

表 1 微波炉消解最佳条件

步骤	功率 (W)	升温速率 (℃ /min)	耐压上限 (kPa)	升温后	
				温度(℃)	保持时间(min)
1	1200	5 0	800	120	3 0
2	1200	8 0	800	160	5 0
3	1200	10 0	800	185	10 0

2 结果与讨论

2 1 仪器条件的优化 根据仪器性能调至最佳状态:参考条件为波长 283.3 nm,狭缝 0.5 nm,灯电流 10 mA;干燥温度 95℃ 5.0 s 110℃ 35 s 10℃ /s 灰化温度 300℃ 10 s 10℃ /s 950℃ 20 s 150℃ /s 原子化温度 1900℃,持续 3 s 净化温度 2500℃,背景校正为氘灯。

2 2 基体改进剂的使用 在样品与标准中单独加入基体改进剂磷酸二氢铵溶液(20 g/L)铅的信号低,加入硝酸镁(10 g/L)后测定铅的灵敏度提高,通过实验以加入 4 μl磷酸二氢铵溶液(20 g/L),2 μl硝酸镁(10 g/L)时最佳,铅的信号高,峰形尖锐。

2 3 石墨管类型 使用 ELC 石墨管比普通石墨管的灵敏度高且使用寿命长。所以选择 ELC 石墨管。

2 4 多步斜坡升温 样品干燥阶段分为两步,干燥温度 95和 110℃,干燥阶段不直接进入沸点状态,防止液体暴溅。灰化温度 300和 950℃,使基体改进剂与铅充分反应,有利于在 950℃ 去除 Cl 干扰,更好地保护铅,使铅的原子化信号高,峰形尖锐。

2 5 方法的精密度和准确度

2 5 1 精密度试验 样品直接稀释与微波消化后测定,每个样品平行测定 6次,计算其相对标准偏差,结果比较见表 2。

表 2 精密度试验 (n = 6)

样品	测定值范围 (μg/L)	平均值 ($\bar{x} \pm s$, μg/L)	RSD (%)
直接稀释	0.92~0.95	0.94±0.0098	1.0
微波消化	0.85~0.98	0.90±0.041	4.6

2 5 2 准确度试验 在酱油样品中加入 1.0 μg/L 的铅标准,通过样品微波消化与直接稀释测定其含量并计算回收率。结果见表 3。同时根据比对均值结果 t 检验, $t = 0.317, P > 0.05$,说明样品微波消化与直接稀释的结果差异无统计学意义。

表 3 样品加标回收率试验 (n = 6)

样品	本底值 (μg/L)	加标值 (μg/L)	测定值范围 (μg/L)	测定均值 ($\bar{x} \pm s$, μg/L)	回收率 (%)
直接稀释	0.95	1.0	1.82~2.02	1.92±0.063	93~104
微波消化	0.95	1.0	1.67~1.81	1.74±0.069	85~93

2 6 线性范围、检出限及特征量 实验测得铅在 0~50 μg/L 之间呈良好的线性,相关系数为 0.9992~0.9997;利用仪器的向导软件^[2],对试剂空白进行 21 次测定计算检出限及特征量,(仪器根据 3 倍的标准差自动给出)。

2 7 样品直接稀释与微波消化完全后测定的结果 其结果经 t 检验差异无统计学意义(表 3)。利用仪器的标准加入法可消除酱油中基体的干扰。

3 小结

本实验利用磷酸二氢铵溶液与硝酸镁溶液作基体改进剂,提高灰化温度和原子化温度后,采用仪器提供的标准加入法消除基体干扰后测定结果均较好,适用于酱油中铅的测定,利用此法参加实验室 CNAL 能力验证的考核样品,测定酱油中的铅效果较好。可用于日常检测。

4 参考文献

[1] GB/T 5009.12-2003. 食品卫生检验方法理化部分.
[2] 赛默飞歇尔公司. SOLAAR M 5 仪器软件操作指南, 2002
(收稿: 2008-08-13)
(本文编辑: 张军)

敌鼠钠的快速检测方法

Rapid detection method of Diphacin

林凯, 陈裕华, 毛丽莎

LIN Kai, CHEN Yu-hua, MAO Li-sha

关键词 敌鼠钠; 测定; 快速

中国图书资料分类号: R115

文献标识码: B

文章编号: 1004-1257(2009)04-0371-02

【实验·监测与检验】

敌鼠钠是目前普遍使用的一种新型抗凝血杀鼠药,化学名为 2-二苯基乙酰基-1,3-茛二酮,致死量 0.5~2.5 g^[1],毒杀作用较慢,有抑制维生素 K₁ 作用,能阻碍血液中凝血酶原合成,损害毛细血管,使管壁通透性和脆性增强,容易破裂,引起内脏和皮下大量出血而死亡。早期患者临床症状表现为恶心、呕吐、食欲下降、精神不振、关节肿痛、低热;迟发表现为全身多处出血^[2]。当前,敌鼠钠的误服或投毒事件屡有发生,因而,它的简

便、快速、准确检测对于临床中毒的诊断与抢救、中毒事件的性质判断具有重要的意义。

1 材料与方法

1 1 材料 敌鼠钠显色剂及试纸(北京中卫食品卫生科技公司),蒸发皿,试管。

1 2 试剂 测定敌鼠钠标准溶液:准确称取 0.0100 g 敌鼠钠标准物质,置于 100 ml 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解,并稀释至刻度,此溶液 1.00 ml 含敌鼠钠 100 μg 乙酸乙酯(分析纯)。

作者简介: 林凯,女,主管技师,主要从事理化检验工作。
作者单位: 广东省深圳市疾病预防控制中心, 518020

1.3 实验步骤

1.3.1 样品提取 固体样品经粉碎或切细后取 1~5 g 液体样品取 2~4 ml 于带塞的试管或瓶子中,加等量或 2 倍量的乙酸乙酯振荡提取,取放置分层或过滤得到的乙酸乙酯溶液待测。

1.3.2 操作方法与结果判断 将待测样品溶液 1 滴滴于试纸上,等试纸上的溶液稍干后,在原点上加 1 滴敌鼠钠显色剂,如果出现砖红色斑点为强阳性反应,如果出现红色环状为弱阳性反应,不显色则为阴性。

2 结果

2.1 试验结果 该方法检出限为 5 μ g 在取样量 0.05 ml 的情况下最低检出浓度 100 μ g/ml 在试纸上滴 1 滴 100 μ g/ml 的敌鼠钠标准液进行检测,显示强阳性结果。

加标试验:在 5 g 样品中加入 1.0 mg 敌鼠钠,混匀粉碎,加 10 ml 乙酸乙酯振荡提取,取放置分层的乙酸乙酯溶液进行检测,显示阳性结果。

2.2 注意事项 为了提高方法灵敏度,可在试纸的同一处多滴

几次样品溶液,每滴 1 次都要等试纸稍干后再滴。遇可疑样品时,可将溶液浓缩处理:取 10 g 样品,用 50 ml 乙酸乙酯分多次提取,上下反复振荡 50 次以上,静置后用滤纸过滤,滤液置于通风橱内挥干,加入 5 ml 乙酸乙酯溶解残渣,取 1 滴于试纸上,等试纸上的溶液稍干后,在原点上加 1 滴敌鼠钠显色剂进行检测。有文献推荐可在待测液中加入 20% 盐酸羟胺溶液数滴,如出现白色浑浊则含敌鼠钠,但实验证明,操作效果并不明显。

该方法为快速定性法,阳性样品砖红色斑点明显,不易褪色,操作简便,结果可靠,在食物中毒应急检测中有重要的意义。

3 参考文献

- [1] 韩会新,郝树勇,常凤启,等.常见化学性食物中毒检验与救治手册.北京:中国石化出版社,2001:63-68.
- [2] 李素玲,李艳.敌鼠钠盐中毒的治疗及护理.实用药物与临床,2006,9(3):177.

(收稿:2008-09-05)

(本文编辑:张军)

尿中胂的气相色谱测定法

Determination of Hydrazine in Urine by Gas Chromatography

苏旭,肖梅,王英杰,张玉贞

SU Xu, XIAO Mei, WANG Ying-jie, ZHANG Yu-zhen

摘要 目的 建立一种高灵敏度、高选择性测定尿中胂的新方法。方法 尿中胂经水解、衍生和萃取后,用毛细管柱分离,氮磷检测器气相色谱法测定,对色谱操作条件、水解、衍生和萃取条件进行选择。结果 方法的检出限为 0.0012 mg/L;当标准溶液浓度为 0.1~2.0 mg/L 时标准曲线的相关系数为 0.9995,尿样加标回收率在 94.9%~96.0% 之间,方法精密度 (RSD) 为 1.4%~3.7%。结论 该方法具有色谱峰形对称、不拖尾、保留时间短、无杂质干扰、准确、高灵敏度、高选择性、快速简便等优点。

关键词 胂;尿;气相色谱法

中国图书资料分类号:R115

文献标识码: B

文章编号: 1004-1257(2009)04-0372-03

Subject Determination of Hydrazine in Urine by Gas Chromatography

Authors SU Xu, XIAO Mei, WANG Ying-jie, et al. (Guangxi Zhuang Autonomous Region Institute of Occupational Diseases Prevention, Guangxi 530021, China)

Abstract [Objective] To establish a highly sensitive and highly selective method for the determination of hydrazine in the urine. [Methods] Hydrazine in the urine was hydrolyzed, derived, extracted, then separated with a capillary column and determined by GC-NPD. The chromatography operating conditions, hydrolyzed condition, derived condition and extracted condition were selected. [Results] The detectable limit was 0.0012 mg/L; when the concentration of standard solution was 0.1~2.0 mg/L, the correlation coefficient of calibration curves was 0.9995, the recovery of urine added standard solution was between 94.6%~96.0%. The relative standard deviations (RSD) were 1.4%~3.7%. [Conclusion] This method has advantages of symmetrical peak shape, not trailing, short retention time, non-interference of impurities, accurate, high sensitivity, high selectivity, fast and easy, etc.

Key words Hydrazine; Urine; Gas chromatography

胂,又名联氨、无水联氨。为无色油状液体,有刺激性氨味;易溶于水和醇,不溶于氯仿和醚类;毒性强,对皮肤和黏膜有强烈的腐蚀性,能引起肝脏和血液的损伤。尿中胂的测定方法未见报道。空气中胂的气相色谱法(GBZ/T 160.71-2004)^[1]使用的是氢火焰离子化检测器,此检测器对所有的有机物都有响

应,对胂衍生物的灵敏度相对较低。同时使用填充柱分离样品,分离效率受到限制。陆幽芳等^[2]虽然对色谱柱进行了优化,但分离效率和灵敏度还有待改进。笔者曾经研究了使用大孔径毛细管柱改进了色谱条件,提高了胂的分离效率,采用自制钼珠的氮磷检测器对胂的衍生物进行检测,获得了高灵敏度、高选择性、准确、快速、简便的效果^[3]。在此基础上笔者对尿中胂的气相色谱法进行了研究,获得了令人满意的结果。

作者简介:苏旭,男,副主任技师,主要从事卫生检验工作。

作者单位:广西壮族自治区职业病防治研究院,530021

【实验·监测与检验】