

## 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  $10.0000\text{g}$ , 用硝酸—高氯酸消化完全后, 用去离子水定容至  $25\text{ml}$ 。测钙时, 取定容后的样液  $5.0\text{ml}$  用镧溶液准确定容至  $10\text{ml}$ , 混匀备用。

## 3. 样品测定

3.1 仪器条件: 仪器测试条件见表 2。

表2 测定条件

| 元素 | 波长 (nm) | 光谱通带 (nm) | 灯电流 (mA) | 负高压 (V) | 乙炔流量 (L/min) | 空气流量 (L/min) | 原子化器高度 (mm) | 增益 |
|----|---------|-----------|----------|---------|--------------|--------------|-------------|----|
| Pb | 283.3   | 1         | 2        | 283     | 1.5          | 7            | 4           | 2  |
| Cu | 324.7   | 1         | 2        | 253     | 1.5          | 6.5          | 4           | 1  |
| Zn | 213.9   | 1         | 3        | 267     | 1.3          | 7            | 4           | 2  |
| Fe | 248.3   | 4         | 4        | 293     | 1.5          | 7            | 4           | 4  |
| Ca | 422.7   | 1         | 2        | 265     | 1.5          | 7            | 4           | 2  |
| Mn | 279.5   | 1         | 2        | 272     | 1.5          | 7            | 4           | 2  |

Pb、Cu、Zn、Fe、Ca、Mn 标准液，同样品处理，定容至一定体积进行测定，结果见表3。

4. 精密度和准确度试验

4.1 分别取液体、固体样品各1份，分别加入

表3 回收实验

| 样品     | 元素 | 本底 (mg/L) | 加入量 (mg/L) | 测得值 (mg/L) | 回收率 (%) |
|--------|----|-----------|------------|------------|---------|
| 太阳神口服液 | Pb | 未检出       | 0.2        | 0.196      | 98.0    |
|        | Cu | 未检出       | 0.4        | 0.401      | 100.3   |
|        | Zn | 0.112     | 0.5        | 0.618      | 101.0   |
|        | Fe | 0.123     | 0.5        | 0.649      | 104.2   |
|        | Ca | 0.936     | 5.0        | 6.233      | 105.0   |
|        | Mn | 未检出       | 0.4        | 0.392      | 98.0    |
| 中华鳖大补膏 | Pb | 未检出       | 0.2        | 0.205      | 102.5   |
|        | Cu | 2.772     | 0.4        | 3.228      | 101.8   |
|        | Zn | 91.0      | 0.5        | 95.803     | 104.6   |
|        | Fe | 71.534    | 0.5        | 75.708     | 105.1   |
|        | Ca | 22.365    | 5.0        | 25.946     | 94.8    |
|        | Mn | 1.046     | 0.4        | 1.422      | 98.3    |

4.2 测定6份强身营养素，取其平均值，结果见表4。

表4 精密度 (mg/kg)

| 元素 | $\bar{X}$ | S                    | CV (%) |
|----|-----------|----------------------|--------|
| Pb | 0.43      | $3.5 \times 10^{-3}$ | 0.81   |
| Cu | 0.77      | $4.0 \times 10^{-3}$ | 0.52   |
| Zn | 32.38     | 0.58                 | 1.79   |
| Fe | 54.93     | 4.93                 | 8.98   |
| Ca | 39.30     | 1.69                 | 4.30   |
| Mn | 4.12      | 0.046                | 1.12   |

5.1 样品测定结果见表5。

表5 测定结果

| 元素 | 25种口服液    | 21种固体、半固体  |
|----|-----------|------------|
| Pb | 0~0.22    | 0~0.8      |
| Cu | 0~0.88    | 0~10.7     |
| Zn | 0~465.7   | 282~177.65 |
| Fe | 0.1~276.5 | 4.5~232.38 |
| Ca | 0.4~311.2 | 0.8~262    |
| Mn | 0~28      | 0~34.97    |

5. 结果与分析

5.2 46种保健品6种元素测定结果见表6。

从表6可看出, 25种口服液中铅均符合保健品国家通用理化卫生指标 ( $Pb \leq 0.5mg \cdot kg^{-1}$ ), 合格率为100%。固体类有2份样品铅

含量大于  $0.5mg \cdot kg^{-1}$ , 其中1份为胶囊, 胶囊国家标准规定  $Pb \leq 0.5mg \cdot kg^{-1}$ , 实际只有1份超过国家规定的理化卫生标准 ( $Pb \leq 0.5mg \cdot kg^{-1}$ ), 合格率为95.24%。

表6 结果分析

| 元 素 | 结果 (mg/kg) | 25 种口服液 |        | 21 种固体、半固体 |        |
|-----|------------|---------|--------|------------|--------|
|     |            | 份数      | 比例 (%) | 份数         | 比例 (%) |
| Pb  | <0.5       | 25      | 100    | 19         | 90.48  |
|     | 0.5~0.8    | —       | —      | 2*         | 9.52   |
| Cu  | <0.5       | 25      | 100    | 18         | 85.71  |
|     | 5~10.7     | —       | —      | 3          | 14.29  |
| Zn  | <10        | 16      | 64     | 9          | 42.86  |
|     | 10~60      | 7       | 28     | 9          | 42.86  |
|     | 60~465.7   | 2       | 8      | 3          | 14.28  |
| Fe  | <10        | 20      | 80     | 12         | 57.15  |
|     | 10~50      | 4       | 16     | 2          | 9.52   |
|     | 50~276.5   | 1       | 4      | 7          | 33.33  |
| Ca  | <50        | 22      | 88     | 16         | 76.16  |
|     | 50~376.5   | 3       | 12     | 5          | 23.81  |
| Mn  | <20        | 22      | 88     | 18         | 85.71  |
|     | 20~34.97   | 3       | 12     | 3          | 14.29  |

注\*2份中有1份为胶囊, 胶囊中铅国家规定应小于等于1.5mg/kg。

其它5种元素国家无具体规定, 只是各保健品根据各自的保健功能不同确定的功效成分不同, 但产品的功效成分及含量应与其评价结果相一致。本次实验测定的锌元素就个别样品超过了其评价结果。

#### 参考文献

- 1 食品卫生国家标准汇编, (1) 1992
- 2 食品卫生标准使用手册, 1996
- 3 孙汉文, 原子吸收光谱分析技术, 1992
- 4 山东省卫生防疫站编, 原子吸收光谱法, 1984

## 改造国产 CCS-140 高频红外碳硫分析仪 在渗碳轴承钢快速分析中的应用

铁生年 赵桂兰 张志刚

(西宁特钢集团公司, 西宁 810005)

我公司对中科院上海技物所研制的 CCS-140 高频红外碳硫分析仪进行改造。改造后的仪