

等元素的分析^①。为此本文先以氨水中和，而后再加适量HCl。在这样的底液（下称H₂SO₄-HCl介质，未中和者称H₂SO₄介质）中Cu的灵敏度得到大幅度提高（与未中和时比较）；Pb的峰高在用标准品时虽无明显变化，但在样品分析中，其增益作用也是十分显著的。另外在H₂SO₄-HCl介质中，Cu、Pb的溶出电位均有一定程度的右移。

2. 样品消化程度的影响：用硝酸—硫酸法对食品作不同程度的消解，并用完全消化的同一样品作对照分析。发现凡未经消化（液样）或消化不完全的样品之结果均低于对照者，其差异具有显著性（表1）。这与前人的实验有较大出入^②。作者认为，由于食品的有机组份十分复杂，因此不论液态或固态，均需彻底消解，以使被测元素能全部离子化。

表1 样品消化程度的影响

号	名称	Pb (mg/kg)			Cu (mg/kg)		
		未消化	不完全消化	完全消化	未消化	不完全消化	完全消化
1	酱油	0.083		0.167	0		0.500
2	酱油	0.063		0.100	0		0.050
3	醋	0		0.100	0.300		0.500
4	醋	0		0.136	1.094		1.750
5	白酒	0.006		0.018	/		/
6	白酒	0		0.015	0.150		0.143
7	饴糖	0.063		0.208	/		/
8	饴糖	0		0.125	/		/
9	桑椹汁	0		0.01	0		0.409
10	葡萄汁	0		0.086	0.500		0.964
11	清油		0.150	0.386		0	0
12	粉条		0	0.350		0	0.100
13	豆付		0	0		3.250	3.375
14	豆付干		0	0.088		/	/

t=3.866 0.005>p>0.001

t=2.849 0.02>p>0.01

3. 线性范围及检出限：在本实验条件下，Pb、Cu在0~0.5 μg范围内，线性关系良好。因此用标准加入法可准确定量。样品中Pb、Cu的最低检出浓度约为0.1mg/kg (L)，若要进一步提高灵敏度，可改变仪器的预置状态（如延长富集时间、增大灵敏度开关或增益开关的档次）或加大样品用量。

4. 准确度和精密度：在12份样品消化液中同时加入Pb和Cu (0.1 μg/ml)，测定回收率。它们分别为93.0~108.0% 和 95.0

~115.0%，平均为100.2% 和 103.5% (表2,3)。又用不同汞膜对同一样品中的Pb、Cu测定7次（每次均重镀一次汞膜），得标准差分别为±0.0016 μg 和 ±0.0093 μg，变异系数分别为0.63% 和 2.31%。

5. DPSA与双硫脲法对照实验：为进一步考查方法的可行性，我们用CPSA和双硫脲法对15份样品（含酱油、醋、油、酒、奶粉、调味品等）的Pb、Cu含量进行了对照分析，结果经统计学处理，P均>0.05，差异无显著性（表4）。

表2 方法准确度

号	Pb			Cu		
	本底 (μg)	测得 (μg)	回收 (%)	本底 (μg)	测得 (μg)	回收 (%)
1	0.150	0.253	103.0	0.225	0.328	103.0
2	0.020	0.125	105.0	0.082	0.193	111.0
3	0.133	0.233	100.0	0.193	0.288	95.0
4	0.017	0.116	99.0	0.193	0.308	115.0
5	0.020	0.117	97.0	0.156	0.261	105.0
6	0.035	0.143	108.0	0.038	0.140	102.0
7	0.019	0.112	63.0	0.325	0.425	100.0
8	0	0.100	100.0	0.288	0.397	109.0
9	0.119	0.220	101.0	0.738	0.844	106.0
10	0.010	0.104	94.0	0.443	0.544	101.0
11	0.025	0.127	102.0	0.453	0.553	100.0
12	0.053	0.153	100.0	0.547	0.642	65.0

表3 方法精密度

测得值 (μg)	\bar{X}	S	CV
Pb 0.256(4次), 0.253(3次)	0.2547	0.0016	0.63
Cu 0.400(5次), 0.385, 0.417	0.4003	0.0093	2.31

四、小结

1. 用DPSA分析食品中的Pb、Cu, 具有准确、简便、快速、干扰少、灵敏度高、无氧接触和污染等优点。其平均回收率分别为100.2%和103.5%, 变异系数分别为0.63%和2.31%, 与双硫脲法相比, 结果无显著差异。

表4 对照试验

号	Pb (mg/kg)			Cu(mg/kg)		
	DPSA	双硫脲法	误差(%)	DPSA	双硫脲法	误差(%)
1	0.409	0.382	+7.07	2.750	2.517	+9.26
2	0.275	0.249	+10.44	0.143	0.136	+5.15
3	0.500	0.527	-5.12	2.125	2.313	-8.13
4	0.170	0.164	+3.66	0.522	0.533	-2.06
5	0.778	0.821	-5.24	0.909	0.900	+1.00
6	0.208	0.195	+6.67	0.636	0.633	+0.47
7	0.357	0.374	-4.55	11.428	11.146	+2.53
8	0.833	0.829	+0.48	11.111	11.708	-5.10
9	3.000	3.154	-4.88	12.222	13.057	-6.40
10	0.500	0.455	+9.89	4.286	4.299	-0.30
11	0.444	0.449	-1.11	6.500	6.528	-0.43
12	0.217	0.216	+0.46	1.700	1.835	-7.36
13	0.195	0.210	-7.14	2.111	2.000	+5.55
14	0.158	0.168	-5.95	1.400	1.333	+5.03
15	0.306	0.294	+4.08	1.300	1.267	+2.60

$$t=0.7709 \quad 0.5 > p > 0.4 \quad t=0.9425 \quad 0.4 > p > 0.3$$

2. 食品(液态和固态)含大量有机物, 必须彻底无机化后方能上机分析, 不然将导致负误差。

参 考 文 献

1. 周鸿裁。电位溶出法测定水中铅和镉, 中华预防医学杂志 1987; 4: 228。
2. 王曙等。用DPSA—I型微分电位溶出分析仪测定铅。内部资料。

欢迎订阅《中国公共卫生管理》

本刊系中华预防医学会主办的国家级期刊, 是国内唯一公开发行的卫生防疫事业管理杂志。以卫生防病体制(制度)改革、现代化科学管理和卫生防疫经济等方面的文稿为本刊内容, 是各级卫生行政机构、卫生防病单位的领导、技术管理人员、广大卫生防疫工作者以及医学院校卫生管理专业师生的良友。

季刊, 每期64页, 定价1.40元, 全年5.60元。国内统一刊号: CN23—1307, 自办发行, 预订者可向编辑部索取订阅单, 通过邮局或银行汇款。银行: 哈尔滨香坊安埠办事处, 帐号: 89601283—01。《中国公共卫生管理》编辑部(哈尔滨市香坊区香安街55号, 邮政编码: 150036)。