕,1971 年生,湖南出入境检验检疫局工程师

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国国家标准, GB/T 9694-88.
- [2] IUPAC. Commission for the Determination of Trace Elements in Food, *Pure. Appl. Chem.*, 1965, **10**(1).
- [3] 中华人民共和国国家标准, GB/T 5009.12-1996.

Determination of Micro Pb in Preserved Egg by Flame Atomic Absorption Spectrometry

CHEN Xir huan, YUAN Zhi neng

Hunan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Changsha 410007, China

Abstract The method for the determination of micro Pb in preserved egg by flame atomic absorption spectrometry was studied in this paper. These samples are treated with ammonium persulfate, it is not necessary to preconcentrate the lead by extraction, the method is sensitive, easy to operate and has good precision and accuracy. The detection limit was $0.016 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, the relative standard deviation of Pb was 3.2%, and the rates of recovery were 94.0%—98.0%.

Keywords FAAS; Preserved egg; Pb

(Received Jan.17, 2000; accepted June 10, 2000)

分析测试新方法(168~170)

火焰原子吸收光谱法连续测定烟叶中的铜锰

高 芸

(合肥经济技术学院 合肥 230052)

摘 要:采用火焰原子吸收光谱法^[1]在同一体系中测定烟叶中的铜锰。方法简单,精密度和灵敏度高。相对标准偏差为0.44%~2.52%,回收率为96.5~102%。

关键词:火焰原子吸收光谱法;烟叶;铜;锰

中图分类号:O657.7

文献标识码:B

文章编号:1006-3757(1999)03-0168-03

铜、锰对于植物生长发育有重要作用,烟株中其含量虽然很低,但却必不可少。其含量的不足或过高都对烟株的正常生长发育不利。锰含量过高会出现灰色叶,缺锰时作物叶脉间呈现黄色,对叶绿素的形成起阻碍作用,光合作用减退^[2]。铜在烟株氧化还原中起催化作用。烟叶的化学组成也会由于这些微量元素的积累而发生变化,因此准确测定烟叶中的铜锰含量,对于改善烟叶品质有重要意义。本文采用火焰原子吸收光谱法在同一体系中研究了烟叶中铜锰的测定,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

PE-4100型原子吸收光谱仪(美国)。

硝酸,高氯酸,盐酸(分析纯)。

铜标准储备液:50 mg/L,准确移取5.0 mL铜标准液(1 000 mg/L,北京矿冶研究总院)于100 mL容量瓶中,用1%的硝酸定容至刻度,摇匀待用。

锰标准储备液:50 mg/L,准确移取5.0 mL锰标准液(1 000 mg/L,北京矿冶研究总院)于100 mL容量瓶中,用1%的硝酸定容至刻度,摇匀待用。

1.2 仪器工作参数

仪器使用的工作参数见表1。

1.3 样品制备

1.3.1 样品处理 将待测烟叶于恒温干燥箱中60℃烘干4~5 h,取出后用粉碎机粉碎,过筛,置于干燥器中备用。

1.3.2 样品消化 准确称取3.000 g样品于150 mL石英三角瓶中,加入30 mL浓硝酸,上置小漏斗,于电热板上低温加热,蒸发至近干后,冷却,加入15 mL 60%的高氯酸,继续小火加热消化至生成大量白烟,溶液呈无色或淡黄色后取下,冷却^[2]。用1%的HCl洗涤,过滤于50 mL容量瓶中,定容待测。

1.4 分析测试

取50 mg/L铜标准储备液,用1%的硝酸配成浓度分别为0.0 mg/L,0.5 mg/L,1.0 mg/L,1.5 mg/L,2.0 mg/L的铜系列标准液;取50 mg/L的锰标准储备液,用1%的硝酸配成浓度分别为0.0 mg/L,1.5 mg/L,2.0 mg/L,2.5 mg/L,3.0 mg/L的锰系列标准液。

表1 仪器工作参数

Table 1 Working parameters

元 素	波长(nm)	灯电流(mA)	狭缝(nm)	乙炔流量	空气流量(L/min)
Cu	324.8	15	0.70	2.5	8.0
Mn	279.5	15	0.20	2.0	8.0

按表 1 中的仪器参数,测定标准溶液的吸光度,绘制标准工作曲线,其回归率方程和回归率分别为:

$$Y = 0.0968X, r = 0.99989$$

$$Y = 0.0779X, r = 0.99987$$

图略。并在同一条件下测定样品中的铜锰吸光度,由标准曲线得出浓度含量。

2 结果与讨论

2.1 酸度试验

分别采用 1%~5% 的硝酸配制溶液,测试结

果表明,铜锰的吸光度恒定,可见酸度对这两种微量元素的影响不大,但考虑到硝酸原子化对人体有害,因此选用 1% 的硝酸稀释溶液。

2.2 方法的精密度

对同一样品进行了 10 次平行测定,RSD 的值在 0.44%~2.52% 之间,符合要求。结果见表 2。

2.3 回收率试验

在试样中分别加入已知量的铜锰标液,进行回收率的试验,结果见表 3。

表 2 方法的精密度

Table 2 Precision of method

样品号	元 素	测定平均值(μg/g)	标准偏差	RSD(%)
1	Cu	13.7	0.021	2.52
	Mn	31.7	0.008	0.44
2	Cu	12.7	0.008	1.08
	Mn	40.2	0.013	0.56
3	Cu	11.8	0.006	0.84
	Mn	36.7	0.011	0.50

表 3 方法的回收率

Table 3 Recovery of method

元 素	样品含量(μg)	加入量(μg)	测得总量(μg)	回收率(%)
Cu	8.40	5.00	13.4	98.0
		10.0	18.5	101
		20.0	28.1	98.5
		5.00	12.9	102
Cu	7.80	10.0	17.5	97.0
		20.0	27.3	97.5
		1.00	8.98	101
Mn	1.90	2.00	3.83	96.5
		4.00	5.87	99.3
		1.00	3.17	97.0
Mn	2.20	2.00	4.21	101
		4.00	6.17	99.3

结果表明,回收率在 96.5%~102% 之间,方法是可靠的。

本法的特征浓度分别是:铜 0.0471 (mg/L)/(1%),锰 0.0196 (mg/L)/(1%)。

参考文献

- [1] 孙汉文著. 原子吸收光谱分析技术[M]. 北京:中国科学技术出版社, 1992, 39:341.
- [2] 金闻博, 戴亚著. 烟草化学分析与烟气分析[M]. 江西:江西科学技术出版社, 1993, 274:277.

Continuous Determination of Cu, Mn in Tobacco Leaves by Flame Atomic Absorption Spectrometry

GAO Yun

(College of Economic and Technology of Hefei Heifei 230052)

Abstract: Continuous determination of Cu, Mn in tobacco leaves by flame atomic absorption spectrometry in the same system was reported. The method was simple. Both the precision and sensitivity were high. RSD was 0.44 % ~ 2.52 %, the recovery was 96.5 % ~ 102 %.

Key words: flame atomic absorption spectrometry; tobacco leaves; Cu; Mn

Classifying number: O657.7

文章编号: 1006 - 446X (2002) 01 - 0053 - 03

火焰原子吸收法连续测定 茶叶中铅、铜、锌、镉含量

刘凤萍¹ 陈新焕² 胡宇东²

(1. 湘潭师范学院化学系, 湖南 湘潭 411201; 2. 湖南出入境检验检疫局, 湖南 长沙 410007)

摘 要: 采用火焰原子吸收方法连续测定了茶叶中铅、铜、锌、镉的含量, 方法灵敏、准确。测定时无需富集、萃取, 操作简便, 回收率 93.0 % ~ 98.1 %, 相对标准偏差不得超过 5.3 %。

关键词: 铅; 铜; 锌; 镉; 火焰原子吸收法; 茶叶

中图分类号: O 657.31 文献标识码: A

茶叶作为我国的传统饮料和世界三大饮料之一, 其中的无机元素尤其是重金属的含量已越来越引起人们的关注。关于食品中铅、铜、锌、镉等元素含量的测定已有标准方法^[1], 但均为单独进行, 在测定铅、镉含量时还需用有机试剂进行富集、萃取, 不仅分析成本高, 而且操作繁琐、费时, 也难以满足批量样品测定的需要。文献^[2,3]曾报道了 X 射线荧光光谱法、离子色谱法在测定茶叶中多种元素中的应用, 本文提出采用火焰原子吸收光谱法直接测定茶叶中铅、铜、锌、镉的含量, 方法灵敏、准确, 操作方便, 前处理简单, 可一次性完成四个项目的测定。同时降低了分析成本, 减少了有机试剂的污染。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

PE3300 型原子吸收分光光度计 (美国 PE 公司), 配有 FAAS 计算机处理系统及铅、铜、锌、镉空心阴极灯。

铅、铜、锌、镉标准储备液: 1 mg/mL (国家标准物质研究中心提供)。

铅、铜标准使用液: 用盐酸 (1 + 11) 将铅、铜标准储备液稀释至 100 mg/L; 锌、镉标准使用液: 用盐酸 (1 + 11) 将锌、镉标准储备液稀释至 10 mg/L。

混合酸: 硝酸 + 高氯酸 (4 + 1)。

盐酸、硝酸为优级纯, 其余试剂为分析纯, 实验用水为去离子水。

所用玻璃仪器均以 (1 + 5) 硝酸浸泡过夜, 用自来水反复冲洗后用去离子水洗干净。

1.2 仪器工作条件

原子化器高度 7 mm, 狭缝 0.7 nm, 空气流速 6 L/min, 乙炔流速 1.2 L/min, 氙灯校正背景。各元素空心阴极灯的工作参数见表 1。

表 1 空心阴极灯工作参数

	Pb	Cu	Zn	Cd
波长/nm	283.3	324.8	213.9	228.8
灯电流/mA	10	8	6	8

收稿日期: 2001 - 11 - 21

1.3 样品溶液的制备

称取 5.00 g 粉碎的茶叶样品于 50 mL 瓷坩埚中, 小火炭化至无烟, 移入马弗炉中 500 ℃灰化 6~8 h, 冷却。加入 1 mL 混合酸, 低温加热, 不使干涸, 如此反复几次, 直到残渣中无炭粒, 放冷。用 10 mL 盐酸 (1+11) 溶解残渣, 将溶液过滤入 50 mL 容量瓶中, 用少量水多次洗涤坩埚, 洗液并入容量瓶中并定容至刻度, 混匀备用。同时做试剂空白试验。

1.4 测定

1.4.1 标准溶液的配制 分别吸取适量的铅、铜、锌、镉标准使用液, 用盐酸 (1+11) 配制成如表 2 所示的标准工作溶液。

表 2 标准工作溶液的配制 (单位: mg/L)

标 准	Pb	Cu	Zn	Cd
STD0	0.00	0.00	0.000	0.000
STD1	0.25	0.50	0.050	0.025
STD2	0.50	1.00	0.100	0.050
STD3	1.00	2.00	0.200	0.100
STD4	2.00	4.00	0.400	0.200

1.4.2 样品测定 将铅、铜、锌、镉工作溶液分别导入火焰原子化器进行测定, 绘制标准曲线, 以试剂空白液调零后测定样品溶液, 进而计算出样品中铅、铜、锌、镉的含量 (测锌时需将样品溶液适当稀释)。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线

将上述标准系列溶液依次导入火焰原子化器并进行吸光度值的测定, 分别绘制铅、铜、锌、镉的工作曲线, 其相关系数依次为 0.9994、0.9998、0.9993、0.9996。

2.2 方法检出限

以 3 倍的空白标准偏差计算, 铅、铜、锌、镉溶液的检出限依次为 0.024、0.010、0.002、0.003 mg/L。

2.3 回收率与精密度试验

向测试样品中添加适量的铅、铜、锌、镉标准溶液, 测定各元素的平均回收率, 并计算相对标准偏差, 结果见表 3。

表 3 回收率、精密度试验 ($n=5$)

元 素	加入量/μg	回收量/μg	回收率/ %	RSD/ %
Pb	3.00	2.79	93.0	5.3
Cu	25.00	24.16	96.6	3.9
Zn	40.00	39.24	98.1	5.0
Cd	0.200	0.195	97.5	4.6

2.4 样品分析

将拟定的方法用于实际茶叶中铅、铜、锌、镉含量的测定, 结果满意 (见表 4)。

表 4 样品分析结果 (单位: $\times 10^{-6}$, $n=4$)

样 品	Pb	Cu	Zn	Cd
1	2.9	19.9	38.3	0.16
2	3.8	20.2	40.8	0.18
3	1.2	21.5	31.2	0.062
4	2.7	17.4	26.9	0.093
5	4.2	29.3	35.7	0.20
6	3.1	26.4	34.8	0.15

2.5 结 论

采用火焰原子吸收光谱法连续测定茶叶中铅、铜、锌、镉的含量,经试验证明,方法简便,结果准确,相对现行使用的国家标准方法更具操作性、实用性。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家标准. GB/T 5009.12 ~ GB/T 5009.15 - 1996.
 [2] 季桂娟, 刘姝. 冶金分析, 2000, 20 (2): 60.
 [3] 吕海涛, 牟世芬. 理化检验化学分册, 2000, 36 (2): 5.

Continuous Determination of Pb, Cu, Zn, Cd in Tea by FAAS

LIU Feng - ping¹, CHEN Xin - huan², HU Yu - dong²

(1. Xiangtan Normal University, Hunan, Xiangtan 411201, China;

2. Hunan Entry - exit Inspection and Quarantine Bureau, Changsha 410007, China)

Abstract: A method for the continuous determination of Pb, Cu, Zn, Cd in tea by flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) has been developed with high sensitivity and fine accuracy. Preconcentration and extraction are not necessary for the determination, so the method is rapid and easy to operate. The recovery was 93.0% ~ 98.1%, and the RSD was not more than 5.3%.

Key words: Pb; Cu; Zn; Cd; FAAS; tea

文章编号:1000-9973(2002)03-0041-01

用硝酸铵作基体改进剂采用石墨炉原子吸收光谱法直接测定食盐中的铅

张笑言¹,王丽霞¹,王悦²

(1. 哈尔滨市产品质量监督检验所,黑龙江 哈尔滨 150036;

2. 哈尔滨中泰医药有限公司,黑龙江 哈尔滨 150000)

摘要:由于大量氯化钠的存在,采用石墨炉原子吸收光谱法直接测定食盐的铅,背景吸收严重,使原子化时非原子吸收信号极强而难得到铅的吸收信号。在本文中,介绍以硝酸铵作为基本改进剂,结合平台技术,采用石墨炉原子吸收法直接测定食盐中的铅。此方法简便快速,且回收效果好。

关键词:食盐;硝酸铵;铅

中图分类号:TS201.2

文献标识码:C

食盐的主要成分为氯化钠,采用石墨炉原子吸收光谱法直接测定食盐中的铅,由于大量的氯化钠存在,背景吸收严重,使得原子化时非原子吸收信号极强而很难得到铅的吸收信号,而影响测定结果。国标中采用pH=4的条件下,以吡咯烷二硫代氨基甲酸铵—甲基异丁基甲酮萃取,盐酸反萃取后用原子吸收光谱仪测定。此法pH要求严格,试剂需要临用现配,且萃取反萃取操作繁琐。本文以硝酸铵作基体改进剂,结合平台技术,采用石墨炉原子吸收法直接测定食盐中的铅。方法简便快速,且回收效果好。

1 仪器与试剂

PE3300 原子吸收分光光度计

配置 PE HGA—600 型石墨炉 PE

AS—60 型自动进样器材

铅空心阴极灯:波长 283.3 nm

铅标准工作液:1 μg/mL

硝酸铵:50%

2 仪器分析条件

2.1 仪器工作条件

铅空心阴极灯 波长 283.3 nm,氩气作保护气体,连续光源背景校正

2.2 平台石墨炉条件

平台温度 120℃,斜坡升温 60 s;灰化温度 700℃,斜坡升温 60 s;原子化温度 1800℃,保持 5 s;烧净温度 2600℃,保持 5 s。

3 分析方法

称取样品 1.000 g,用 0.2%硝酸溶解,定容于 100 mL 容量瓶中。另取铅标准工作液 0.4、0.6、1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 0.2%硝酸定容。此铅标准应用液浓度依次为 0.40、6.0、10.0 μg/mL。

自进样器设定取样液 10 μL,标液 10 μL,50%硝酸铵 5 μL,测回收率时 (下转第 47 页)

子发芽→长出菌丝→菌丝分枝再分枝构成一个网状的组织(菌丝体)。菌丝体在培养基的表面上或培养基的内部(里面)向各个方向蔓延生长,好像树根一样吸取营养→经过生长发育,到繁殖的时候由菌丝体向空气中直立的长出“子实体”,“子实体”即是可以产生孢子的构造体。

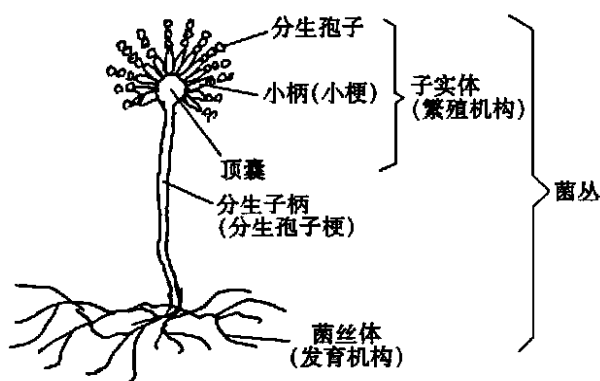


图2

米曲霉的分生孢子为黄绿色。

从分生孢子发芽→菌丝体形成(白色)→长出“子实体”(黄绿色),这是一个完整的生长周期。

酱油的酿造,就是要创造适宜的条件,

培养大量的米曲霉,然后再由米曲霉产生的(分泌的)蛋白酶、淀粉酶、脂肪酶等将原料的蛋白质、碳水化合物充分的分解,再经过复杂的生化过程,产生出酱油产品特有的色、香、味物质。

优良品质的酱油酿造,还需要细菌、酵母菌的共同参与,才能使酱油的风味更加完美。

近年研究发现,黄曲霉中的某些菌丝会产生黄曲霉毒素,特别是在发霉变质的花生或花生饼粕上容易形成。发霉的大豆粕及玉米也易产生这类霉菌的污染。黄曲霉毒素不但会引起家畜、家禽严重中毒、死亡,而且还容易使人诱发肝癌,对此,黄曲霉毒素的污染问题,已引起国内外的广泛重视。酱类及酱油生产用米曲霉,不产生黄曲霉毒素,但是由于空气中存在着黄曲霉,而米曲霉与之又不容易区分。因此我们在生产上务必特别注意,要尽量做到原料不霉变,同时严格要求,不使用霉变的原料。制曲时使用米曲霉纯菌种,严格曲室及制曲设备的灭菌,以杜绝生产中污染产生毒素的霉菌。

(上接第41页)自动取60 μg/L标准应用液5 μL,总进样量20 μL。依次进行标准系列,样品和样品回收率的测定。

4 结果与讨论

本法对四个不同食盐样品测定和回收试验测定结果见表1。

表1 不同食盐样品测定和回收试验测定

样 品	1	2	3	4
铅含量 μg/kg	23.14	54.59	17.16	28.67
加入60 μg/L标液	87.2	91.3	86.0	89.7
5 μL回收率 %				

基体改进剂硝酸铵的加入使样品中的氯化钠与硝酸铵反应形成硝酸钠和氯化铵,而

硝酸铵、硝酸钠和氯化铵在石墨炉中挥发温度都低于500℃,灰化阶段一开始从石墨管进样孔喷出大量样品烟雾说明氯化铵和硝酸钠被挥发。因此,氯化钠在灰化阶段即能消除,即硝酸铵能在仪器中使氯化钠转化为挥发形式。

即使存在极小的残留基体,使氘灯背景校正器可很容易地使信号全得到补偿。因此,在含有大量氯化钠的溶液中加入过量硝酸铵溶液,使原子化时很高的非原子吸收信号降低到容易控制的程度,回收率得到改善。

参考文献:

[1]李梅.原子吸收分析中基体改进技术[M].

[2]GB 5461—92[S].

文章编号: 1006-3110(2001)03-0239-02

石墨炉原子吸收法测定 NBS 菠菜中 Pb

丘红梅, 陈湘莹, 黎雪慧

摘要: 目的 建立一个准确简便的测定 NBS 菠菜中铅的方法。方法 采用横向加热平台塞曼效应扣背景石墨炉原子吸收法,以氯化钯-硝酸镁作基体改进剂,将灰化温度提高到 1100°C,测定 NBS 菠菜中铅。结果 该法降低了背景吸收干扰和灰化损失,提高了灵敏度,改善了精密度。方法检出限为 33 pg,回收率为 90%~95%。结论 该法准确可靠,具有一定实用价值。

关键词: 石墨炉原子吸收; NBS 菠菜干粉; 基体改进剂; 铅

中图分类号: O657.31; R155.5

文献标识码: B

美国国家标准局(NBS)制备的菠菜标准参考物(编号 1570)除含丰富的硅质外,还含有大量的 K、Ca、P、N、Al、Fe、Mn、Sr、Zn、Cu、Br、Ni、Cr、Th 等近三十种元素所组成的盐类,其中 K、Ca、P、Al、Fe 等每千克含量更是高达几百毫克以上^[1]。由于基体复杂,铅的分析测试存在较大的难度。我们根据 NBS 菠菜中各种盐含量较高和铅易挥发逸失的特点,研究了加入氯化钯-硝酸镁作基体改进剂,将灰化温度提高到 1100°C,采用横向加热平台塞曼效应扣背景石墨炉原子吸收法测定 NBS 菠菜中 Pb 的方法。该法降低了背景吸收干扰和灰化损失,提高了灵敏度和改善了精密度,现将结果报告如下。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂 帕金-艾尔默公司 PE-5100 型原子吸收分光光度仪,铅空心阴极灯,塞曼效应石墨炉。铅标准使用溶液:将国家标准物中心生产的铅标准储备液(1000 µg/ml,标准号 GBW08619)逐渐稀释至所需浓度 40 µg/L。钯-镁混合基体改进剂:称取 1.00g 氯化钯(英国进口,AR),用 5 ml 王水溶解,再用 5% HNO₃ 定容至 100 ml,此为改进剂 I。另取 0.4g 硝酸镁(GB),用水溶解至 100 ml,此为改进剂 II。改进剂 I 与改进剂 II 按 1:1 的比例混合即成。

1.2 仪器工作条件 灯电流 12 mA,波长 283.3 nm,狭缝 0.7 nm,PE 公司产 THGA 型石墨管,载气流量 250 ml/min,原子化阶段停气,进样体积 20 µl。石墨炉升温程序为:干燥温度 130°C,斜坡升温 5 S,保持 30 S;灰化温度 1100°C,斜坡升温 10 S,保持 15 S;原子化温度 1800°C,保持 5 S,净化温度 2400°C,斜坡升温 1 S,保持 2 S。

1.3 样品预处理 充分摇匀样品瓶后,于称量瓶中称取 5.00g 左右的样品,置 85°C 恒温烘箱内烘 2 小时后,取出置干燥器中室温下放置半小时后称样。

作者单位:深圳市卫生防疫站(中国广东 深圳 518020)

作者简介:丘红梅(1968-),女,广东省梅州市人,主管技师;陈湘莹(1965-),女,陕西省西安市人,主管技师;黎雪慧(1962-),女,海南省海口市人,技师。均从事原子吸收及原子荧光等仪器分析方法在卫生理化检验方面的研究和应用。

称取样品 1.000 ± 0.005 g 于 250 ml 三角烧瓶中,加入高氯酸 + 硝酸混酸(1:9)10 ml,玻璃珠数粒,瓶口放置小漏斗,于电热板上加热消化,至溶液澄清透明。移入 25 ml 容量瓶,定容待测。同时以同样的方法作双份试剂空白。

1.4 标准工作曲线的测定 在前述仪器工作条件下,利用仪器所具有的自动稀释功能进行标准工作曲线的测定和绘制,标准系列浓度为:0.0,10.0,20.0,30.0,40.0 µg/L,测定时加入 5 µl 氯化钯-硝酸镁作基体改进剂,所得标准工作曲线线性相关系数 $r = 0.9978$ 。

1.5 样品的测定 仪器工作条件同标准系列,依次以 5 µl 氯化钯-硝酸镁基体改进剂,20 µl 样品溶液的顺序进样,测定吸光值,在铅标准工作曲线上得出铅的浓度。

2 结果与讨论

2.1 基体改进剂的选择 铅是易挥发的元素,在灰化过程中容易损失。加入基体改进剂可提高灰化温度,避免了铅的灰化损失,使基体在灰化阶段能完成烧尽而降低了背景吸收干扰^[2]。

本实验选择不加基体改进剂、以硝酸铵-磷酸二氢铵-硝酸镁或氯化钯-硝酸镁作基本改进剂。前三种条件下,样品溶液的测定均无铅吸收峰且背景吸收干扰严重,未能达到消除背景干扰的目的。以钯-镁为基体改进剂的条件下,有铅吸收峰但加标回收率低,且背景吸收峰很高,表明基体干扰仍未消除。对样品溶液进行稀释 4 倍后,并加入 5 µl 钯-镁基体改进剂时,在前述仪器工作条件下,样品加标回收率可达到 90%以上,表明在此条件下基体干扰得以消除,基体改进剂效果良好。

2.2 检出限 根据 IUPAC 给出的光谱学检出限的定义连续测定 20 次空白值, $K=3$ 时计算检出限为 33 pg,校正曲线的线性相关系数是 0.9978;特征量为 48 pg。

2.3 精密度与回收率试验

2.3.1 精密度

2.3.1.1 相对相差试验 实验取三个平行样所得的 Pb 含量分别为 1.1, 1.1, 1.0 mg/kg, 平均值为 1.1 mg/kg。相对相差为 9.5%,符合 GB/T 5009.12-1996 相对相差 ≤ 20% 的要求^[3]。

缺铁性贫血的饮食治疗研究进展

周红, 钟毅

摘要: 对从提纯血红蛋白(Hb)强化合物、增加富含核黄素食品、铁螯合剂强化食品防治IDA加以总结,并对母乳喂养IDA的发生率进行评价,对富含铁营养餐及中医食疗防治IDA的现状进行描述。强调对于IDA的预防应着重多食富含铁及与铁吸收有关的微量元素的食品。

关键词: 缺铁性贫血;饮食治疗

中图分类号: R242

文献标识码: B

Progression on Dietary Therapy of Iron Deficiency Anemia ZHOU Hong, Zhong Yi(Guangdong provincial Traditional medical Hospital, China Guangzhou 510120)

Abstract: Iron Deficiency Anemia (IDA) is a common anemia in clinic. In recent years, many medical workers have studied the dietary therapy of IDA. This paper summarized prevention and treatment of IDA on fortification of food with purifying Hb, adding riboflavin rich food and Fe chelate additive. It also assessed IDA in breast feeding, and described the in Fe rich nutritional diet and dietary therapy of traditional medicine for preventing and treating IDA. To prevent IDA, food of Fe rich and promoting Fe absorption must be increased in the diet.

Key word: Iron Deficiency Anemia; Dietary Therapy.

缺铁性贫血(IDA)是由于体内缺少铁质而影响血红蛋白合成所引起的一种常见贫血,普遍存在于世界各地,在生育年龄妇女(特别是孕妇)和婴幼儿中这种贫血的发病率很高。由于每日连续经口补充各种铁制剂会导致胃肠铁吸收率迅速降低

作者单位: 广东省中医院(中国广东 广州 510120)

作者简介: 周红(1960-),女,广东佛山市人,副主任医师,研究方向: 中西医结合防治血液和肿瘤病。

以及铁制剂的胃肠道副作用,是迄今尚未能很好解决的两个难题,为此近年来众多医学研究者对防治铁缺乏症的饮食治疗进行了深入的研究,现综述如下。

1 提纯 Hb 强化合物防治 IDA

智利大学营养与食品技术研究所将屠宰场废弃牛血的血球部分通过离心与进一步脱水得到深红色粉末,每100g粉末

2.3.1.2 RSD 试验 对三个平行样进行10次平行测定,由表1可以看出,平行试验相对标准偏差小于3%,说明本方法有较好的重复性,达到分析要求。

表1 RSD 试验结果

样品编号	平均值($\mu\text{g/L}$)	RSD(%)
001	12.2	3.0
002	12.0	2.8
003	11.9	2.3

2.3.2 回收率 在与样品测定相同的条件下,取标准储备液加入,使样品加标浓度分别为10.0,20.0,30.0 $\mu\text{g/L}$ 进行回收测定,表2可见,从本法的精密度与回收率试验可以看出,平行试验相对标准偏差小于10%,加标回收率在90%~95%之间,可见本实验方法具有可靠的精密度与回收率。

表2 回收实验结果

样品编号	样品液测定值($\mu\text{g/L}$)	加标量($\mu\text{g/L}$)	加标测定值($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)
001	12.2	10.0	21.2	90.0
002	12.0	20.0	38.9	94.5
003	11.9	30.0	39.8	93.0

3 小结

根据 NBS 菠菜中各种盐含量较高的铅易挥发逸失的特点,研究了以氯化钡-硝酸镁作基体改进剂,将灰化温度提高,采用横向加热平台塞曼效应扣背景石墨炉原子吸收法测定 NBS 菠菜中 Pb 的方法。该法准确可靠,简便实用,结果令人满意。

[参考文献]

- [1] J. Paul Cali. National Bureau of Standards (NBS), [M] Certificate of Analysis (Standard Reference Material 1570 Trace Elements in Spinach). 1976.
- [2] 李述信. 原子吸收光谱分析中的干扰[M]. 北京: 北京大学出版社, 1987. 279.
- [3] GB/T 5009.12-1996.《食品中铅的测定方法》[S].

(收稿日期: 2001-05-08)

文章编号:1009-7961(2001)05-0023-02

石墨炉原子吸收法测定粮食中总铬

潘海燕,丁清波,陆梅

(淮安市环境监测中心站,江苏 淮安 223001)

摘要:研究并建立了石墨炉原子吸收分光光度法测定粮食中总铬的方法,用于实际样品的测定,得到了令人满意的结果。

关键词:石墨炉原子吸收分光光度法;总铬

中图分类号:TS201.4

文献标识码:A

准确测定粮食中金属的含量,对于研究动物营养学、防治与诊断人体代谢疾病以及环境污染监测等方面都有重要意义。铬是五毒成员之一,对于人体长期摄入并在体内积蓄,易引起“痛痛病”、贫血、泌尿系统疾病等。对于粮食中总铬的测定,传统的分光光度法灵敏度不够,若用火焰原子吸收,含量低时不能准确进行测定,为此,用石墨炉原子吸收分光光度法测定粮食中的总铬,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

PE—600 原子吸收分光光度计

AS—80 自动进样器

THGA 横向加势石墨管

铬空心阴极灯(PE 公司产品)

亚沸蒸馏器(实验中所用水均经重蒸馏)

硝酸(优级纯)

铬标准储备液,用光谱纯试剂配制

0.06%硝酸镁和1.00%磷酸二氢铵的混合基体改进剂

1.2 样品消解

将粮食样品用蒸馏水洗净后,在105℃烘干,称取0.5g左右试样于瓷坩埚中,在电炉上低温碳化至无烟,移入马弗炉中于550℃灰化完全,取出稍冷后加入1+1硝酸溶液2ml,置于电炉上微沸溶解,移入50ml容量瓶中,以水定容,摇匀,同时制作空白样。

2 结果与讨论

2.1 仪器操作条件的选择

实验研究了元素的操作参数,得出最佳工作条件,见表1。

2.2 标准曲线的制作

利用自动进样器,对标准工作溶液进行稀释进样,按表1.2作条件操作,进样20μl 0.06%硝酸镁和1.00%磷酸二氢铵的混合基体改进剂,绘制A-S曲线,实验所得曲线的相关系数大于0.9990。

表1 实验最佳工作条件

元素	升温步骤	温度(℃)	升温时间(s)	保持时间(s)	分析线(nm)	灯电流(mA)	狭缝(nm)	氩气流量(ml/min)
Cr	干燥	110	1	20	324.7	10	0.7	250
		130	5	15				
	灰化	1500	10	20				
	原子化	2300	0	5				
	清洗	2450	1	3				

注:原子化时停气

表2 铬的精密度和准确度

金属	样品测定值(ug/L)	加入量(ug)	回收量(ug)	回收率(%)	RSD(%)
Cr	0.40	1.00	0.95	95	2.4
	0.22	1.00	1.01	101	2.1
	0.35	1.00	0.92	92	1.9

收稿日期:2001-08-10;修改日期:2001-08-15。

作者简介:潘海燕(1974-),女(汉族),淮安市环境监测中心站助理工程师。

3.5 加强队伍建设

统计事业的巩固和发展,人才是根本,培养一支政治强、业务精、作风硬、结构合理的统计队伍,是一项跨世纪的工程,也是顺利实现统计制度改革、提高统计数据质量

的基础工作,所以应大力加强统计人员业务培训,提高他们的业务素质。广泛深入地开展统计职业道德教育,进一步提高广大统计工作者的职业道德水平,增强坚持实事求是和法制观念,增强反对弄虚作假的自觉性和坚定性。

Discussion on Improving Data Quality in Statistics

Chen Jian, Wang Jun

(Department of Economics and Management, Huaiyin Institute of Technology, Jiangsu, Huai An, 223001)

Abstract: Data quality is statistics' life. But now statistics work have some behavior, just like false data, of which we must prevent the occurrence. The behavior have some influence in impression of our Party our Country's international contactation. **Keywords:** Statistics Data; Statistics Department; Data Quality

(上接第 23 页)

表 3 作物样品测定结果

作物名称	总铬(mg/ kg)
大米	0.078
花生	0.051
玉米	0.096
小麦	0.012

2.3 干扰及消除

测定中的干扰主要来自:(1)样品中各种铬化物的相同条件下,其原子化温度不同;(2)大量有机物的存在,干扰较大;(3)易生成难熔高温氧化物。

经过多次实验,反复比较,最终选定了浓度为 0.06%硝酸镁和 100%磷酸二氢铵作为混合基体改进剂,可有效地分离背景吸收和原子吸收信号,提高灰化温度和原子化效率,消除基体干扰。

2.4 方法的精密度和准确度

为了考察分析结果的可靠性,对铬做了回实验,结果见表 2,由表可见,铬的回收率是令人满意的。

2.5 样品测定

按照本方法分别对本地区生产的花生、大米、玉米、小麦等作物中的总铬含量进行测定,结果见表 3

参考文献:

[1]李玉珍,邓宏筠.原子吸收分析应用手册[M].北京:北京科学技术出版社,1990.

[2]刘荣臻.火焰原子吸收光度法测定废水中总铬[J].环境监测管理与技术,2000,1(2):35.

Study of Determination of Chromium in Grain by Graphite

Furnace Atomic Absorption Spectrometry

Pan hai - yan Ding qing - bo Lu mei

Abstract: In this paper, we discuss and set up the suitable operating conditions for determination of chromium in grain by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. This method has been used to determine the element in grain with satisfactory.

Key Words: Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry; Chromium

文章编号:1001-0580(2002)06-0743-01

【检验技术】

石墨炉原子吸收法测定茶叶中铅镉硒

山西省太原市卫生防疫站(030012) 张艳钧 吕建民 张晓平 齐慧萍

中图分类号:R155.5

文献标识码:C

我们采用微波消解样品,石墨炉原子吸收法测定茶叶中铅镉硒。根据研究结果,提出一种快速、灵敏、准确测定茶叶中铅镉硒的分析方法。

仪器和试剂 AAnalyst 100 型原子吸收分光光度计,800 型石墨炉,AS-72 型自动进样器,铅、镉、硒空心阴极灯,热解平台石墨管(以上均为美国 PE 公司产品),MK-2 压力自控微波溶样系统(上海新科微波技术研究所)。铅标准溶液 100 μg/ml,镉标准溶液 100 μg/ml,硒标准溶液 100 μg/ml(均为国家标准物质研究中心提供)。茶叶标准物质(GWB07605),硝酸,过氧化氢,硝酸镍,硝酸镁,磷酸铵。

测定方法 (1)仪器工作条件(表 1)。(2)样品溶液的制备:称取制备好的茶叶(风干粉碎过 40 目筛)0.5g,于清洗好的聚四氟乙烯溶样杯内,加入 3.0 ml 硝酸,1.0 ml 过氧化氢,盖上聚四氟乙烯内盖,将溶样杯晃动几次,以下严格按照 MK-2 型压力自控微波溶样系统使用说明书操作,选择溶样压力为 1.5~2.0 MPa,时间 5~10 min 内消解完全,样品溶液无色透明或略显黄色,取出放冷,移入 10 ml 容量瓶中,用纯水洗涤溶样杯数次,合并洗涤液用纯水定容至 10 ml,备用,同时做试剂空白。(3)测定(分别测定铅、镉、硒):将仪器调至最佳

表 1 仪器工作条件

工作条件	铅	镉	硒
波长(nm)	283.3	228.8	196.0
光谱通带(nm)	0.7	0.7	2.0
灯电流(mA)	10	10	16
氩气流量(ml/min)	250	250	250
背景校正	氘灯	氘灯	氘灯
干燥温度(℃)	120	120	120
斜坡/保持时间(s)	10/50	10/50	10/50
灰化温度(℃)	450	350	900
斜坡/保持时间(s)	1/30	1/30	1/30
原子化温度(℃)	1800	1650	2100
斜坡/保持时间(s)	0/5	0/5	0/5
净化温度(℃)	2600	2600	2600
斜坡/保持时间(s)	1/5	1/5	1/5

状态,对铅、镉、硒标准系列进行编程,自动配制铅(0,20,40,60,80,100 μg/L)标准系列,镉(0,1,5,10,20,40 μg/L)标准系列,硒(0,10,20,40,80,100 μg/L)标准系列,同时对样品进行编程,由自动进样器进样 20 μl 标准溶液或样品溶液,测定铅、镉时进样 5 μl 标准溶液或样品溶液,测定铅、镉时进样 5 μl 基体改进剂(20g/L 磷酸铵),测定硒时进样 5 μl 基体改进剂[0.015 mg Ni + 0.01 mg Mg(NO₃)₂],测定峰面积,应用 AA WinLab 软件由仪器自动给出标准曲线及测定结果。

结果与讨论 (1)消化方式的选择:一般 5~10 min 可消解一个样品^[1],其次,微波消解是在密闭的容器中进行,铅、镉、硒的损失较少,由于微波消解中酸的消耗少,减少了酸带入的污染,提高了测定结果的准确性。(2)基体改进剂的选择:由于硒在高温下容易挥发,为了防止测定元素在灰化过程中挥发损失,选择加入某种金属离子,使其在灰化过程中与硒生成热稳定金属化物,将待测元素“固定”在石墨炉中。选择镍-硝酸镁作为硒的基体改进剂可使灰化温度提高至 900℃^[1]。而对于铅和镉则加入磷酸铵作为基体改进剂,消除基体干扰,结合平台炉技术及最大功率升温可使铅镉的测定取得满意结果。(3)标准曲线及检出限:铅在 0~100 μg/L 范围内,回归方程 $Y = 9.64 \times 10^{-3} X + 0.019$,相关系数 $r = 0.9991$ 。镉在 0~40 μg/L 范围内,回归方程 $Y = 6.25 \times 10^{-2} X + 0.006$,相关系数 $r = 0.9995$ 。硒在 0~100 μg/L 范围内,回归方程 $Y = 2.36 \times 10^{-3} X + 0.0009$,相关系数 $r = 0.9996$ 。铅的特征量为 13 pg,检出限为 8 pg,镉的特征量为 0.5 pg,检出限为 0.4 pg,硒的特征量为 33 pg,检出限为 30 pg。(4)方法的准确度及精密度实验:对茶叶样品进行测定并做加标回收实验,连续测定茶叶样品 6 次,统计相对标准偏差为铅:4.8%,镉:4.6%,硒:6.2%。方法精密度良好。茶叶样品加标回收率分别为铅:89%~104.8%,镉:91.9%~102.6%,硒:90.5%~98.2%,茶叶标准物质测定结果及样品加标回收实验证明本法有较好的准确度。

作者简介:张艳钧(1963-),女,主管技师,主要从事食品卫生理化检验。

参 考 文 献

[1] 李安模,魏继中.原子吸收及原子荧光光谱分析[M].北京:科学出版社,2000:168.

(2001-12-10 收稿 蔡天德编辑 赵淑艳校对)

作者简介:侯晓娜(1954-),女,蒙古族,呼和浩特市人,副主任技师,学士,从事临床微生物检测与监测工作。

参 考 文 献

[1] Tambic A, Power EGM, Talsania H, et al. Analysis of an Outbreak of Non-Phage-Typeable Methicillin-Resistant Staphylococcus

aureus by Using a Randomly Amplified Polymorphic DNA Assay[J]. Clin Microbiol, 1997, 35(12):3092.

[2] 钟志红,李若瑜,李冬梅,等.红色毛癣菌随机扩增 DNA 多态性研究[J].中华医学检验杂志,1997,20(1):35.

[3] 韦莉萍,朱冰,胡琼,等.金黄色葡萄球菌随机扩增 DNA 多态性的分型研究[J].中华检验医学杂志,2000,23(2):111.

(2002-04-12 收稿 蔡天德编辑 赵淑艳校对)

茶多酚中微量铜的原子吸收光谱分析

陈秀清 李立敏 李家菊 宋文华

(湖北省化学研究所, 武汉 430074)

摘 要 叙述了干灰法消化样品后, 利用原子吸收光谱仪测定茶多酚中微量铜的方法。该法的回收率在 90% ~ 105% 之间; 对同一样品进行 6 次平行测定, 其相对标准偏差为 3.9%; 结果可靠, 方法简便; 可用于实际样品分析。

关键词: 茶多酚, 铜, 原子吸收光谱。

茶叶自古以来就是人们喜爱的保健饮品, 茶叶中的多酚类化合物, 具有较强的抗氧化活性, 也早已被中外研究人员所发现。目前, 以茶叶为原料, 经提取而制得的以儿茶素为主体的多酚类化合物, 在食品和医药工业中作为抗氧化剂, 应用正日益广泛。

本文叙述了用干灰法消化样品后, 利用原子吸收光谱仪测定茶多酚中微量铜的方法, 通过回收实验, 测得添加回收率在 90% ~ 105% 之间, 对同一样品进行 6 次平行测定, 其相对标准偏差为 3.9%, 结果可靠, 方法简便, 可用于实际样品分析。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

PE-703 型原子吸收光谱仪; 标准型气体控制箱; SX-4-10 型箱式电阻炉; 铜空心阴极灯。

铜标准溶液: 按仪器说明书所示配制, 含量为 1 g/L, 使用前逐级稀释至所需含量; 硝酸: 经石英亚沸蒸馏器提纯。

茶多酚样品为本所研制。

1.2 仪器工作条件

仪器工作条件及标准曲线范围见表 1。

表 1 仪器工作参数及曲线范围

待测元素	波长 /nm	灯电流 /mA	狭缝 /nm	火焰 性质	曲线范围 /mg·L ⁻¹
铜	324.7	15	0.7	贫焰	0~5.0

1.3 样品的制备及测定

准确称取茶多酚样品 5 g 左右 (称准至 0.000 2 g, 置于石英烧杯中, 在电炉上炭化, 至白烟冒尽, 转移至马弗炉中, 升温到 550 ℃, 保温, 至样品灰化完全 (约 5 h)。待炉温降至 200 ℃ 以下时, 取出烧杯, 用硝酸溶液 (1+1) 1 mL 溶解残渣, 配至 10 mL 容量瓶中, 摇匀待测。

同时制备试剂空白一份。

铜标准系列:按 1.0、3.0、5.0 mg/L 质量浓度配制。

在前述仪器工作条件下,用浓度直读方式,输入上述标准,再分别测出样品及试剂空白中铜的含量,扣除空白,进而求得样品中铜的含量。

铜含量 w_{Cu} 按下式计算:

$$w_{Cu} (10^{-6}) = C \cdot V / m$$

式中: C 为测得的试液中铜含量 g/L; V 为试液体积 mL; m 为所称取试样的质量 g。

2 结果与讨论

2.1 测量结果、相对标准偏差及回收率

对同一样品进行 6 次平行测定,其结果如表 2。

表 2 测量结果及相对标准偏差

样品	含量/ 10^{-6}						相对标准偏差/%
	1	2	3	4	5	6	
茶多酚	2.055	2.216	2.061	2.028	2.068	2.096	3.9

在前述样品处理及测定条件下,测得添加回收率为 90% ~ 105% 之间。

2.2 讨 论

为了使元素挥发损失减至最小,炭化及灰化时须谨慎控制温度。笔者在 500℃ (1[#] ~ 3[#] 样)及 550℃ (4[#] ~ 6[#] 样)条件下分别处理样品,其结果一致。但在 500℃ 灰化完全需 14 ~ 15 h,费时冗长,因此,本实验采取 550℃ 为灰化温度,从回收实验来看,该温度是适宜的。

参 考 文 献

- 1 QB 2154-95 食品添加剂 茶多酚
- 2 GB 5009.57 茶叶卫生标准的分析方法
- 3 GB 5009.13-85 食品中铜的测定方法
- 4 GB 5009.12-85 食品中铅的测定方法

(收稿日期:1998. 3. 25)

Determination of Trace Copper in Tea Polyphenols by Atomic Absorption Spectrometry

Chen Xiuqing, Li Limin, Li Jiaju, Song Wenhua

(Hubei Institute of Chemistry, Wuhan 430074)

Abstract The content of trace copper in tea polyphenols was detected by atomic absorption spectrometry with dry-ash digestion of sample. The recovery was 90% ~ 105%, while the relative standard deviation was 3.9% ($n = 6$). The method is simple, reliable and can be used in the analysis of practical samples.

Keywords: Tea polyphenol, Copper, Atomic absorption spectrometry.