

端视 ICP- AES 法测定糖果中的 7 种微量元素

范 柯 王鲜俊 缪 红

(四川省成都市卫生防疫站, 四川 成都 610021)

糖果是广大群众喜爱的食品, 尤其受少年儿童的喜爱, 因此其重金属元素含量关系到青少年的生长发育。测定食品中的金属元素多采用原子吸收、分光光度法,^[1]其测定速度较慢、操作繁琐, 而电感耦合等离子体发射光谱法(ICP- AES 法)^[2]具有可同时测定多种元素, 线性范围宽; 采用水平置炬, 端视 ICP 技术, 使仪器增加了取样信号量, 减少背景干扰, 提高了测定结果的精密度及准确性; 检出灵敏度高等优点。我们应用端视 ICP- AES 法同时测定糖果中的铅、砷、铜、镉、锌、铁、钙 7 种元素。并对雾化效率、试样进样量、谱线选择、精密度及准确度等进行了研究, 证明方法简便、快速、准确, 应用于试样测定的结果令人满意。

1 材料与方方法

1.1 仪器与试剂

ICP 光谱仪 美国 TJA 公司 Trace Scan 电感耦合等离子体发射光谱仪, 玻璃同心雾化器, 旋流雾化室。

混合标准储备液 用国家钢铁材料测试中心、冶金部钢铁研究总院提供的 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 各元素标准储备液, 以 1% 硝酸为介质, 用时逐级稀释。硝酸为分析纯试剂, 所用蒸馏水为亚沸水。

1.2 分析条件

射频功率: 950 W, 1 150 W; 雾化气压力: 172. 25 kpa。进样量: 1. 5 mL/min; 积分时间: 2 s; 分析线: 铅 220. 3、砷 189. 0、铜 324. 7、镉 214. 4、锌 213. 8、铁 238. 2、钙 315. 8 nm。

1.3 校正曲线的绘制 取标准储备液用 1% 硝酸稀释成不同浓度的混合标准系列, 以 1% 硝酸为空白, 测定并绘制校正曲线。

1.4 试样处理 取试样 2. 0 g 于 150 mL 锥形瓶中, 加入 25 mL 硝酸及数粒玻璃珠混匀, 于电热板上加热硝化, 必要时可补加少量硝酸至硝化完全, 用亚沸水定容至 25 mL, 混匀, 若试样液混浊, 过滤, 取中段滤液上机测定, 同时做空白实验。

2 结果与讨论

2.1 条件实验

功率优化 实验证明 RF 功率为 1 150 W 时, 测定 Cd、Zn、Fe、Cu, 为 950 W 时测定 Pb、As、Ca, 发射光强, 光强稳定, 本文将测定程序分为两组, 由计算机控制转换 RF 功率。

雾化器压力优化 实验证明当雾化器压力为 172. 25 kpa 时, 灵敏度高且光强稳定, 本文选用之。

试样进样量的优化 实验表明, 试样进样量小于 1. 0 mL/min 时, 方法灵敏度较低, 进样量在 1. 2~ 1. 8 mL/min 之间时, 灵敏度高且恒定, 超过 2. 0 mL/min 时灵敏度下降, 本文选用 1. 5 mL/min。

谱线选择、干扰及背景校正 由于 ICP- AES 法中谱线的干扰很严重, 因此光谱干扰和背景补偿是发射光谱首要考虑的问题, 如 Fe 226. 505 nm 和 Cd 226. 502 nm, As 228. 812 nm 和 Cd 228. 802 nm, Pb 197. 272 nm 和 As 197. 297 nm 等谱线完全干扰, 因此我们通过对高浓度的标准溶液、试样液和试样空白液叠加扫描, 根据扫描图谱在各元素选择波长处无其它元素的谱线重叠和较强的连续背景干扰来确定待测元素的波长, 分析线、背景校正点见表 1。

2.2 方法检出限 取 10 次平行测定空白溶液的结果,按 IUPAC 规定计算,得各元素检出限,见表 2。

表 1 各元素分析线及背景校正点

波长	背景校正点			波长	背景校正点		
	峰右侧扣除		峰左侧扣除		峰右侧扣除		峰左侧扣除
	nm				nm		
Pb	220.3	0.018	- 0.019	Zn	213.8	0.020	- 0.025
As	189.0	0.022	- 0.018	Fe	238.2	0.025	- 0.023
Cu	324.7	0.042	- 0.049	Ca	315.8	0.046	- 0.044
Cd	214.4	0.025	- 0.021				

表 2 各元素检出限

元 素	Pb	AS	Cu	Cd	Fe	Zn	Cd
检出限	10.0	9.2	3.4	1.6	2.4	0.2	12.0

2.3 方法精密度及回收率 取同一试样平行测定 4 次,计算出相对标准偏差,在试样中加入适量标准溶液测定并计算出各元素的 4 次加标测定的平均回收率,见表 3。

表 3 各元素精密度及回收率

样号	元素	测定均值	RSD	加标量	加标测定值	回收率	样号	元素	测定均值	RSD	加标量	加标测定值	回收率
		mg/L	%	mg/L	mg/L	%			mg/L	%	mg/L	mg/L	%
1#	Pb	0.068	2.4	1.0	1.056	98.9	3#	Pb	0.048	1.2	1.0	1.026	97.9
	As	0.008	8.4	1.0	1.012	100.4		As	0.006	1.4	1.0	1.011	100.5
	Cu	0.064	1.4	1.0	1.066	100.2		Cu	0.198	0.7	1.0	1.192	99.5
	Cd	0.005	10.5	1.0	1.003	99.8		Cd	0.002	5.2	1.0	0.960	95.8
	Fe	0.006	3.7	1.0	1.012	100.6		Fe	0.024	1.2	1.0	1.012	98.8
	Zn	0.064	0.6	1.0	0.980	92.1		Zn	0.053	0.9	1.0	1.015	96.4
	Ca	12.900	0.4	20.0	32.400	98.5		Ca	8.270	0.8	20.0	29.450	104.2
2#	Pb	0.026	2.2	1.0	0.980	95.5	4#	Pb	0.126	0.4	1.0	1.062	94.3
	As	0.004	10.8	1.0	0.961	95.6		As	0.011	2.4	1.0	0.920	91.0
	Cu	0.178	0.8	1.0	1.182	100.3		Cu	0.258	1.4	1.0	1.262	100.3
	Cd	0.003	12.4	1.0	1.003	100.0		Cd	0.008	14.8	1.0	1.006	99.8
	Fe	0.012	2.8	1.0	0.921	90.9		Fe	0.006	3.2	1.0	0.962	95.6
	Zn	0.045	1.4	1.0	1.038	99.3		Zn	0.044	1.4	1.0	1.046	100.2
	Ca	20.850	0.3	20.0	41.060	100.5		Ca	5.680	0.8	20.0	25.820	100.5

参考文献:

1 杨惠芬,主编.食品卫生理化检验标准手册[M].北京:中国标准出版社,1998

2 陈新坤.电感耦合等离子体光谱法原理和应用[M].天津:南开大学出版社,1987

中图分类号:O657.31;TS246.5 文献标识码:C 文章编号:1004-8456(2000)03-0016-02

GC/MS 选择离子检测法鉴定污染食物中的毒鼠强

赵立文 吴国华 康君行 周 珊
(北京市卫生防疫站,北京 100013)

毒鼠强又称 424,是一种急性剧毒杀鼠药,化学名称为四次甲基二砷四胺。其化学性质稳定,对所有温血