

实验技术与方法

食品中总砷测定前处理条件对结果的影响

周 海

(南平市疾病预防控制中心,福建 南平 353000)

摘 要:目的 探索试样前处理过程中,赶酸条件控制的优化,试验用容器具中被测元素本底残留对原子荧光光度法检测痕量砷的污染权重放大效应。方法 采用湿消解法和微波消解法,在不同条件赶酸,用氢化物原子荧光光度法检测标准物质小麦粉中的砷含量,并与标准值比对。结果 试样前处理赶酸是否规范,将直接影响检测结果的准确性。被测元素本底污染权重放大作用,使检测结果高出标准值可信范围。结论 严格按照消解采用的酸的沸点控制赶酸温度,标准物质检测值在标准值可信范围。

关键词:食品;砷;荧光光度测定法;研究技术

Impact of Pretreatment on Result of Determination of Total Arsenic in Food

ZHOU Hai

(Nanpin Municipal Center for Disease Prevention and Control, Fujian Nanping 353000, China)

Abstract: Objective To explore the influence of pretreatment on the result of determination of total As in foods. **Methods** By means of wet digestion and microwave digestion, under different acid-driving conditions, the total As content in standard material, wheat flour, was detected by HG-AFS, and the result was compared with the standard value. **Results** Accuracy of the detection results was influenced by the procedure of the acid-driving pretreatment, and the amplification of the pollution weight of the detected element made the results higher than the credible range of the standard value. **Conclusion** The result of detection value of the standard material can be made within the credible range of the standard value, if the temperature during acid-driving is strictly controlled according to the boiling point of the acid used for digestion.

Key word: Food; Arsenic; Fluorophotometry; Investigative Techniques

在食品中砷的检测过程中,前处理是否彻底、酸度残留、实验器皿的污染程度会直接影响消解试液的上机检测结果。在日常检测工作中,有些细节往往被忽视,导致检测结果偏倚,作者就这些问题进行探索性研究。

1 材料与方 法

1.1 材料 标准物质小麦粉国家标准物质研究中心,GBW 08503b。定值日期:2004 年 5 月。砷标准值:0.32 μg/g,不确定度:0.07。

试剂 硫酸、硝酸,保证试剂,广东汕头西陇化工厂;高氯酸,保证试剂,上海桃浦化工厂;硫脲(分析纯),上海试剂一厂;硼氢化钾,95% CP,上海试剂一厂;试验用水,电阻 ≥8 MΩ·cm。

仪器设备 MK- 微波消解仪,上海新科微波溶样测试技术研究所;AFS-2202A 双道原子荧光光度计,北京万拓仪器有限公司。

1.2 方法 湿消解(A) 称取标准物质小麦粉精

确到 0.01 g,5 份,按 GB/T 5009.11—2003《食品中总砷及无机砷的测定》中氢化物原子荧光法前处理。

湿消解(B) 称取标准物质小麦粉精确到 0.01 g,5 份,按 GB/T 5009.11—2003 氢化物原子荧光法前处理,但硝酸沸点121℃,高氯酸沸点203℃,硫酸沸点338℃,严格控制电热板温度在 338~340℃之间,直到所有白烟冒尽,冷却后各加水25 ml,继续蒸发至近干,但应避免完全干。

微波消解(A) 称取标准物质小麦粉精确到 0.001 g,5 份于微波溶样罐中,各加 HNO₃ 5.0 ml 进行微波消解后,取出溶样罐,置于孔径于溶样罐相符的智能温控消解仪中,按 HNO₃ 的沸点121℃进行赶酸至消解液形成像黄豆大小的液珠并可滚动为止。

微波消解(B) 同样按微波消解(A)进行试样前处理,但赶酸至完全干枯。

2 结果与讨论

试样经 4 种不同赶酸法前处理后,按 GB/T 5009.11—2003^[1]氢化物原子荧光光度法检测,结果见表 1。

作者简介:周海 男 主管医师

表1 不同前处理法标准物质小麦粉砷含量

前处理法	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	标准值 ± 1.96 不确定度	μg/g
湿消解(A)	0.47(2.09)	0.49(2.10)	0.44(1.90)	0.47(1.80)	0.48(2.26)	0.32 \pm 0.14	
湿消解(B)	0.26(2.05)	0.29(2.03)	0.28(2.11)	0.25(2.17)	0.30(1.98)	0.32 \pm 0.14	
微波消解(A)	0.30(0.540)	0.37(0.510)	0.34(0.450)	0.40(0.470)	0.31(0.510)	0.32 \pm 0.14	
微波消解(B)	0.15(0.530)	0.11(0.480)	0.20(0.520)	0.19(0.500)	0.17(0.470)	0.32 \pm 0.14	

湿消解(A)是完全按 GB/T5009.11—2003 进行的,结果高于标准值,原因可能是没掌握好 H_2SO_4 的赶酸沸点,消解液中还能嗅出刺鼻的酸味,说明此法赶酸是不彻底的,因此导致测定结果偏高。湿消解(B)是基于湿消解(A)法,严格按 H_2SO_4 的沸点赶酸,直至白烟冒尽,不易嗅出刺鼻的酸味,所以湿消解(B)结果与标准值对照较接近(湿消解(B)与湿消解(A)经均数比较的 t 检验(双测), $t = 15.53$ $v = 8$ $P < 0.001$)。但湿消解(B)与微波消解(A)相比,结果略低,这可能是由于敞开式湿消解易导致检测成分的蒸发所致。微波消解(B)结果很低,可能是由于赶酸至干枯所致。因为荧光光度法检测需在 25 ml 内添加硫脲,所以洗涤用水只能控制在约 20 ml,而 20 ml 水很难彻底把干枯在溶样罐壁上消解物彻底洗净。再者,蒸发至干枯也易导致被测成分的过量蒸发。本次试验性研究微波消解(A)法条件控制最佳,所以检测结果与标准值最接近(详见表 1)。由此可

见,严格按照消解采用的酸的沸点控制赶酸温度,标准物质检测值在标准值可信范围。

在原子荧光光度法检测过程中,常出现个别比色管污染导致本底残留对荧光光度法痕量分析污染残留权重放大的问题,由于荧光光度法软件有取样量与测定液定容体积比问题,尤其是在采用微波法处理试样时,取样量仅 0.500 g,消化液定容 25 ml,软件参数比为 0.500/25,即:1/50。若本底残留为 0.01 μg ,则经软件换算处理就是 0.50 μg ,这样的结果在样本分析中所占权重是非常可观的。综上所述,试样的前处理是否规范将直接影响测定结果的准确性。

参考文献

- [1] GB/T5009.1~100—2003. 食品卫生检验方法 理化部分[S].

[收稿日期:2006-10-20]

中图分类号:R15;O613.63;O657.31 文献标识码:B 文章编号:1004-8456(2007)01-0054-02

[上接导读]

总结,形成文章。我们将对这样的文章在发表时间上给予方便。

学术规范是科技进步的保障,但有一些同志满不在乎。有的同志只看到署名在晋升、计算业绩中的好处,看不到署名所要担负的责任。有的人未经同意就把其他人特别是高学术地位的人的名字署上,一旦发生学术问题,必定引起纠纷。还有的人没有做过工作,甚至没有看过文章,就同意署上自己的名字。也有的同志没有经过工作或课题负责人的同意,就自作主张以自己的名义发表文章,这些都是不规范的表现。我们希望大家事实求是的在文章里署名,第一作者要保证每一位作者都真实地参与了工作,都确实看了文章而且同意在文章上署名(每个作者签字)。课题负责人、研究生导师要认真阅读、修改课题和学生的文章后再向编辑部投稿。很多审稿人很吃惊,为什么有的高学术研究单位的文章水平很差,这其中有的文章的作者是研究生导师和大课题负责人,由此怀疑稿件是否经过他们的审查和修改。从 2007 年起,本刊的参考文献格式按照国家有关规定进行了修改,请大家参考本期《中国食品卫生杂志投稿须知》的格式撰写。

2006 年在作者、审稿人、编委、各级领导和编辑部的努力下,《中国食品卫生杂志》圆满完成了任务。中国学术期刊(光盘版)电子杂志社、清华大学图书馆、中国科学文献计量评价研究中心统计的 2005 年我刊的影响因子为 0.811。我刊的发行量稳中有升,这在全国的科技期刊中是比较少的。在这里我们真挚地谢谢大家,让我们携起手来,共同完成 2007 年的任务并争取锦上添花。