

阿达玛变换多参数测定仪对食品中铬的快速测定

艾思源

(北京神雾环境能源科技集团股份有限公司, 北京 102200)

摘要:样品经消解后,在酸性条件下,六价铬与二苯碳酰二肼(DPC)反应生成紫红色化合物,在540 nm处测定其吸光度。绘制了阿达玛变换多参数测定仪在5个不同铬浓度下的工作曲线,测试并计算了曲线的准确度和仪器的检出限。结果显示,仪器的线性在0.995以上,准确度在11.5%以内,在铬的快速测定项目上具有良好的线性和准确性。

关键词:阿达玛变换;六价铬;工作曲线;准确度;检出限

中图分类号:O657.32

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2017)05-0210-02

DOI:10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2017.05.050

Rapid determination of chromium in food by Hadamard transform multi-parameter measuring instrument

AI Si-yuan

(Beijing Shenwu Environment & Energy Technology Co., Ltd., Beijing 102200, China)

Abstract: After digestion, the samples are treated under acidic condition, and Cr(IV) is reacted with DPC to form violet compound whose absorbance is measured at 540nm. The working curve of Hadamard transform multi-parameter measuring instrument under five different chromium concentrations has been drawn, and accuracy of the curve and detection limit of the instrument are tested and calculated. The results show that the linearity of the instrument exceeds 0.995, and the accuracy is less than 11.5%, meaning that it has good linearity and accuracy in the rapid determination of chromium.

Key words: Hadamard transform; Cr(IV); working curve; accuracy; detection limit

阿达玛变换光谱技术是新一代的现代数字变换光谱技术,具有傅里叶变换光谱技术的优点。在常规测量中,检测器在每一时间间隔里只检测1个分辨单元的信号强度,而阿达玛变换多通道检测技术在同一时间里却可以同时检测多个分辨单元里组合信号的总强度。在相同的实验条件下,经阿达玛变换后,信噪比可提高5倍^[1-3]。

阿达玛变换多参数测定仪采用的HT模板是由100个直线排列微镜组成的数字微镜阵列(DMA)^[4];所有部件集成在一块电路板中,结构紧凑;支持数字信号输入控制模式,无需调整光路即可实现对微镜阵列组合的大小和规模随编码方式的不同而进行改动。由于实现阿达玛变换光谱技术的仪器没有运动部件,实现阿达玛变换光谱技术的微镜表面镀的是铝材料,防潮性能好,避免了傅里叶变换光谱技术存在的不足。因此,阿达玛变换多参数测定仪具有光通量大,所得光谱图的信噪比高,采集样

品的光谱信息丰富,扫描速度快等特点,仪器体积小,抗震、防潮性能良好,是新一代理想的近红外光谱仪器^[5-7]。

铬元素对于人体既有益处又有危害。三价的铬是人体必需的微量元素,具有预防糖尿病和控制动脉粥样硬化的发生^[8]。铬中毒主要是指六价铬,对人体主要是慢性毒害。长期饮用被含铬工业废水污染的水,可致腹部不适及腹泻等中毒症状;铬也为皮肤变态反应原,可引起过敏性皮炎或湿疹;铬由呼吸进入,对呼吸道有刺激和腐蚀作用,可引起鼻炎、咽炎、支气管炎^[9]。此外,铬还具有致癌性,可以引起细胞的突变和癌变。

传统的食品中铬的分析采用原子吸收石墨炉法和示波极谱法^[10],这2种方法具有分析周期长,污染源多,过程繁琐等缺点。笔者用阿达玛变换技术的测定仪进行测定,采用二苯碳酰二肼作为显色剂,一步分析食品中的铬。具有简洁、高效、快速、易操

作的特点。

1 实验部分

1.1 方法原理

采用亚临界水快速消解-二苯碳酰二肼分光光度法测定食品样品中的总铬。样品经消解后,在酸性条件下,六价铬与二苯碳酰二肼(DPC)反应生成紫红色化合物,并于540 nm处测定其吸光度。

1.2 主要试剂

硝酸、盐酸、高氯酸、过氧化氢;铬标准溶液:称取优级纯重铬酸钾(110℃烘2 h)1.413 5 g溶于水中,于容量瓶中定容至500 mL,此溶液含铬1.0 mg/mL为标准储备液。临用时,将标准储备液用1.0 mol/L硝酸稀释,配成含铬100 ng/mL的标准使用液;二苯碳酰二肼。

1.3 实验方法

所有玻璃仪器在每次使用前用热盐酸(1+1)浸泡1 h,用热硝酸(1+1)浸泡1 h,再用水冲洗干净后使用。向消解、冷却并稀释至10 mL的待测样品中加入1支显色剂,用力摇振,使固体尽可能完全溶解,放置10 min后,用15 mm比色皿,以去离子水为参比,测定吸光度值,将扣除试剂空白吸光度值后的差值带入标准曲线,计算待测水样的浓度。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线的绘制

利用浓度分别为0.2、0.4、0.6、0.8 mol/L和1.0 mol/L的铬标准溶液配制食品中铬的标准曲线,测得的各浓度吸光度,其标准曲线的方程为 $Y = 0.819 4x - 0.107 6$,线性方程的相关系数为0.997 2,如表1所示。可见其具有较好的线性相关性。

表1 食品中铬的标准曲线

浓度/(mol·L ⁻¹)	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1
吸光度	0.119	0.387	0.602	0.886	1.154	1.301

2.2 检出限的测定

测量10次空白溶液的吸光度,并根据该数据计算出其3倍的标准偏差(3SD),此即为仪器的检出

表2 仪器检出限的测定

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
吸光度	0.022	0.017	0.022	0.022	0.017	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022
平均值	0.021	RSD/%		10.04			3SD		0.006325	

限,结果如表2所示。结果表明,检出限为0.006 3,仪器具有较低的检出限。

2.3 准确度的测定

回测标准点0.4 mol/L和0.8 mol/L的溶液,得出仪器准确度即仪器示值误差的数值,结果见表3。由表3可以看出,仪器的准确度在11.5%以内,说明仪器具有比较好的准确度。

表3 仪器准确度的测定

溶液质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	仪器示值/(mg·L ⁻¹)			示值误差/ (mg·L ⁻¹)	准确度/ %
	1	2	3		
0.4	0.373	0.373	0.373	0.027	6.75
0.8	0.710	0.710	0.710	0.090	11.25

3 结论

通过化学实验方法,成功验证了阿达玛变换多参数测定仪的线性、检出限和准确度。实验显示,仪器具有较好的线性相关性,具有较低的检出限,在一定溶液浓度范围内具有比较好的准确度。不仅在铬的测定项目上取得了较好的结果,仪器也有望在其他水质和食品的快速测定项目上得到更多的应用。

参考文献

- [1] 唐宏武,周锦松,李涛,等.阿达玛变换光谱和成像技术的应用和研究进展[J].分析化学,2005,33(3):417-418.
- [2] 雷猛,冯新庐,张新民,等.阿达玛变换近红外光谱仪[J].现代科学仪器,2009,(4):44-46.
- [3] 梅二文,顾文芳,陈观铨,等.阿达玛变换光谱和图象及其在分析化学中的应用[J].分析化学,1995,11(5):594-603.
- [4] 党博士,刘华,王晓朵,等.新型阿达玛变换光谱仪[J].光子学报,2013,42(8):902-907.
- [5] 吴继宗,韩一平,邓家诚,等.阿达玛变换成像光谱术的研究[J].光学学报,1987,(3):223-229.
- [6] 刘佳,陈奋飞,廖乘胜,等.基于数字显微镜技术的阿达玛变换近红外光谱仪[J].光谱学与光谱分析,2011,31(10):2874-2878.
- [7] 徐昊,唐宏武,李莹,等.高分辨阿达玛变换显微光谱成像系统研究[J].分析科学学报,2008,24(4):385-388.
- [8] 梁奇峰.铬与人体健康[J].广东微量元素科学,2006,02:67-69.
- [9] 李桂影,李审.铬中毒的临床反应和实验研究[J].国外医学医学地理分册,2002,03:33-35.
- [10] 中华人民共和国卫生部.GB/T 5009.123—2003 食品中铬的测定[S].北京:中国标准出版社,2003. ■