

中国总膳食研究中铅、镉、汞的测定方法

中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所 苏 雁 高俊全 王淮洲

本文选择石墨炉原子吸收分光光度法测定铅、镉,用冷原子吸收分光光度法测定汞。

为了测定烹调和制备后的总膳食样品中铅、镉、汞含量,我们采用压力溶弹消化样品,此方法消化效果好,快速简便,所需试剂少,污染小。由于密闭装置,不会因挥发造成损失,也不受外界环境污染,而且用一个消化液可以同时测定铅、镉、汞含量,大大简化操作步骤。用这种方法测定 NBS 菠菜粉和牡蛎粉,以及烹调和制备后的 12 类总膳食样品中铅、镉、汞含量,得到满意结果。具体样品处理和测定步骤如下:准确称取样品 0.3000~0.5000 克,液体样品为 2.00ml 于压力溶弹的聚四氟乙烯罐内,加硝酸 3~4ml,放置过夜,再加 2~3ml 过氧化氢,盖好内盖,旋紧外盖,放入恒温干燥箱内,130℃ 保持 2~4 小时。自然冷却,将消化液移入 10ml 容量瓶中,用水少量多次洗罐并稀释至刻度,混匀。同样做试剂空白。分别按铅、镉、汞的方法测

定。测定菠菜粉铅、镉、汞的含量平均值分别为 1.05 ± 0.06 , 1.2 ± 0.1 , $0.033 \pm 0.001 \mu\text{g/g}$, 测定五次,变异系数为 5.7%, 6.8%, 12.1%, 铅、汞的给定保证值分别为 1.2 ± 0.2 , $0.030 \pm 0.005 \mu\text{g/g}$, 镉的参考值为 $1.5 \mu\text{g/g}$, 牡蛎粉中铅、汞的含量平均值分别为 0.45 ± 0.03 , $0.055 \pm 0.002 \mu\text{g/g}$, 测定五次,变异系数分别为 6.7%, 3.6%, 给定的保证值分别为 0.48 ± 0.04 , $0.057 \pm 0.015 \mu\text{g/g}$ 。回收实验是在菠菜粉和牡蛎粉中加入铅、镉、汞的标准溶液,加入量均为 $1.00 \mu\text{g/g}$, 测得铅、镉、汞的平均回收率分别为 105% (85—112%), 97% (92—103%), 96% (85—121%), 变异系数分别为 11.5%, 4.3%, 14%。测定铅、镉、汞时 10 次空白值结果分别为 $3.6 \pm 0.52 \mu\text{g/g}$, $0.045 \pm 0.010 \mu\text{g/g}$, $0.153 \pm 0.036 \mu\text{g/g}$, 铅、镉、汞的最低检出限分别为 $5.16 \mu\text{g/kg}$, $0.10 \mu\text{g/kg}$, $0.36 \mu\text{g/kg}$ 。

食物中有机磷农药多组分残留分析方法研究(Ⅱ) 毛细管柱气相色谱分析方法

江西省食品卫生监督检验所 李洪波

中国预防医学科学院营卫所 王绪卿

本文提出一个采用凝胶净化技术的食物中有机磷农药多组分残留毛细管柱气相色谱分析方法。国产凝胶(NGX-01)30g 湿法装

柱,食物样品(蔬菜、水果和粮食取样 10g,植物油 0.5g)的乙酸乙酯提取液脱水后经浓缩过凝胶柱净化,用氯仿—乙酸乙酯—环己烷