

表2 免疫亲和柱荧光光度法测定醋中黄曲霉毒素  
(B<sub>1</sub> + B<sub>2</sub> + G<sub>1</sub> + G<sub>2</sub>)含量的回收率和精密度 %

添加浓度 μg/kg	实测值 μg/kg	回收率	平均回收率	相对标准差 RSD
1.0	0.95	95.0	97.3	6.3
	0.97	97.0		
	0.93	93.0		
	1.00	100.0		
	1.10	110.0		
	0.97	97.0		
	0.89	89.0		
2.0	1.7	85.0	89.3	3.6
	1.8	90.0		
	1.8	90.0		
	1.7	85.0		
	1.9	95.0		
	1.8	90.0		
	1.8	90.0		
5.0	4.5	90.0	86.9	5.1
	4.3	86.0		
	4.2	84.0		
	4.0	80.0		
	4.5	90.0		
	4.7	94.0		
	4.2	84.0		

试验,重复操作6次和7次试验,回收率试验平均值和相对标准差结果见表1、表2。平均回收率在85%以上。其中酱油的添加平均回收率89.3%~103.5%,相对标准差4.6%~11.9%,醋的添加平均回收率为86.9%~97.3%,相对标准差为3.6%~6.3%。

#### 参考文献:

- [1] 台湾标准. CNS 4090, N6. 97. 1997. 食品中黄曲霉毒素检验法[S].
- [2] AOAC official methods of analysis [J]. Supplement march 1995.
- [3] Mary W Trucksess, Michael E Stack, Stanley Nesheim, et al. Immunoaffinity column coupled with solution fluorometry or liquid chromatography postcolumn derivatization for determination of aflatoxins in corn, peanuts, and peanut butter: collaborative study [J]. J ASSOC OFF ANAL CHEM, 1991, 74(1): 81—88.

[收稿日期:2002-08-20]

中图分类号:R15;O657.31;Q949.32 文献标识码:B 文章编号:1004-8456(2003)05-0412-03

## 微型核反应堆超热中子活化分析食品中的微量砷

张瑛 刘岚铮 刘素华

(济南市疾病预防控制中心,山东 济南 250013)

**摘要:**为提高食品中微量砷的检测能力,利用在微型核反应堆安装的超热辐射孔道对样品进行照射降低样品的本底值后测定食品中的微量砷。方法的检出限为  $6.7 \times 10^{-9}$  g,  $RSD = 4.3\%$ ,样品的回收率在98%以上。微型核反应堆超热中子活化分析法可用于食品中微量砷的检测。

**关键词:**中子活化分析;食品;砷

### Miniature neutron source reactor epithermal neutron activation analysis for trace arsenic in food

Zhang Ying, et al.

(Jinan municipal center for disease prevention and control, Shandong Jinan 250013, China)

**Abstract:** To increase the detectable level of trace, samples were irradiated by epithermal irradiation tube of miniature neutron source reactor to decrease effect of basis, then the trace arsenic was detected in food. The detectable limit of this method is  $6 \times 10^{-9}$  g,  $RSD = 4.3\%$ , recovery rate  $> 98\%$ . This method is suitable for determination of microscopic arsenic in food.

**Key Words:** Neutron Activation Analysis; Food; Arsenic

一般测定食品,样品大都需要提前消化处理,如果试剂纯度不够,容易造成试剂空白值高,如果消化

温度过高,就有可能造成样品中砷的损失,影响测定结果。微型核反应堆中子活化分析,具有灵敏度高、准确度好、精密度高、无试剂空白、分析元素广及操作简单等优点,在地质学、生物学、环境科学中被广

作者简介:张瑛女 主管技师

泛地应用。<sup>[1,2]</sup> 本文利用微型核反应堆超热中子活化分析法测定食品中微量砷。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器和试剂

微型核反应堆 MNSR—C 型, (中国原子能科学研究院); PCA—型微机多道能谱仪系统; 同轴高纯锗 P 型探测器, 对<sup>60</sup>Co 1332 keV 相对效率 30%, 分辨率为 2.0 keV, 峰康比 50:1; 超热中子辐射孔道。国家一级标准物质: 茶叶 (GBW08505); 桃叶 (GBW 08501); 大米粉 (GBW 08502); 小麦粉 (GBW 08503); 猪肝 (GBW 08551); 甘兰 (GBW 08504)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 标准品及试样的制备

标准品制备 把直径为 1 cm 的圆滤纸放置在预先用 (1+1) HNO<sub>3</sub> 清洗过的乙烯膜上, 用微量移液器吸取一定量的砷标准溶液滴在滤纸片上, 在红外灯下烘干, 包好制成样靶。

试样制备 取样品大约 0.2 g 置于用 (1+1) HNO<sub>3</sub> 清洗干净的聚乙烯膜上, 在红外灯下烘干, 包好制成样靶。

#### 1.2.2 中子活化分析

将标准品与试样放入预先用 (1+1) HNO<sub>3</sub> 清洗干净的聚乙烯盒内, 热封后, 用快速气动装置送入反应堆超热孔道内辐照。照射条件为: 中子注入量  $5 \times 10^{11}$  n/s cm<sup>2</sup>, 照射 10 h, 冷却 2~3 d 后用同轴高纯锗探测器测量<sup>76</sup>As 的 559 KeV 峰, 测量时间为 1 000~7 200 秒, 用能谱仪记录其特征峰, 由 IAE/NAA 分析软件进行谱分析和数据处理。

## 2 结果与讨论

### 2.1 辐照方法的选择

食品中含有 Na、K、Br、Cl 等元素, 它们在被反应堆热中子照射以后, 会产生较强的放射性, 使砷的测定检出限升高, 从而影响砷测定的准确度、精密度, 然而他们的热中子截面<sub>0</sub>大, 超热中子截面<sub>10</sub>小, 砷则相反, 砷的超热中子截面<sub>10</sub>大, 热中子截面<sub>0</sub>小。文献[1]给出了 Na 的镏比为 15.6, 而砷的镏比为 2.0。因此, 用超热中子照射样品有利于 As 的测定。

### 2.2 检出限比较

为了检验用超热中子分析是否对测定检出限有所改善, 取双份试样, 一份用热中子辐照, 一份用超热中子辐照, 照射测量条件同前。检出限计算公式:

$$DL = \frac{3 \cdot \sqrt{A}}{S} \text{。式中 } A \text{ 是试样谱本底计数, } S \text{ 是单}$$

位含量元素活化产生的谱净计数。测量后计算出的结果是: 用热中子照射的试样 As 的检出限为  $0.06 \times 10^{-6}$  g, 用超热中子照射的试样 As 的检出限为  $0.0067 \times 10^{-6}$  g。

### 2.3 干扰试验

由于食品类样品无机元素较少, 因此对<sup>76</sup>As 产生的谱线干扰元素也很少, 虽说用镏屏蔽掉大部分的 Na、K, 但是试样中仍然有一部分 Na、K 等被活化, 它们产生的放射性提高本底影响<sup>76</sup>As 测定, 这时要选择适当的冷却时间进行测量, 使<sup>24</sup>Na、<sup>42</sup>K 的影响降到最低。其次<sup>82</sup>Br 的 554 keV 峰也影响<sup>76</sup>As 的 559 keV 峰的测量, 如果试样中 Br 含量较高时, 改用<sup>76</sup>As 的另一能量峰 658 keV 进行测量。

### 2.4 回收率

为了验证是否在烘干过程中有砷损失, 把砷标准品加入到试样中, 在红外灯下烘干, 用聚乙烯膜包好制成靶照射, 回收率均在 98% 以上。

### 2.5 精密度

用国家一级标准物质 GBW 09101 平行作了 12 份, 以检验其精密度。最终测定结果为砷平均值为  $0.61 \times 10^{-6}$  g,  $RSD = 4.3\%$ 。

### 2.6 标准物质的分析

对国家一级标准物质进行分析, 其结果见表 1。从表中可以看出对国家一级标样的测定值与推荐值基本吻合, 这说明超热中子活化分析能满足食品中砷的测定。

表 1 样品及标准物质的砷的分析结果对照  $\mu\text{g/g}$

样品名称	测定值	推荐值	RE %
GBW 07406	224	220	1.8
茶 叶 GBW 08505	0.176	0.191	- 7.9
桃 叶 GRW 08501	0.30	0.34	- 11.8
大米粉 GBW 08502	0.064	0.051	25.5
小麦粉 GBW 08503	0.20	0.22	- 9.1
猪 肝 GBW 08551	0.047	0.044	6.8
甘 兰 GBW 08504	0.054	0.056	- 3.6

结果表明, 用超热中子活化分析测定食品中的微量砷, 灵敏度高、准确度好、精密度也高, 简单、快速, 是分析食品中微量砷的又一方法、途径。

### 参考文献:

- [1] 徐卫东, 刘耀华. 分析测试技术论文集[C]. 中国地调局, 2000, 159—167.
- [2] 柴之芳. 活化分析基础[M]. 北京: 原子能出版社, 1982, 327—351.

[收稿日期: 2003 - 04 - 18]

中图分类号: R15; O657.4 文献标识码: B 文章编号: 1004 - 8456(2003)05 - 0414 - 02

微型核反应堆超热中子活化分析食品中的微量砷——张 瑛 刘岚铮 刘素华

— 415 —