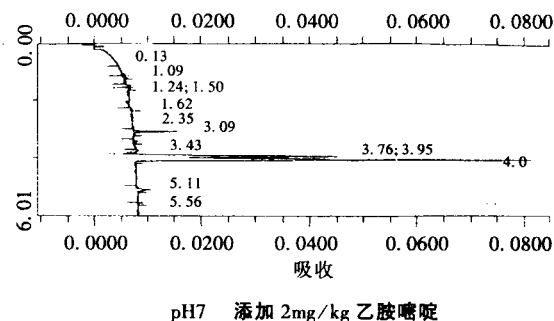


验证明在本文建立的实验条件下, 其他抗生素对乙胺嘧啶测定无任何干扰。



3 结论

本文所建立的毛细管电泳法测定鸡肉中乙胺嘧啶残留量的方法, 不需要复杂的净化

过程, 背景基本无干扰, 其他种类的抗生素对实验无干扰, 其回收率为 90% 以上, 可测的鸡肉中 0.1 mg/kg 的乙胺嘧啶。与液相色谱法相比, 不仅前处理过程简单, 而且不必使用价格较贵的有毒的有机溶剂作流动相, 是一种灵敏、快速、简单而且稳定的分析方法。

参考文献

- 1 Hori. Y. Journal of the Food Hygienic Society of Japan (日) 1983, 24(1): 33~37.
- 2 Hori. Y. Hokkaidoritsu Eisei Kenkyushoho 1983, (33), 45~9.
- 3 Nagata. T. Shokuhin Eiseigaku Zasshi 1988, 29(1): 13~20.
- 5 Jorgenson J. W. et al. Anal Chem., 1981, 53, 1298.

双乙醛草酰二肼直接快速光度法 测定食品中痕量铜

司文会 印天寿 安徽农业技术师范学院 凤阳 233100

摘 要 研究了双乙醛草酰二肼与铜的显色反应, 建立了分光光度法直接测定铜的新方法。试验结果表明, 在 pH8.0~10.0 范围内, Cu^{2+} 与双乙醛草酰二肼形成稳定的紫红色配合物。该配合物在 540nm 处有一最大吸收峰, 其表明摩尔吸光系数为 2.4×10^4 , 铜量在 0~12mg/50ml 范围内符合比尔定律。共存离子干扰, 误差仅 +2.00%。用于食品中痕量铜测定, 结果准确、可靠。

关键词 铜 双乙醛草酰二肼 分光光度法

铜是人体必需的微量元素之一。目前缺铜的微量元素疾病已在很多方面显现出来。最近的研究还指出, 人的冠心病也与缺铜有关, 因使心脏和血管失去弹性^[1]。所以, 为了保证人体健康, 很有必要对食品中的铜检测。采用原子吸收分光光度法^[2]虽好, 但原子吸收分光光度计并不是一般实验室所能拥有, 经研究后我们提出这个测定灵敏度高、呈色稳定性好、精密度、选择性、准确性均佳的, 可以不经萃取分离直接快速分光光度测定痕量铜的新方法,

即双乙醛草酰二肼法。

1 方法原理

在进行铜的双环己酮草酰二肼(BCO)反应时, 我们发现, 在 pH8.0~10.0 时 Cu 与 BCO 形成的蓝色配合物后, 加入过量乙醛, 则双环己酮草酰二肼中的环己酮被乙醛取代, 形成双环乙醛草酰二肼(BAO), 蓝色的 $\text{Cu}(\text{II})$ -BCO 即转化为紫红色的 $\text{Cu}(\text{II})$ -BAO, 以相应试剂空白作参比, 于 540nm 测定吸光度。

2 仪器与试剂

721 型分光光度计。

BCO(0.2%) ; 40% 柠檬酸铵; 40% 乙醛; 70% 高氯酸; 1:1 氨水; 浓硝酸; 浓盐酸; 95% 乙醇; 铜标准溶液 (2mg/ml); 0.1% 中性红。

3 测定方法

3.1 样品消化

称样品 5g 于 200ml 硬质三角瓶中, 加浓 HNO_3 25ml, 放置过夜让充分浸泡成糊状, 后即低温加热分解, 逐步升温, 保持微沸状态 (140~160℃) 到剧烈反应停止, 放置冷却, 沿瓶壁加高氯酸 5ml, 继续加热至白烟冒尽, 溶液呈无色及残渣呈白色为止。冷却, 用少量水溶解, 过滤入 100ml 量瓶中, 加水定容, 摇匀, 备用。

3.2 含量测定

移适量滤液 (含铜 0~12mg) 于 50ml 量瓶中, 加柠檬酸铵溶液 5ml, 用氨水调溶液 pH 至 9.0, 加氨性缓冲溶液 5ml、BCO 试剂 10ml、乙醛 1ml, 加水稀释定容, 摇匀。呈色 5min 后 (温度 25℃ 以上 5min, 25℃ 以下则 30min) 于 540nm 用 3cm 比色皿以试剂空白作参比测定吸光度。用工作曲线法求出铜量。工作曲线系分取铜标准溶液 0、1、2、3、4、5、6ml (相当于铜 0、2、4、6、8、10、12 μg) 置于一组 50ml 量瓶中按期上述方法显色及比色制得。

4 结果与讨论

4.1 工作曲线测定

按测定方法取铜标准溶液发色及比色, 工作曲线测定结果如图表明: 铜在 0~12 μg /50ml 范围内呈直线关系, 回归方程为 $\text{Cu}(\mu\text{g}) = -0.0102 + 43.106A$, 相关系数为 $r = 0.9995$, 摩尔吸光系数为 $\varepsilon = 2.4 \times 10^4$ 。

4.2 共存离子影响

混合干扰试验 (表 1) 表明: 表中 mg 数量

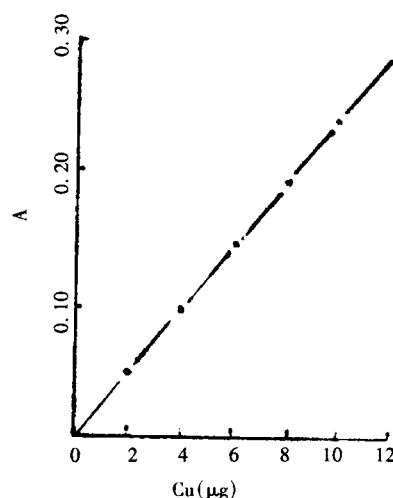


图 1 工作曲线

级共有 8 种离子共存下测定 10 μg 的铜的相对误差仅 +2.0%, 结果满意。

表 1 共存离子影响

标准铜量 μg 吸光度	加入离子 (mg)	测得铜量		
		吸光度	μg	相对误差
10 0.230	Fe(III) 0.2 Mn(II) 0.05 Ni(II) 0.05 Co(II) 0.01 Cr(VI) 0.015 Co(II) 0.2 Pb(II) 0.1 V(V) 0.02	0.235	10.2	+2.0

4.3 方法精密度试验

取糙米样品 15—7—3 消化溶液, 等量, 8 份, 进行铜的 8 次重复测定 (表 2), 结果表明: 方法的变异系数为 3.89%, 方法的精密度良好。

表 2 方法精密度试验

样品	编号	单次测定值 ($\mu\text{g/g}$)	平均值	标准偏差	变异系数 (cv%)
糙米 15—7—3		3.8 3.7 3.6 3.6	3.575	0.1389	3.89
		3.6 3.5 3.4 3.4			

4.4 方法准确度试验

取糙米样品 9—6—3 消化溶液, 等量, 8 份, 进行加标回收试验 (表 3), 结果表明: 回收率在 95.8%~100% 之间, 方法的准确性良好。

4.5 呈色稳定性试验

据试验, 呈色的稳定性良好, 至少能稳定一周, 颜色不褪, 吸光度不减, 因此, 作为目

表3 方法准确度试验

测数	样品含铜量 (μg)	加入铜量 (μg)	测得铜量 (μg)	回收率 (%)
1	3.6	3.5	7.1	100
2	3.6	3.5	6.9	97.2
3	3.6	3.5	6.9	97.2
4	3.6	3.5	7.0	98.4
5	3.6	3.5	7.1	100
6	3.6	3.5	7.0	98.4
7	3.6	3.5	6.8	95.8
8	3.6	3.5	7.1	100

视比色法用也是可行的。

4.6 样品分析与结果对比

自各地采集糙米样品 8 个及小麦样品 3 个, 用本法测定含铜量与用原子吸收光度法测定含铜量的结果进行对比(表 4), 结果说明: 本法结果与原子吸收光度法结果吻合。进行统计学上成对比较法显著性检验, 由于算得 t 值小于表中 $t_{0.05}$ 值, 证明, 两法之间不存在实质上差异。

5 小结

从以上结果可以看出, 本法是目前光度法测定痕量铜的较好的新方法。试剂稳定, 制备容易, 测定结果与原子吸收光度法比较, 能同样获得准确结果, 从而对大多数只有分光光度计而没有原子吸收光度计的单位可以较好地运

表4 样品分析与结果对比

样品	编号	测得结果($\mu\text{g/g}$)		差数 d
		BAO 法	AAS 法	
糙米	4-9-3	1.1	1.2	-0.1
	11-2-3	1.8	1.8	0
	15-7-3	3.5	3.6	-0.1
	9-6-3	1.6	1.5	+0.1
	12-12-3	1.3	1.5	-0.2
	15-8-3	3.4	3.4	0
	5-1-3	1.7	1.9	-0.2
	3-11-3	1.5	1.5	0
	15-2-1	5.4	5.4	0
	5-1-1	5.4	5.4	0
小麦	9-3-1	4.9	5.0	-0.1
总数		31.6	32.2	$\sum d = 0.6$
平均数		2.873	2.927	$\sum d = 0.055$
平均数标准差 $S_x = 0.0934$, 平均数标准差 $S_d = 0.02816$, 算得 $t_{1.957} < \text{表 } t_{0.05}^{2.228}$				

用, 所以更有利推广和使用。

参考文献

- 1 裘家奎等. 元素与人. 江苏科学技术出版社, 1979, 43~44.
- 2 南京农学院. 土壤农化分析. 农业出版社, 1980, 228~230.
- 3 潘教麦等. 显色剂及其在冶金分析中的应用. 上海科技出版社, 1981, 354.
- 4 刘文彬. 预混合饲料中铜的测定方法. 中国饲料, 1997(2), 33~34.

电位溶出法同时测定不锈钢食具中铅和镉

李德达 张 勇 宋宝根 江苏如东县卫生防疫站 226400

铅(Pb)和镉(Cd)是评价不锈钢餐具卫生质量的重要指标。其含量测定用双硫脲分光光度法及原子吸收光谱法等。本文采用电位溶出法在同一体系中同时测定 Pb 和 Cd, 检出限分

别为 0.0015、0.0025 μg , 回收率在 93%~104.6%, 变异系数分别为 4.27%、0.57%。具有操作简便快捷, 测试灵敏准确, 分析成本低廉等优点, 是一种实用, 易行的检测方法^[1,2]。