

表 1 常见离子干扰试验(均非上限)

离子	加入量(mg)	回收率(%)	
		Pb ²⁺	Cd ²⁺
K ⁺	10	100	99.0
Na ⁺	10	98.5	99.4
Ca ²⁺	10	95.7	97.5
Mg ²⁺	10	96.2	100
Fe ³⁺	5	101	96.5
Mn ²⁺	2	99.6	98.4
Zn ²⁺	2	98.4	99.5
CO ₃ ²⁻	10	99.5	97.5
SO ₄ ²⁻	10	99.0	98.9
NO ₃ ⁻	10	102	99.6
PO ₄ ³⁻	10	97.4	101

量的 Pb²⁺、Cd²⁺标准溶液,测定方法的精密
度与准确度见表 2,表 3。

参考文献

- 1 李永涛等. 准液膜分离富集痕量锌方法的研究.

表 2 样品分析结果

样品 (h=6)	Pb		Cd	
	测定质量(μg/g)	变异系数(%)	测定结果(μg/g)	变异系数(%)
食盐(盐业公司)	0.053	1.6	0.099	3.1
矿泉水(星宇集团)	0.019	1.8	0.056	1.5
茶(宁波)	0.065	2.1	1.66	2.0

表 3 加标加收率测定结果

样品(n=8)	加入量(ug)	测得量(ug)	回收率(%)
矿泉水 Pb	10	10.09	100
(200ml) Cd	2	2.38	99.2
茶 Pb	5	5.04	98.2
(200ml) Cd	2	5.36	102

分析化学, 1991, 19(8): 914~916.

- 2 国家标准. 食品卫生检验方法, 理化部分(第 1 版). 北京: 中国标准出版社出版, 1986, 36~39.

- 3 于惠芬等. 水中痕量镉的准液膜富集. 分析化学, 1995, 23(1): 805~808.

反相高效液相色谱法测定西蕃莲果汁中的核黄素

项秀珠 郭秀珠 黄品湖 张学才

浙江省科学院亚热带作物研究所 325005

摘 要 以 0.1N 盐酸对西蕃莲果汁进行前处理,用反相高效液相色谱分离,紫外检测器测定核黄素的含量,达到了快速、准确、灵敏、稳定的结果,是目前较理想的一种新测定方法。

关键词 核黄素 反相高效液相色谱 西蕃莲

西蕃莲是西蕃莲科西蕃莲属(*passiflora*)多年生半木质藤本热带果树,主产于热带美洲。我国引入已有八十多年的历史,现分布于福建南部,台湾等地区。经多年的引种栽培及加工品尝试验,证明了它是一种营养丰富的高级果品,核黄素含量尤为丰富。核黄素测定方法有“萤光法”、“神经网络与紫外分光光度法”及“光化学催化,示波电位

法”,未见应用反相高效液相色谱分离,紫外检测器测定的报导。我们以 0.1N 盐酸对样品进行前处理,应用反相高效液相色谱法测定,结果令人满意。

1 仪器、试剂及原材料

1.1 仪器

日本岛津 LC—6A 高效液相色谱仪

SPD—6A—UV 光度检测器

CR3A 色谱记录仪

岛津色谱柱 ODS4. 5 × 250nm

1.2 试剂

盐酸、甲醇、十二烷基磺酸钠、三乙胺、磷酸等均为分析纯；水为去离子水经重蒸馏后的纯水。

维生素 B₁、B₂、B₆ 均为东北制药厂生产的，含量在 99.9% 以上合成原料药，经 105℃ 烘干 2h 放在干燥器中冷却使用。

混合标准液的配制：准确称取维生素 B₁、B₆ 分别用 0.1N 盐酸溶解，然后用水定容；另外准确称取维生素 B₂ 用少量 5% 氢氧化钠溶解后，再用水定容，最后分别准确吸取 3 个单质标准液于同一容量瓶中，用水定容即成混合标准液。

1.3 原材料

1.3.1 品种：台农 1 号、台农 2 号

1.3.2 产地：福建省漳州热带作物研究所，浙江省科学院亚热带作物研究所果园

2 测定步骤

2.1 样品前处理：将果实先洗净擦干，用水果刀剖开果实并挖取果核，然后用手将亚麻布包好挤压，使果汁与种子分离。准确吸取果汁 5ml 于 100ml 烧杯中，加入 0.1N 盐酸 10ml 盖好蒸发皿在电炉上煮沸 15min，用快速滤纸过滤到 50ml 的容量瓶中，残渣重复处理提取 3 次，最后用水洗涤定容。

2.2 反相高效液相色谱测定

2.2.1 实验测定条件

流动相：甲醇：水 = 40: 60；十二烷基磺酸钠：1.5mmol/l；三乙胺：0.3%，用磷酸调节 pH 值至 3.0。

流速：1ml/min

柱压力：173kg/cm²

检测波长：UV = 254nm

当仪器进入正常稳定工作状态后，以微量注射器进样，每批重复 2 次。

2.3 计算

核黄素含量 (ug/ml) = 测定值 $\times \frac{V_1}{V_0}$ × 稀释倍数

V₁—样品定容体积 (ml)V₂—吸取试样体积 (ml)

3、结果与讨论

3.1 维生素 B₂ 色谱图的鉴定

从维生素 B₁、B₂、B₆ 标准混合液的反相高效液相色谱图 (图 1) 与西蕃莲果汁样品反相高效液相色谱图 (图 2) 中可见，在本实验条件下标准液维生素 B₂ 的峰态，保留时间与样品中维生素 B₂ 的峰态、保留时间相一致，说明了果汁中维生素 B 可直接应用反相高效液相色谱分离测定；而维生素 B₁、维生素 B₆ 的峰态就不及维生素 B 的清晰，对称性也不好，也就是说，在本实验条件下，反相高效液相色谱对维生素 B₁、B₆ 的分离效果不及维生素 B₂，因此对维生素 B₁、B₆ 的联合测定还需调整实验条件来完成。



图 1



图 2

图 1 维生素 B₁、B₂、B₆ 标准混合液 (40µg/ml) 反相高效液相色谱分离图主峰：V_{B2}

图 2 西蕃莲果汁反相高效液相色谱分离图主峰：V_{B2}

3.2 果汁的前处理

经亚麻布挤压后的果汁分别用直接进入

反相高效液相色谱分离;经 0.1N 氢氧化钠微沸重复处理后进入反相高效液相色谱分离和经 0.1N 盐酸微沸重复处理后进入反相高效液相色谱;结果是经 0.1N 盐酸处理后的样品,其维生素 B₂ 得到了很好的分离,获得了对称性良好的维生素 B₂ 色谱图(图 2),其峰态、保留时间均与核黄素标准样相一致(图 1),说明了果汁样品前处理对样品分离效果影响很

大,选用 0.1N 盐酸进行前处理是适宜的。

3.3 西蕃莲果汁维生素 B₂ 及回收率测定

选用不同品种、不同产地果实的果汁测定维生素 B₂ 的含量,同时吸取果汁原测试液 20ml 并加入 8 μ g 维生素 B₁、B₂、B₆ 混合标准样,定容 50ml 测定其回收率,每样品均进行平衡重复测定,详见表 1:

由表可见,其结果相对误差小于 4%,回收率

表 1 西蕃莲果汁中核黄素与回收率测定

品种	产地	核黄素测定值 (mg/100ml)	相对误差 (%)	加入标准液 的理论值 (μ g/ml)	加入样品实 测计算值 (μ g/ml)	标准样加样品 混合液实测值 (μ g/ml)	回收率 (%)
台农 1 号	漳 洲 热作所	99.59	3.65	8	47.12	54.72	99.27
		96.02				54.20	98.33
台农 2 号	漳 州 热作所	113.08	1.81	8	52.84	59.62	97.99
		111.05				58.90	96.81
	浙江亚作所 果 园	87.91	3.67	8	51.84	49.87	96.20
		91.20				52.10	100.50

在 96% 以上,说明了其重现性、准确性、灵敏度均较理想,应用反相高效液相色谱测定果汁中核黄素是可行的。

3.4 流动相 pH 值的影响

当流动相 pH 值等于 3 时,果汁的反相高效液相色谱分离图清晰,与标准样色谱分离图相一致(图 1、图 2)。当流动相 pH 值大于 4.5 或小于 2.5 时,果汁的反相高效液相色谱分离图清晰度就差,峰态对称性也变差、保

留时间不能与标准样保持一致,说明了流动相的 pH 值影响了分离效果,因此,必须控制流动相的 pH 值。

西蕃莲果汁营养丰富,应用反相高效液相色谱测定其核黄素的含量,是目前较理论的分析新方法。

参考文献

- 1 吴红京,唐根源,王勇. 色谱. 1996, 3, 140.
- 2 陆虑远等. 福建热作科技, 1988, 4, 1~7.

发酵罐液氨直接冷却式夹套传热设计

杨海狄 浙江平阳金狮啤酒有限公司 325400

林兴华 浙江大学化工机械研究所 310027

摘 要 采用氨冷式夹套的传热设计已应用在新一代的 200m³ 发酵罐的设计中。由于液氨直接冷却式发酵罐省去了酒精水的中间换热冷却循环,节省投资、节约能耗,效益明显。

关键词 发酵罐 夹套 传热设计

发酵罐是啤酒生产的关键设备之一^[1]。发酵温度的控制是依靠调节冷却系统的冷量实

现的。发酵设备冷却系统的发展经历三个阶段:第 1 为钢板或钢筋混凝土制的、放置在低