

酸外的其它 9 个主要组分, 是一个既准确又快速的葡萄酒中主要组分的测定方法, 本方法能有效地应用于制酒工业的质量控制和市场酒类的质量监测。

参考文献

- 1 official Methods of Analysis. 14th Association of official Analytical chemists, Arlington, VA 1984.
2. S. C. Churms. J. Chromatogr. 1990, 500, 555~83.
- 3 D Tusseau and C. Benoit. J. Chromatogr. 1987, 395, 323~33
- 4 E. Mentasti. M. c. Gennaro, C. sarzanini, C. Baiocch, and M. savigliano. J. Chromatogr. 1985, 322, 177~89.
- 5 F. Caccamo, G. Carfagnini, A. Corlia, and R. Samperi. J. Chromator 1986, 362, 47~53.
- 6 关家锐, 邓丛蕊, 王吉顺, 王叔仁. 色谱. 1993, 11 (5): 262.
- 7 M. Calull, R. M. Marce, and F. Borrull. J. chromatogr. 1992, 590, 215~222.
- 8 M. Caull et al. J. Chromatogr. 1992, 589, 151~158.
- 9 张学俊. 温州大学学报, 1997, 1, 1~5.

原子吸收光谱法测定鱼体总汞的研究

吕加平 东北农业大学 150030

摘 要 采用 IL 公司产 Video22 原子吸收分光光度计及氢化物吸收池, 利用冷原子吸收光谱法测定鱼体总汞, 并进行了条件优化和样品预处理方法的研究。结果表明: 该方法灵敏度为 0.51ppb, 精密密度为 5.56%, 回收率平均为 89.11%。样品消解采用了硝酸——过氧化氢 (2:1) 高压密封溶样法。实验表明: 该方法消解样品完全、快速, 样液无色透明, 无刺激性气味, 测定重现性好, 优于常规使用的硝酸——高氯酸, 硝酸——硫酸消化法。

关键词 原子吸收光谱法 鱼汞

关于汞的测定方法报道较多^[1~3], 国内大多采用国产专用测汞仪。随着分析仪器的现代化, 痕量分析日趋精确、快速。本实验采用了两端具石英窗的氢化物吸收池(如测砷时采用, 而汞吸收池无石英窗)进行汞测定方法的研究, 以便找出最佳的仪器工作条件及优选出较理想的样品消解方法。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 Video22 原子吸收分光光度计: 美国实验仪器公司生产 (包含氢化物吸收池)。

1.1.2 高压密封溶样罐 (聚四氟乙烯): 沈阳 81947 部队生产。

1.1.3 试剂: 所用消解试剂盐酸、硝酸等均为优级纯。分析用水为去离子水。氯化亚锡为分析纯。

1.1.4 汞标准贮备液: 准确称取干燥后的氯化汞 (HgCl_2 : 光谱纯) 0.1354g, 加浓硝酸 5ml 溶解后用去离子水定容至 100ml, 此溶液即为 1mg/ml。

1.1.5 鱼样: 采自农贸市场。

1.2 方法

1.2.1 样品处理方法

称取 1.00g 鱼肌肉于聚四氟乙稀高压密封溶样罐中, 分别采用硝酸——过氧化氢 (2:1), $\text{HNO}_3-\text{HClO}_4$ (2:1), $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{SO}_4$ (1:2) 来进行消解, 消解温度为 110~120℃, 消

化时间为2~2.5h,冷却后用1mol/L盐酸水溶液将样液转移至50ml容量瓶中定容至刻度,然后在最佳仪器工作条件下测定3种消解液的汞含量,通过比较选出最佳消解方法。

1.2.2 工作条件的选择

配制一定浓度的汞溶液(如30ppb),根据各因素对汞的吸光度的影响机制,进行仪器工作条件的优选试验。

1.2.3 样品的测试

开机后预热0.5~1h,使仪器的负高压,灯电流达到稳定后,开台测定样品。测定时取样液10ml加入反应杯中,蠕动泵将还原剂5%的氯化亚锡溶液加入上述反应杯中开始搅拌反应,反应停止后生成的汞蒸汽被 N_2 带入吸收池进行波谱吸收。

2 结果与讨论

2.1 仪器条件的优化

还原剂氯化亚锡的用量应足以使样液汞全部游离出来。但过多,将不再引起吸光度增加,如图1所示。因此选择还原剂5% $SnCl_2$ 的用量为2.5ml为宜。

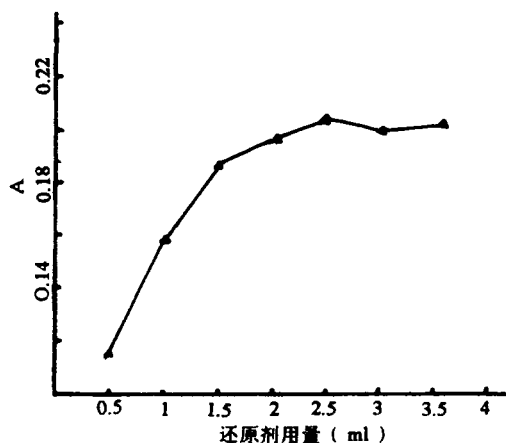


图1 还原剂用量选择曲线

载气流量要大小适中,流量太大会冲淡吸收池中汞蒸汽的浓度而使吸光度下降;流量太小,生成的汞蒸汽不能完全被送入吸收池,也使吸光度下降;此外,因气流小不能在清洗阶

段将池内汞汽冲洗干净而造成残留,影响下次测定效果。以图2中看出,使用载气流量为3~4L/min为宜。

反应时间应在保证反应完全的前提下尽可能地缩短,以提高工作效率及减少仪器波动的影响。本试验中反应是在电磁搅拌下进行的。从图3中发现,反应时间为1min时吸光度最高,即可确定为最佳反应时间。

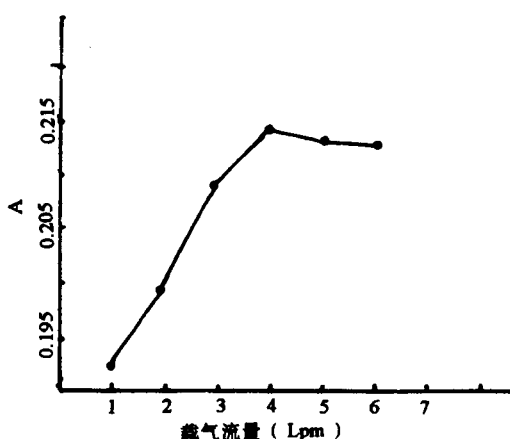


图2 载气流量选择曲线

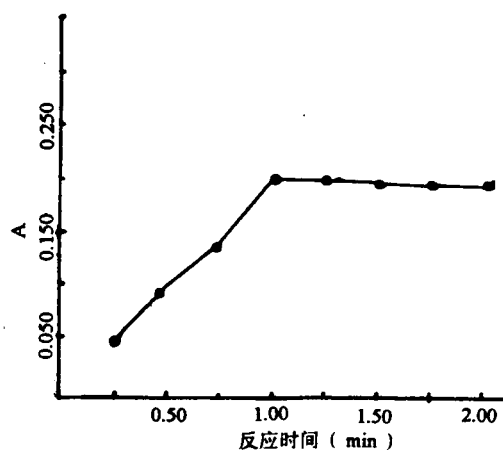


图3 反应时间选择曲线

2.2 仪器最佳工作条件及标准曲线

工作条件为:元素灯波长:253.7nm,灯电流:3mA;通带宽度1nm,载气流量4L/min,反应时间为1min,还原剂用量为5% $SnCl_2$ 2.5ml,标准曲线见图4。

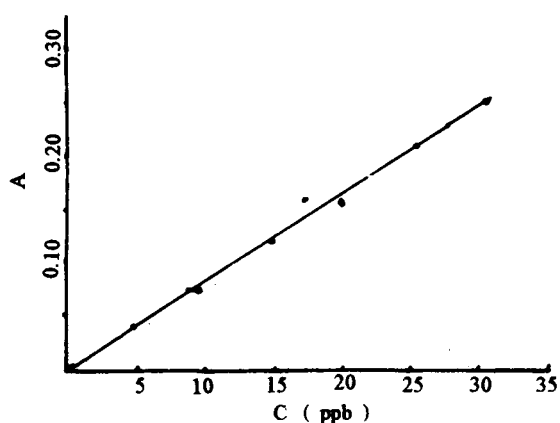


图4 标准工作曲线

2.3 硝酸用量及消解方法的优化

利用高压密封溶样罐, 以 $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}_2$, $\text{HNO}_3-\text{HClO}_4$ 、 $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{SO}_4$ 为氧化剂消解样品, 结果见表 1。

表1 消解方法的比较

	测定值				颜色	气味
	1	2	3	4		
$\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}_2$	121	117	108.5	115.5	无色	无刺激性
$\text{HNO}_3-\text{HClO}_4$	124.5	112	110	113.5	淡黄	有刺激性
$\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{SO}_4$	121	115	112	108.5	黄	有刺激性

汞是一种极易挥发的元素^[1], 消解中使用了高压密封溶样罐可以获得较理想的效果^[3,4], 但温度不宜太高, 应在 $110\sim 120^\circ\text{C}$ 。3 种消解法的比较可以看出, $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}_2$ 消解法因其良好的重复性, 无色无味的透明样液, 以及低残留氧化剂而明显地优于其它两种方法。用作样品消解的浓硝酸是一种强氧化剂, 在样品消解后残留的部分硝酸可与还原剂反应而抵消其还原性, 降低了汞的吸光度值。从图 5 曲线看出, 在应用 $5\%\text{SnCl}_2$ 5ml 的反应体系中, 硝酸用量增加至 5ml 时对测定吸光度无明显影响, 而实际样品消解中仅使用 2ml HNO_3 为消解剂, 所以不会影响测定结果。

2.4 精密度与回收率试验

取等量的 (1.000g) 同一样品 8 份, 采用上述优选方法进行消化及测定, 求得标准差为

0.06, 变异系数为 5.56, 均合乎分析要求。

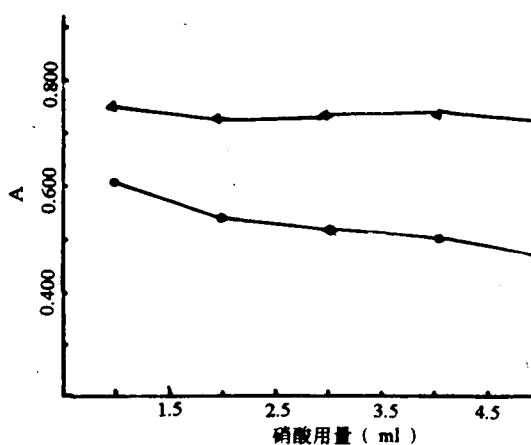


图5 硝酸用量对测定结果的影响

回收率测定中取了 4 种样品, 每种样品称取等量的 2 份置于消化罐中, 在其中的 1 份样内加入已知量的标液, 在相同条件下消解、测试 (如表 2), 平均回收率为 89.11%。

表2 回收率试验

	1	2	3	4
未加标样液	1.07	1.10	2.95	3.95
加标样液(20ppb)	18.91	17.71	20.54	23.20
回收率(%)	89.2	83.05	87.95	96.25

2.5 关于干扰问题

关于汞测定中的干扰试验已有过详细论述^[6], 铜、镁、钙、钠、钾无干扰, 硫化物、硒经消化后干扰消除, 金、铂、钯、碘化物存在严重干扰。但是, 鱼肉样等许多生物样品中上述干扰元素及化合物含量很少, 其干扰效应可忽略不计; 另外, 高纯氮气又将反应杯生成的汞蒸汽吹到吸收池内更进一步排除了干扰。所以, 在汞吸收池中几乎没有干扰。

此外, 样液的介质不同, 测定值也不同。本试验表明, 硝酸介质可降低汞的吸光度。硫酸介质虽无影响, 但其腐蚀性强而不宜选用。因而我们选用了盐酸作为介质, 考虑到样液中汞离子的稳定性而选用 1N 盐酸^[5]。

测定过程中仪器的波动、基线漂移造成的干扰不容忽视。为此,分析中应快速加样,尽量缩短测样的间隔时间。另外,采用标准曲线的第一点溶液校正仪器,克服基线漂移的干扰,每分析 10 个样校正一次。

3 结 论

3.1 本实验利用 Video22 原子吸收分光光度仪及其具石英窗的氢化物吸收池测定鱼体总汞的仪器工作条件是:元素灯波长 253.7nm,灯电流 3mA,通带宽度 1nm,载气流量为 4L/min,反应时间 1min,还原剂用量为 5%氯化亚锡 2.5ml,灵敏度为 0.51ppb,精密密度为 5.56%,平均回收率为 89.11%。

3.2 采用硝酸—过氧化氧(2:1)高压密封溶样法来消解样品,消化温度为 110~120℃,消化时间为 2~2.5h。该法的消化样液无色透明,无刺激性气味,测定重复性好,优于常用的硝酸—高氯酸和硝酸—硫酸法。

3.3 硝酸对汞的吸光度有不良影响,所以测汞样液不宜用硝酸作为介质;而采用 1mol/L 盐酸作为介质;而且消解样品中硝酸用量不宜太多,否则会降低测汞吸光度。

3.4 测定样品时应注意在测定前进行手动式键盘调零,减少基线漂移的影响;同时应间隔一定时间后重新校正曲线,以提高测定精密密度。

参考文献

- 1 John Qilbert. Analysis of Food contaminants. Northern Ireland, 1984.
- 2 叶孟兆. 浙江农业大学学报. 1984, 10 (2): 215~220.
- 3 李述信. 分析样品的预处理, 中国光学学会光谱专业委员会, 1985.
- 4 杨光和. 生物化学与生物物理学进展. 1984, 5: 56~59.
- 5 IL 公司. Atomic Vapor Accessory. 1982.
- 6 何铭慈. 无焰原子吸收光谱法测定水中痕量汞、铜、铅、镉、铬和铈. 长春应化所, 1985.

一种选择性快速测定果蔬汁饮料中氨基酸氮的分析方法

张文德 胡志芬 马志东 尹璐 河北省唐山市卫生防疫站 063000
王阶标 华北煤炭医学院卫化教研室

摘 要 研究在 pH4.8 乙酸盐介质中,氨基酸氮(AN)与乙酰丙酮和甲醛试剂显色反应的最佳条件,考察共存物质的影响。得到选择性好、灵敏、快速、准确测定 AN 的光度分析新体系,用于水果、蔬菜及果蔬汁饮料的 AN 测定,结果与甲醛值法相一致。回收率为 95.7%~103%,相对标准偏差<5%。

关键词 氨基酸氮 光度法 果蔬汁饮料

氨基酸氮(AN)是果蔬中的固有成分,不仅是评价食品质量及营养价值的重要指标,而且在果蔬汁饮料的鉴别上有极其重要的意义。作为定量方法,我国推荐甲醛值法作为标准方法^[1],该法虽有较好准确度,但存在以下问题:方法的灵敏度低,尤其是对饮料中原汁含量较低的样品,往往检不出;对含碳酸型及酒精型

的饮料,需除去 CO₂ 和乙醇才能测定;滴定终点不易掌握,甲醛浓度 滴定速度等要求苛刻;取样量大、分析速度慢、消耗溶剂多。在应用上有一定的局限性。因此,开发研究 AN 显色反应的新体系,对于开展果蔬汁饮料原汁含量的测定、掺伪饮料的鉴别、研究果蔬作物的成熟度、选择饮料生产的最佳工艺及产品质量的