

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							nm
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		
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							µg/L
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

动物有剧毒,可在生物体内蓄集,极易造成二次中毒。在环境中存在可达4年之久。国家有关部门已严令禁止使用。但是市场上仍有销售含有毒鼠强的鼠药。人畜误食屡有发生。本文论述了用GC/MS选择离子监测法鉴定污染食物中的毒鼠强。定性准确,灵敏度高。

1 材料与方法

1.1 试剂 毒鼠强标准品配成1 mg/mL标准液,石油醚、丙酮(分析纯 北京化工厂)。硅美吸附剂预处理小柱(津扬滤材厂)。

1.2 仪器 超声波振荡器(北京医疗器械厂)。GC-9A-FPD(日本岛津),CR-3A数据处理机。

1.3 提取与净化 取污染食物10 g,捣碎,加50 mL蒸馏水浸泡2 min,超声振荡2 min,抽滤。弃掉水溶液。残渣移入100 mL烧杯中,加入50 mL石油醚,超声5 min。抽滤,弃掉石油醚。残渣中加入20 g无水硫酸钠,研匀。加50 mL丙酮浸泡5 min,超声振荡5 min。抽滤,取20 mL滤液浓缩至2 mL。

1.4 柱层净化 预处理小柱依次用5 mL丙酮和5 mL石油醚淋洗,取2 mL提取液过柱。待分析。

1.5 GC-MS分析

分析条件 色谱柱:2 m×3 mm玻璃柱,内填2% ov-1。担体:60~80目 chromosorb. h. p.。温度:柱箱,190℃;进样口,220℃;分离器,250℃;离子源,250℃。电离电压:70 eV。

试样分析 依上述条件对标准试样进行分析,选择特征离子240,212,132。其中240为毒鼠强的分子离子峰。按这3个特征离子质荷比对试样进行分析。见图1、图2、图3、图4。

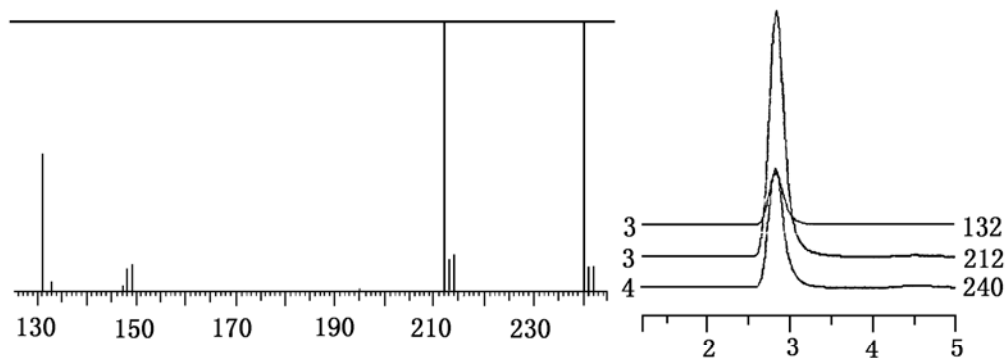


图1 毒鼠强标准品质谱图

图2 毒鼠强标准品离子碎片图

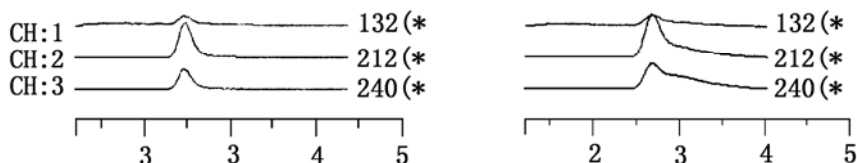


图3 烙饼试样离子碎片图

图4 猪肉丸子试样离子碎片图

2 结果与讨论

2.1 图2为毒鼠强标准品的离子碎片图,图3为中毒者食用的烙饼提取液的离子碎片图,图4为中毒者食用的猪肉丸子提取液的离子碎片图。在市场上购买了同种食物进行了空白试验,未见干扰。

2.2 从质谱分析结果可以看出试样中有毒鼠强,240为分子离子峰。

2.3 方法检出限和回收率 方法最小检出限0.05 mg/kg。在0.05~1.0 mg/kg范围内回收率为82.6%~93.5%。

2.4 选择离子监测法同时测定保留时间和被检测化合物毒鼠强的特征碎片离子数,其具有灵敏度高,选择性

强,可对色谱上分离不好的峰进行分离,使定量和定性更加准确。用本方法分析污染食物中的毒鼠强比 GC – FID 法灵敏度高,抗干扰性好。

2.5 由于毒鼠强溶于丙酮,提取液经填冲硅镁吸附剂的小柱后,杂质被吸附在小柱上,毒鼠强在柱上没有保留。

2.6 毒鼠强不溶于石油醚,故可以用石油醚洗掉试样中酯溶性杂质。无水硫酸钠加入量应视试样含水量来定。将试样研成粉状(不结块)即可。

2.7 试样毒鼠强含量低时可先将试样浓缩再进行分析。

参考文献:

- 1 李树林.毒物的毒理与毒物分析[M].北京:人民卫生出版社,1989,189~ 225
- 2 周建华.生物检材中毒鼠强的气相测定方法[J].刑事技术,1994,(1):3
- 3 关福玉.血样和尿样中毒鼠强的 GC 测定方法的研究及初步应用[J].色谱,1993,11(6):33
- 4 秦益明.“424”特效灭鼠灵中毒的检验[J].刑事技术,1990,(3):19~ 20

中图分类号:O657.63;TS207.5+3 文献标识码:C 文章编号:1004-8456(2000)03-0017-03

食品中出血性大肠杆菌 O157:H7 检验方法的建立

陈倩¹ 贾珍珍¹ 郭福全²

(1.北京市卫生防疫站,北京 100013;2.卫生部北京生物制品研究所,北京)

O157:H7 大肠杆菌是出血性大肠埃希氏菌(Enterohemorrhagic *E. coli* EHEC)的一个常见的血清型。自 1982 年美国首次发生由 O157:H7 大肠杆菌引起的食物中毒小型爆发以来,欧美各国、日本相继有本菌所致疫情爆发的报道。已知 O157:H7 是一种以食物传播为主要传播途径的人畜共患疾病的病原菌,生食受污染的食品或饮用水可引发感染,有时可导致大规模爆发流行。我国同样存在 O157:H7 引发食物中毒的隐患,建立统一的食物中 O157:H7 检验方法迫在眉睫。为此,我们参考日本厚生省及 USDA 检验方法,^[2,5]建立了适用于我国基层大规模的检测食品中 O157:H7 的检测方法,并对其进行了方法验证和实际试样检测。

1 材料和方法

1.1 菌株 EHEC 882364 由中国预防医学科学院流行病学微生物学研究所提供。大肠杆菌 44113 来自中国药品生物制品检定所。鼠伤寒沙门氏菌、绿脓杆菌菌株为本室保存。

1.2 培养基和试剂 普通营养肉汤;普通营养琼脂平板;m(EC)增菌肉汤(卫生部北京生物制品研究所);新生霉素(n)(Sigma 公司产品),在 m(EC)增菌肉汤中终浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$;山梨醇麦康凯分离培养基(SIB)(卫生部北京生物制品研究所);头孢拉定(C)(上海新亚药业有限公司)终浓度为 0.05 mg/L ;亚碲酸钾(T)(陆桥新技术有限责任公司);CT-SIB 培养基,在 SIB 培养基中加入 0.05 mg/L 的头孢拉定、0.5 mg/L 的亚碲酸钾;LIG 培养基(卫生部北京生物制品研究所);TSI(三糖铁)培养基(陆桥新技术有限责任公司);肠出血性大肠杆菌 EHEC 诊断血清(卫生部北京生物制品研究所)。

1.3 食品试样 北京某超市鲜鸡肉、猪肉共 30 件。

1.4 染菌试样 采自菜市场的猪肉馅。将 EHEC 菌株用普通营养肉汤增菌,37℃培养 24 h,将增菌肉汤进行梯度稀释,用营养琼脂平板对 EHEC 计数,稀释度选择为 1×10^{-5} 、 1×10^{-6} 、 1×10^{-7} 。吸取上述稀释液各 1 mL,分别均匀滴加到 25 g 猪肉馅中,成为人工染菌试样。

1.5 检验方法

增菌 无菌称取试样 25 g,置于 225 mL m(EC)n 增菌肉汤,8 000 r/min 均质 2 min,41℃培养 18~24 h。