国自主知识产权的总黄曲霉毒素 ELISA 检测试剂盒, 对开展全国性黄曲霉毒素污染调查及制定粮食中总黄曲霉毒素推荐限量标准建议值具有科学价值和应用意义。

参考文献

〔1〕 Gabal MA, Hegazi SA, Hassanin N. Aflatoxin production by A flavus isolates[J]. Vet Hum Toxicol, 1994, 34: 519- 521.

〔2〕 中华人民共和国国家标标食品卫生检验方法[J]. 2004, 189-194.

〔3〕 江涛, 李凤琴, 王环宇, 等. 赭曲霉毒素 A 免疫学检测方法的研究[J]. 中国公共卫生, 2004, 20(5): 556- 558.

〔4〕 董志伟, 王琰. 抗体工程[M]. 2 版. 北京: 北京医科大学出版社, 2002: 185- 187.

收稿日期: 2006-06-13　(文涛编辑　赵淑艳校对)

文章编号: 1001-0580(2007)03-0333-01　中图分类号: R 151.1　文献标志码: B

【检验技术】

海参中硒微波消解原子荧光光谱法测定

李春一, 冯淑芹

硒是人体所必须的微量元素之一, 在海产品中含量较高, 尤其是在海参中。本文采用微波消解处理样品, 氢化物发生原子荧光法测定海参中的硒, 避免了由于常压敞开湿法消解样品造成的元素损失, 试剂用量少, 减少了试剂引入的沾污, 提高了灵敏度、操作简单、快速, 结果可靠。现报道如下。

材料与方法　(1) 仪器与试剂: AFS- 230 型双道原子荧光光度计、硒特制空心阴极灯(北京海光仪器公司)。MDS-2003F 型空压密闭微波快速消解系统(上海新仪微波化学科技有限公司)。氩气(99.9%)、硝酸、盐酸、氢氧化钾均为优级纯, 硼氢化钾(进口分装)、铁氢化钾(分析纯)、硒标准溶液(国家标准物质研究中心); GBW(E)080215(100 μg/ml), 使用时稀释成 1 μg/ml 的标准使用液。(2) 方法: 按食品卫生检验方法理化部分〔GB/T5009.93- 2003〕[1]。(3) 仪器条件: 光电倍增管负高压 290 V, 空心阴极灯灯电流 70 mA; 原子化器高度 8 mm; 原子化器温度 200 ℃; 载气流量 400 ml/min; 屏蔽气流量 1 000 ml/min; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰面积; 延迟时间: 1.0 s; 读数时间: 10 s。(4) 样品处理: 将干海参粉碎后, 准确称取样品 0.5 g, 加 5.0 ml 硝酸, 置预处理炉预消解 120 ℃ 10 min, 依消解炉操作规程, 设定初始压力 0.5, 1.0, 1.5 MPa, 共 8 min 冷却后开罐, 消化液无色透明, 取消解内罐, 置预处理炉内赶尽余酸, 再加入 1.0 ml 盐酸, 消化 5 min, 最后用 3.0 mol/L 盐酸转移并定容至 50 ml 容量瓶中备用。同时作空白及回收实验。

结果与讨论　(1) 消化方式的选择: 湿法消化所用试剂为盐酸、硝酸、高氯酸, 消化时间为 60 min, 结果为 1.55 μg/g, 回收率 94.2%。微波消解所用试剂为盐酸、硝酸, 消化时间为 16 min, 结果为 1.63 μg/g, 回收率 99.3%。实验结果显示, 微波消解法具有试剂用量小, 消化时间短, 灵敏度高等优点。(2) 仪器参数选择: 负高压增大, 仪器灵敏度也增高, 但负高压过高, 结果的重现性差; 灯电流越大, 激发强度越大, 灵敏度越高, 但灯电流过大会降低灯的使用寿命。本文选择负高压 290 V、灯电流 70 mA。(3) 介质和酸度: 市售硫酸中大多含有硒, 硝酸会使硒的荧光值下降, 盐酸可以完全将硒(Ⅵ)还原成硒(Ⅳ)。并且碱金属不会干扰实验, 故本法选用盐酸作为介质。氢化物反应要求有适宜的酸度, 盐酸浓度为 1.5~ 5.0 mol/L, 硒的灵敏度不受影响, 酸度低于 1.5 mol/L 时, 结果偏低。本试验选用 3.0 mol/L 的盐酸作为介质。(4) 硼氢化钾浓度的选择: 分别配制 6.0, 8.0, 10.0, 12.0, 15.0 g/L 硼氢化钾溶液, 在选定的条件进行试验(样中硒标的加入量均为 5 ng/ml), 荧光强度为 359.28, 448.96, 417.51, 390.78, 274.26 (减空白的荧光强度)。从结果可见, 硼氢化钾浓度为 6~ 12 mol/L 时, 信号强度基本差别不大, 而当硼氢化钾浓度为 15 mol/L 时, 荧光强度下降。这是由于高浓度的硼氢化钾不稳定, 易产生大量的氢气。因此, 本法选用 8.0 mol/L 硼氢化钾溶液。(5) 铁氰化钾浓度的选择: 铁氰化钾可消除干扰元素的影响, 提高灵敏度, 加入量越多, 荧光强度越大, 但考虑到仪器的灵敏度和稳定性, 选择 10% 的铁氰化钾。(6) 共存元素的影响: 本法对常见的几种元素的干扰情况分别进行试验, 采用盐酸作为介质, 碱土金属 K^+、Na^+、Mg^{2+}、Al^{3+} 等离子不干扰测定, 而加入 10% 铁氢化钾, 主要是消除 Cu^{2+} (100 mg/L)、Ag^+ (0.1 mg/L)、I^- (100 mg/L)、Ni^{2+} (400 mg/L) 等离子的干扰。(7) 标准曲线: 用硒标准溶液分别配制成含 0.0, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 80.0 ng/ml 的标准系列。回归方程为: If= 87.1 ℃+ 5.056, 相关系数 r = 0.9999, 检出限为 0.014(ng/ml)。试验表明, 在选定的条件下, 硒标准溶液在 1~ 80 ng/ml 的范围内均呈线形关系, 该曲线线形良好。(8) 精密度试验: 分别称取 6 份样品, 重复 6 次测定, 结果为 1.63, 1.77, 1.56, 1.61, 1.65, 1.64 μg/g, 均值为 1.63 μg/g, 标准偏差为 0.07, 相对标准偏差为 4.3%。采用加标法做回收试验, 加入量为 2, 5, 10 μg/g, 结果为 3.59, 6.80, 11.50 μg/g。回收率为 97.7%~ 103.8%, 平均值在 99.3%。

小　结　由以上实验结果得出, 运用微波消解、氢化物发生原子荧光光谱法对海参中硒进行消化测定, 试剂用量小, 基体干扰少, 操作方便快速, 灵敏度高, 结果满意, 值得推广应用。

参考文献

〔1〕 食品卫生检验方法理化部分[S]. GB/T5009.93- 2003.

收稿日期: 2006-06-21　(宋艳萍编辑　赵淑艳校对)

作者单位: 辽宁省阜新市疾病预防控制中心, 123000
作者简介: 李春一(1971-), 女, 主管检验师, 本科, 主要从事食品理化检验工作。