

氢化物发生——原子荧光光谱法测定食品中铅

阎 军 殷立芹 北京卫生检疫局 (100013)

目前,食品中铅的测定方法有分光光度法、原子吸收法及 ICP 法等。本文用氢化物发生——原子荧光光谱法测定食品中铅。

1 材料与方 法

1.1 原理 在酸性条件下,铅被硼氢化钠还原,与新生态的氢反应,生成氢化物气体(PbH_4)。以惰性气体(Ar)为载气,将氢化物导入电热石英炉中,基态原子(一般为蒸气状态)吸收特定频率的辐射而被激发至高能态,激发态原子在去激发过程中以光辐射形式发射出特征波长的荧光,其荧光强度与铅含量成正比,与标准系列比较定量。

1.2 主要仪器及试剂

AFS—210 型双道原子荧光光谱仪 北京海光仪器公司; Premium 386SX/16 计算机系统; 铅编码空心阴极灯 北京真空电子技术研究所; 电热消化炉; (4+1)硝酸(A.R)—高氯酸(A.R);1%草酸(A.R);10%铁氰化钾(A.R);0.75%—1.00%硼氢化钠(A.R);铅标准应用液($1.00\mu\text{g/mL}$);标准物质(小麦粉,甘兰粉和猪肝粉)。

铅标准系列的配置 于 50mL 容量瓶中分别加入 0.25,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50mL 的铅标准应用液($1.00\mu\text{g/mL}$),用少量水稀释后,加入(1:1)HCl 1.0mL,1%草酸 1.0mL,摇匀,再加入 10%铁氰化钾 2.0mL,用水稀释至刻度,放置 30min 后测定。其浓度分别为 5.00, 10.00, 20.00, 30.00, 40.00, 50.00ng/mL。

1.3 方 法

样品消化 称取 0.20~5.00g 样品于 50mL 三角烧杯中,然后分别加入酸消化试

剂,摇匀浸泡,放置过夜。次日,置于带温度控制器的电热消化炉,升温 60~70℃,进行消化,待棕黄色气体冒完后,升温至 100~150℃直至有机物完全碳化分解,溶液呈淡黄色或无色,加入(15~20mL)水继续加热,使溶液蒸发至 0.5~1.0mL 为止。冷后用少量水稀释,加入 1:1HCl 0.5mL,1%草酸 0.5mL,摇匀,加入 10%铁氰化钾 1.00mL,用去离子水稀释定容到 25mL,放置 30min 后测定。(同时做试剂空白试验)。

主要仪器参数 电流 75mA;电压 323V;炉温 800℃;炉高 19mm;载气 600mL/min;保护气体 1000mL/min;加还原剂时间 7.0S;读数时间 15.0S;延迟时间 0.0S;进样体积 2.0mL;

读数方式 峰高;

检测方式 标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 10 类 37 种进口食品中的铅进行了测定,结果见表 1。

2.2 线性范围、精密度及仪器的检出限 0.00~500.00ng/mL;6.72%;0.40ng/mL。

2.3 准确度

标准物质的测定 用本法分别测定小麦粉、甘兰粉和猪肝粉的标准物质,结果见表 2。

2.4 回收率的测定 本法分别对不同样品进行了回收率的测定,结果见表 3。

2.5 载气及保护气体的选择

载气流量大小对测定灵敏度有很大的影响,当载气流量大时,氢化物被稀释,并且基态原子在原子化器中停留时间过短,来不

及原子化,影响测定结果。载气流量小时,起不到搅拌作用,不仅反应慢,导入炉体也慢,信号峰有拖尾现象,还有产生记忆效应的可能。因而,本试验选用了载气流量为**600mL/min**。屏蔽气流(保护气体)可以避免石英管在加温过程中氧化及产生背景吸收,如果屏蔽气流过小,则不能起到上述的作用,本试验选用了屏蔽气流为**1000mL/min**。

表 1 10 类 37 种进口食品中铅的测定结果 μg/g					
样品 种类	样 品 名 称	铅的含量	样品 种类	样 品 名 称	铅的含量
粮 食 类	小 麦	0.0500	肉	牛肉饼	0.0224
	方便面	0.0305		鱼肉饼	0.0267
	稻 米	0.0374		鸡肉饼	0.0073
奶 类	心美力奶粉	0.0620	果	果 仁	0.0541
	雪印奶粉	0.0200		杏 仁	0.0097
	饮料奶	0.0537		葡萄干	0.0229
糖 类	巧克力	0.0318	酱 腌 菜	酱 酱	0.0830
	棉花糖	0.0653		腌 菜	0.0220
	白砂糖	0.0334		油	
酒 类	酒 (御鹿)	0.0153	油	棕榈油	0.0097
	酒 (XO)	0.0225		健美油	0.0015
	酒 (轩尼士)	0.0059		奶酪油	0.0035
饮 料	啤酒(Heinekn)	0.0175	类	椰子油	0.0334
	橘 汁	0.0080		鱿鱼粉	0.0200
	橙 汁	0.0084		红鱼片	0.0350
料 类	果 汁	0.0020		白鱼片	0.0439
	菠萝汁	0.0038		鱼肉丸	0.0267
	薄荷汁	0.0029		龙 虾	0.0311
类	贵族鲜桃	0.0720	类	甲 鱼	0.0412

表 2 各种标准物质测定结果 μg/g				
名称	标物含量	测定含量	S	CV%
小麦粉	0.35 ± 0.08	0.32	0.01	3.13
甘兰粉	0.28 ± 0.09	0.30	0.03	10.00
猪肝粉	0.54 ± 0.04	0.53	0.02	3.77

2.6 硼氢化钠加液时间的选择

在本试验中硼氢化钠作为还原剂,直接决定被测铅的灵敏度。硼氢化钠加液在一定时间里,灵敏度高,峰形较好;当硼氢化钠加液时间较长时,灵敏度随之降低,峰形较

差。因而,本试验选用硼氢化钠加液时间为**7S**,其浓度为**0.75% ~ 1.00%**。

表 3 样品中铅的回收率 ng					
名称	次数	原样含量	铅加入量	测得铅量	回收率 %
酒	6	0.018	50.00	45.075	90.15
油	6	0.033	50.00	44.250	88.50
鱼	6	0.044	50.00	51.000	102.00
小麦	6	0.051	50.00	48.125	96.25
橘汁	6	0.008	50.00	48.650	97.30
牛肉饼	6	0.024	50.00	56.200	112.40

2.7 不同酸介质及用量的选择

本试验分别测定了以盐酸、磷酸、硝酸、硫酸及高氯酸为测定铅的酸介质。其结果**5**种酸介质对铅较好的为**1:0.5 ~ 1:1**盐酸,考虑样品在消化过程中有一定的酸度的因素,因此,选用了**1:1**盐酸为本法的酸介质。存在于被测溶液中的酸介质用量的选择,直接影响到铅的测定结果,酸介质用量是测定铅的关键。其用量以**0.5 ~ 2.0mL**之间为宜。

2.8 共存离子的影响

本方法分别选用不同浓度的离子研究其对铅测定的干扰。绝大部分的离子在表中所列的浓度情况下,不干扰铅的测定。但**Fe**、**Ni**、**Sb**干扰较严重,**Sn**属中等干扰,加入基体改进剂之后,无显著性干扰。而一般的食品中这些共存离子的浓度均低于本试验所列的高浓度。

表 4 两种方法的比较 μg/g		
样品名称	HG—AFS	G—AAS
红 鱼 片	0.0164	0.0150
白 鱼 片	0.0598	0.0539
什 锦	0.0765	0.0763
鱼 肉 片	0.0181	0.0207
乳 清 粉	0.0556	0.0607

注: **1** HF—AFS: 氢化物发生—原子荧光光谱分析
2 G—AAS: 石墨炉原子吸收光谱分析

2.9 不同基体改进剂及配比的选择

为了提高灵敏度,减少干扰,分别试验

了一些基体改进剂的配方,其结果(1%草酸+10%铁氰化钾+1:1HCl)配方优于其它配方。

2.10 2种方法的比较

本试验与石墨炉原子吸收光谱分析(G—AAS)进行了比较,其值基本相同,结果见表4。本法具有干扰少,测定快速等优点,特别在减少高盐分的样品干扰方面尤

其显著。

5 参考文献

- 1 李有胜,氢化物原子化法测定痕量铅,理化检验(化学分册), 1992;28(1):11
- 2 李述信,原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法,北京:北京大学出版社, 1987,350

多聚酶链反应 (PCR) 扩增技术 检测生肉中单核细胞增生性李斯特氏菌

杜 蕾 任保国 北京市卫生防疫站 (100013)

单核细胞增生性李斯特氏菌(以下简称单增李斯特氏菌)是影响食品卫生的重要病原菌,可以引起食物中毒的李斯特氏菌病在人群和动物中暴发流行,已经引起世界各国食品卫生界的高度重视。我国没有报道人类李斯特氏菌病的流行,但是猪的李斯特氏菌病的爆发流行已有报道。1993年大连某大型养猪场发生李斯特氏菌病的爆发,最严重时,每天百余头猪死亡。^[1]近年来随着现代分子生物学的不断发展,人们对单增李斯特氏菌的生物学特性已有了比较全面的认识,出现了用分子生物学方法检测食品中李斯特氏菌污染的技术。^[3,4]为了将PCR技术应用于食品中单增李斯特氏菌的检测以及建立该菌引起食物中毒的快速诊断方法,我们于1993年11~12月对北京某地区4种生肉50件样品中的单增李斯特氏菌用PCR方法进行了检测分析。

1 材料与方法

1.1 材料

单增李斯特氏菌的标准株由中国商检技术研究所惠赠。

生肉样品 分3批用棉拭子采集北京市某集贸市场生肉摊点猪、牛、羊和鸡肉样品

共50件。

引物 由中国人民解放军军事医学科学院微生物学流行病学研究所提供。它是根据单增李斯特氏菌内化素(internalin)基因序列设计的一对各为20个核苷酸的引物,其扩增产物为446pb的核苷酸片断。

主要试剂 dNTPs、TaqDNA多聚酶、琼脂糖等均购自华美生物工程公司。

API试剂盒 BioMerieux提供。

1.2 方法

PCR试验 参照军事医学科学院微生物学流行病学研究所建立的PCR试验方法,^[3]向每只0.5mL Eppendorf管中依次加入41μL裂解液(含1×PCR Buffer, 0.5%NP-40,0.5%Tween-20)混合物,1μL dNTPs(每种含2μmol/L混合物,2μL引物(各5μmol/L)混合液,4μL肉样涂抹菌液(待测模板),4μL无菌液体石蜡油,将反应管置于DNA热循环仪中,97℃变性10min,72℃时加入TaqDNA聚合酶2μL(含1单位),然后进入DNA扩增阶段。

PCR条件 94℃变性1min,56℃退火1min,72℃延伸1.5min,共35个循环,最后72℃保持5min以保证延伸完成。

扩增产物分析 取40μL PCR产物直接

中国食品卫生杂志 1996年第8卷第1期