

表4 正常人与乙肝病毒携带者血清微量元素含量测定及统计结果 (mg/L)

| 元素 | 例数 | 正常人 X ± SD | 乙肝病毒携带者 X ± SD | P |
|----|----|--------------------------------|--------------------------------|-------|
| 钙 | 30 | 100.7 ± 0.30 | 84.8 ± 0.53 | <0.01 |
| 镁 | 30 | 18.6 ± 0.10 | 19.6 ± 0.19 | >0.05 |
| 锰 | 30 | 2.72 × 10 ⁻³ ± 0.41 | 2.82 × 10 ⁻³ ± 0.05 | >0.05 |
| 镉 | 30 | 0.81 × 10 ⁻³ ± 0.14 | 0.72 × 10 ⁻³ ± 0.05 | >0.05 |

3.1 由表3可见,乙肝病毒携带者血清钙比正常对照组降低,统计学处理有非常显著性差异, $P < 0.01$ 。乙肝病毒携带者血清中镉、镁均有所上升,锰有所降低,但统计学无显著差别。

3.2 肝脏是人体最重要的生化代谢器官,肝脏疾病必然造成微量元素代谢的改变,并在一定程度上再现了肝病的特征^[1]。据报道,乙型肝炎病人血清中锰含量低于正常人,血清镉及发中镁高于正常人^[2,3]。在测定中,乙肝病毒携带者血清镁、锰、镉与正常对照组差异不大,可能是由于乙肝病毒携带者肝组织尚未受到严重损害有关。从微量元素的角度,乙肝病毒携带者血清镁、锰、镉等的改变可能是肝脏病变的信号。

钙是人体内含量最多最重要的矿物元素之一。严重肝病常会并发软骨病,这是由于严重肝病患者在肝脏内生成维生素D及其羟化物的能力降低,造成钙代谢失调所致。乙肝病毒携带者肝功能未受到严重损害,但血清钙降低是值得医学工作者关注的问题,有待进一步研究。

参考文献

- 1 胡恒龙,微量元素在肝病中代谢变化及意义。微量元素,1991,(4):1
- 2 吕敏和等,病毒性肝炎与Cu、Zn、Cd、Mn微量元素关系的研究。山东医科大学学报,26(1):55
- 3 刘玉梅等,乙肝患者发镁含量与发病关系的探讨。微量元素与健康研究,1996,13(2):6

石墨炉原子吸收光谱法测定 食品中的铅和砷

靳雪梅 刘素华

(济南市卫生防疫站, 济南 250013)

摘要 对石墨炉原子吸收光谱法测定食品中的铅和砷进行了研究,以硝酸镍作为基体改进剂,用 $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}_2$ 消化样品,然后直接进样的分析技术。该法操作简便,取样量少且回收率高,样品基体干扰消除较完全,极大地改善了铅、砷的检出限,测定灵敏度大大提高。应用该法,铅、砷的线性范围均为 $0\mu\text{g/L} \sim 80\mu\text{g/L}$;回收率分别为 101.5%, 90.4%;变异系数分别为 4.1%,

5.6%;检出限分别为 $2\mu\text{g/L}$, $4\mu\text{g/L}$ 。

关键词 食品, 铅, 砷, 石墨炉原子吸收法

引言 食品中的铅、砷采用原子吸收光谱法测定时,由于样品基体复杂,背景干扰大,很难全部消除。本文对此进行了研究,用 $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}_2$ 消化样品,以硝酸镍作为基体改进剂,直接进样

测定食品中的铅和砷。方法简便，提高了测定灵敏度，样品的基体干扰消除较完全，取得了满意的结果。

1. 材料与方方法

1.1 仪器与试剂

GGX-4 型 Zeeman 原子吸收光谱仪 (地质仪器厂);

硝酸: G.R., 双氧水, 基体改进剂: 溶解 24.780g 优级纯的 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 于重蒸馏水中, 然后稀释定容至 100ml。

铅标准贮备液: $\rho(\text{Pb}) = 0.1\text{mg/ml}$

砷标准贮备液: $\rho(\text{As}) = 0.1\text{mg/ml}$

标准使用液: 用 $\varphi(\text{HNO}_3) = 0.2\%$ 硝酸溶

液分别将铅、砷标准贮备液稀释成 0、10、20、50、80 $\mu\text{g/L}$ 的标准使用溶液, 每 100ml 标准溶液中含 2.0ml 基体改进剂。

1.2 样品处理

称取 1.00g 样品于 150ml 三角烧瓶中, 加 0.2ml 基体改进剂和 10ml 硝酸, 于电热板上加热消化至体积约为 3ml 时, 再滴加 30% H_2O_2 和硝酸直至消化完全。冷却后, 用重蒸馏水稀释定容至 10ml。

1.3 测试条件

仪器的测试条件见表 1。

1.4 测定方法

分别吸取铅或砷标准系列及处理好的样品溶液进样 20 μl , 峰高积分测定, 与标准系列比较, 计算样品中铅、砷含量。

表 1 仪器测定条件

| 元素 | 干燥 | 灰化 | 原子化 | 净化 | 波长 (nm) | 光谱通带 (nm) | 灯电流 (mA) |
|----|--------|--------|-------|-------|------------|--------------|-------------|
| Pb | 150℃ | 1000℃ | 2500℃ | 2600℃ | 283.3 | 0.4 | 5 |
| | 升温 15s | 升温 15s | 保持 5s | 保持 3s | | | |
| | 保持 20s | 保持 20s | (停气) | | | | |
| As | 150℃ | 1200℃ | 2850℃ | 2900℃ | 197.2 | 1.0 | 8 |
| | 升温 15s | 升温 15s | 保持 5s | 保持 3s | | | |
| | 保持 20s | 保持 20s | (停气) | | | | |

2. 结果与讨论

2.1 波长的选择

实验表明, 同一浓度的砷标准溶液在波长 197.2nm 处测得的吸光度值比在 193.7nm 处的高, 因此, 测定砷时选用其次灵敏线 197.2nm。

2.2 灰化温度的选择

本实验确定铅的最佳灰化温度为 1000℃, 见图 1 曲线 1, 砷的最佳灰化温度为 1200℃, 见图 1 曲线 2。

2.3 原子化温度的选择

原子化温度在 2100℃ ~ 2500℃ 范围内, 铅的吸光度值随原子化温度的增加而增加, 见图 2, 本法选择 2500℃ 为测定铅的原子化温度。原子化温度在 2450℃ ~ 2850℃ 范围内, 砷的吸光度值随原子化温度的增加而增加, 见图 3, 本法选择 2850℃ 为测定砷的原子化温度。

2.4 酸度对铅、砷测定结果的影响

硝酸对铅、砷的测定有增敏作用, 分别用不同浓度的硝酸为基体配制 50 $\mu\text{g/L}$ 的铅、砷标准液, 测其吸光度, 结果见表 2。

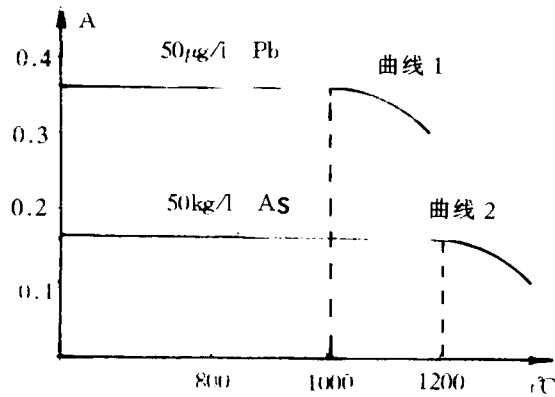


图1 灰化温度曲线

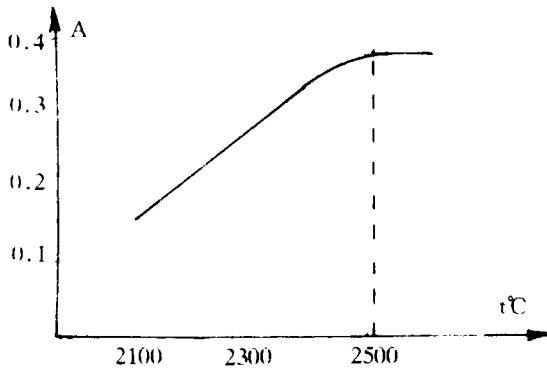


图2 铅的原子化温度曲线

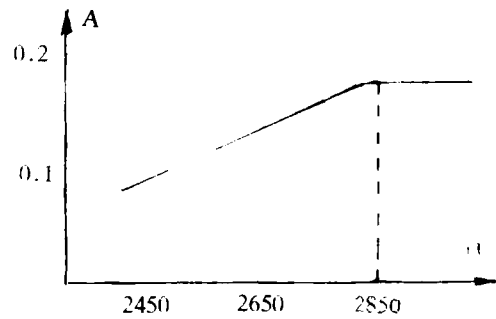


图3 砷的原子化温度曲线

表2 酸度对铅、砷测定结果的影响

| φ (HNO ₃) | 0.1 (%) | 0.2 (%) | 0.5 (%) | 1 (%) | 2 (%) |
|-------------------------------|---------|---------|---------|-------|-------|
| 50 μ g/L Pb 的吸光度值 | 0.322 | 0.341 | 0.329 | 0.317 | 0.309 |
| 50 μ g/L As 的吸光度值 | 0.129 | 0.140 | 0.131 | 0.119 | 0.108 |

所以本法选用 φ (HNO₃) = 0.2% 硝酸溶液。

2.5 基体改进剂浓度的选择

为确定基体改进剂的最佳浓度，分别用不同浓度的基体改进剂为基体配制 50 μ g/L 的铅、砷标准液，测其吸光度，结果见表 3。

表3 基体改进剂的浓度选择

| 基体改进剂浓度 (%) | 0.8 | 2 | 4 | 6 |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| 50 μ g/L Pb 的吸光度值 | 0.320 | 0.371 | 0.348 | 0.306 |
| 50 μ g/L As 的吸光度值 | 0.112 | 0.148 | 0.119 | 0.101 |

所以本法选用浓度为 2% 的基体改进剂。

2.6 准确度与精密度试验

将已知量的铅、砷分别加入被测样品中,按测定方法进行测定,铅和砷的回收率分别为 98.8%~105.3%, 85.9%~96.6%; 平均回收率分别为 101.5%, 90.4%; 变异系数分别为 4.1%, 5.6%。

2.7 线性浓度

本法铅的回归方程为 $Y = 0.0075X + 0.00534$, 相关系数 $r = 0.9993$, 砷的回归方程

$Y = 0.00688X + (-0.00272)$, 相关系数 $r = 0.9982$ 。铅、砷的线性范围均为 $0\mu\text{g/L} \sim 80\mu\text{g/L}$; 方法灵敏度分别为 $0.006\mu\text{g/L}$, $0.002\mu\text{g/L}$; 检出限分别为 $2\mu\text{g/L}$ 以及 $4\mu\text{g/L}$ 。

参考文献

- 1 食品卫生国家标准汇编, 1992
- 2 食品卫生标准使用手册, 1996
- 3 孙文汉, 原子吸收光谱分析技术, 1992

火焰原子吸收法测定保健品中 6 种元素

刘素华 靳雪梅

(济南市卫生防疫站, 济南 250013)

摘要 为了了解济南市市售保健品中微量元素的含量, 卫生质量和微量元素含量与保健作用之间的关系, 使用火焰原子吸收法测定了 25 种口服液, 21 种固体或半固体保健品中的 Pb、Cu、Zn、Fe、Ca、Mn 6 种元素。

关键词 保健品 Pb、Cu、Zn、Fe、Ca、Mn
火焰原子吸收法

表 1 标准工作液系列浓度 (mg/L)

| | | | | | | |
|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Pb | 0.1 | 0.2 | 0.5 | 1.0 | 3.0 | 5.0 |
| Cu | 0.1 | 0.2 | 0.5 | 1.0 | 3.0 | 5.0 |
| Zn | 0.1 | 0.2 | 0.4 | 0.8 | 1.0 | — |
| Fe | 0.2 | 0.5 | 1.0 | 2.0 | 5.0 | — |
| Mn | 0.1 | 0.2 | 0.5 | 1.0 | 2.0 | — |
| Ca | 0.1 | 0.5 | 1.0 | 2.0 | 4.0 | — |

1. 仪器与试剂

1.1 GGX-6 型 Zeeman 原子吸收光谱仪 (北京地质仪器厂)

1.2 铅、铜、锌、铁、钙、锰空心阴极灯 (河北衡水宁强光源厂)。

1.3 $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 氧化镧溶液。

1.4 混合酸消化液, 硝酸与高氯酸混合 (4+1)。

1.5 标准工作液, 分别由 $500\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的储备液用 $\varphi(\text{HNO}_3) = 2\%$ 的硝酸, 钙标准液用 $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的镧溶液稀释成下列浓度, 见表 1。

2. 样品处理

液体样品一般直接进样, 固体、半固体样品精确称取 10.0000g , 用硝酸—高氯酸消化完全后, 用去离子水定容至 25ml 。测钙时, 取定容后的样液 5.0ml 用镧溶液准确定容至 10ml , 混匀备用。

3. 样品测定

3.1 仪器条件: 仪器测试条件见表 2。