

- 14 CYNTHIA K. AGEMURA, et al. Flow Field in straight and Tapered Screw Extruders Using Magnetic Resonance Imaging. J. Food Engineering 1995, 25, 55~72.
- 15 Y. LI & F. HSIEH. Modeling of Flow in a Single Screw Extruder. J. Food Engineering 1996, 27, 353~375.
- 16 J. F. FALLER, et al. Evaluation of Die Swell and Volumetric Expansion in Corn Meal Extrudates. J. of Food Process Engineering 1995, 18, 55~69.
- 17 AN-I. YEH & J. V. HWANG. The Effect of Die Shape on velocity Profile of Extrudate Using a Single-Screw Extruder. J. Food Engineering. 1995, 25, 209~222.
- 18 RAKESH K. SINGH. Research Directions for Food Engineering. 1994, 23, 199~491.

## 微分脉冲溶出伏安法测定 蜂花粉中微量锌

牟 兰 张长庚 贵州大学化学系 550025

**摘 要** 报道用微分脉冲阳极溶出法测定刺梨及苜蓿蜂花粉中的微量锌。在 pH5 的 0.5mol/L KSCN 溶液中, 锌具有良好的溶出峰。方法灵敏、准确。检出限为  $1.53 \times 10^{-7}$  mol/L。

**关键词** 微分脉冲溶出法 花粉 锌

花粉中含有多种维生素、酶、蛋白质及微量元素, 有全营养食品之称。测定花粉中微量元素的含量对评价花粉的品质有重要意义。文献中曾采用石墨炉原子吸收法<sup>[1,2]</sup>、ICP 原子发射光谱法<sup>[3]</sup>、分光光度法<sup>[4]</sup>、阴极溶出伏安法<sup>[5]</sup>及同位素源激发 X-荧光分析法<sup>[6]</sup>测定了花粉中的十多种微量元素。我们用微分脉冲阳极溶出伏安法测定了贵州刺梨及苜蓿的蜂花粉中的微量锌。实验表明, 在 pH5 的硫氰酸钾溶液中, 方法灵敏且具有良好的重现性与回收率, 检出限可达  $1.53 \times 10^{-7}$  mol/L。

### 1 主要试剂和仪器

#### 1.1 试剂

1.1.1 锌标准溶液: 准确称取 0.5000g 纯度为 99.99% 的锌片于 200ml 烧杯中, 加 10ml 浓盐酸溶解, 转移至 500ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度。准确吸取 1.00ml 以上标准溶液于 100ml 容量瓶中。用蒸馏水稀至刻度。此标准溶液含锌  $10 \mu\text{g/ml}$ 。

1.1.2 其它试剂 2.0mol/L 硫氰酸钾溶液、高氯酸、盐酸、硝酸、氢氧化钠。所有试剂均为分析纯, 溶液用离子交换超纯水配制。

#### 1.2 仪器

1.2.1 BAS-100A 电化学分析仪(美国生物分析系统公司)。BAS-100A 电解池工作台。三电极电解池, 工作电极为悬汞电极, 对极为铂电极, 参比电极为银-氯化银电极。

1.2.2 P514 数字酸度计(比利时 CONSORT 公司)。

1.2.3 超纯水离子交换器(ELGASTAT UHQ 英国)。

1.2.4 全磨口自动回流消化仪(重庆北碚玻璃仪器厂)。

### 2 测定条件选择

2.1 底液浓度 在硫氰酸钾溶液中, 锌有很多的阳极溶出峰(图 1), 其峰电位在  $-1.0\text{V}$ 。底液浓度对峰电位及峰电流均无影响。综合考虑其它因素, 选择 0.5mol/L KSCN 溶液作底液。

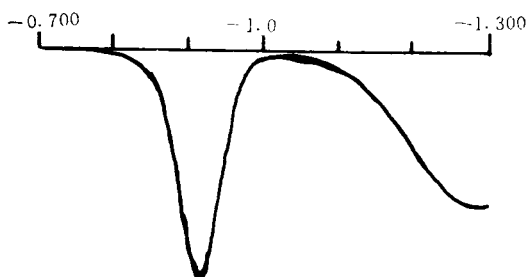


图1 锌在硫氰酸钾底液中的溶出伏安图

测定条件 富集电位  $-1300\text{mV (vs. Ag/AgCl)}$   
 富集时间 120sec  
 电压扫描速度  $20\text{mV/sec}$   
 脉冲振幅 30mV  
 脉冲宽度 80msec  
 脉冲周期 200msec  
 采样宽度 20msec

2.2 预电解电位 在 KSCN 溶液中预电解电位与峰电流之间的关系符合一般规律。在  $-1.4\text{V}$  后峰电流与电位无关。考虑到电位太负时氢析出的影响,我们将预电解电位选在  $-1.3$  伏特。

2.3 溶液的 pH 值 峰电流与溶液 pH 的关系如图 2 所示。当 pH 小于 5 时峰电流随 pH 减小逐渐增大,增大的原因与溶液中氢离子的还原有关,当 pH 大于 5 时峰电流趋于稳定。为不使锌水解,溶液需要有一定酸度,我们将溶液的 pH 选择在曲线的转折处,使溶液的 pH 为 5。

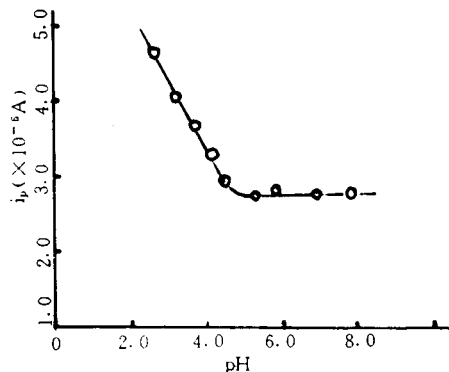
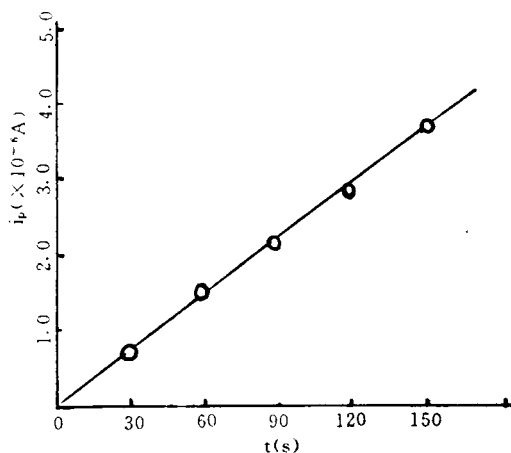


图2 溶液 pH 与峰电的关系曲线锌浓度为  $1\mu\text{g/ml}$ 。

其它条件同图 1

2.4 预电解时间 由阳极溶出伏安法理

论知道,被分析离子的溶出峰电流与预电解时间成正比。从图 3 看出锌的阳极溶出峰电流与预电解时间呈良好的线性关系。从提高灵敏度及缩短测定时间两方面综合考虑,选择预电解时间为 120s。



锌浓度为  $1\mu\text{g/ml}$ 。(其它条件同图 1)

图3 预电解时间与峰电流的关系曲线。

### 3 溶出峰电流与浓度的关系

配制含锌  $1.0\mu\text{g/ml}$  的标准溶液,分别吸

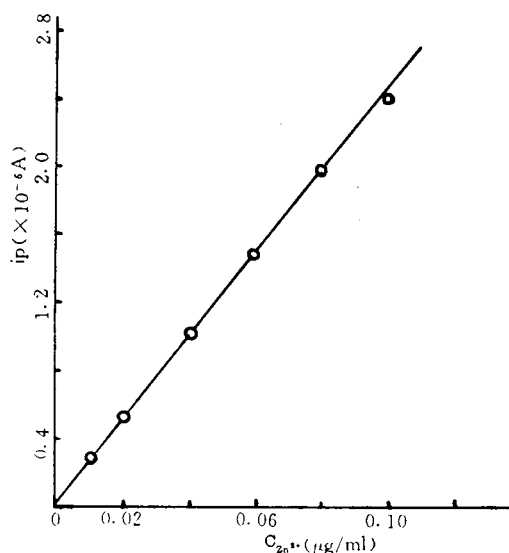


图4 锌的峰电流与浓度的关系曲线

取  $0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\text{ml}$  的标准溶液与  $50\text{ml}$  小烧杯中,分别加入  $1\text{mol/L}$  KSCN 溶液

25ml 在酸度计上用酸碱调节溶液的 pH 到 5 左右,转移至 50ml 容量瓶中,并稀释到刻度。将溶液倒入电解池中,在 -1.3V 下预电解 120s,静置 30s 后作阳极溶出伏安测定。如图 4 所示锌的溶出峰电流与浓度间有良好的线性关系。

#### 4 样品测定

准确称取 0.5g 经干燥处理过的刺梨花粉或苜蓿花粉于玻璃消化器的烧瓶中,加 5ml 浓硝酸,2ml 高氯酸,加热使试样消化至溶液清亮,继续加热蒸发至近干。加 2ml 浓盐酸蒸干,

表 1 刺梨及苜蓿花粉中锌的测定结果

样品名称	重量 (G)	峰电流 ( $10^{-6}$ A)	浓度 ( $\mu$ g/ml)	含量 ( $\mu$ g/g)
苜蓿(1)	0.5000	1.13	0.044	4.4
苜蓿(2)	0.5000	1.03	0.040	4.0
苜蓿(3)	0.5000	1.08	0.042	4.2
刺梨(1)	0.5000	0.56	0.021	2.1
刺梨(2)	0.5000	0.56	0.021	2.1
刺梨(3)	0.5000	0.61	0.023	2.3

重复一次,使赶除残留的硝酸。加 2 mol/L 硫氰酸钾 12.5ml,调节溶液的 pH 至 5 左右,转移至 50ml 容量瓶,用水稀释至刻度。在所选定的最

佳测定条件下用标准曲线法作阳极溶出法测定。测定结果列入表 1 中。为了验证方法的准确性我们做了回收试验。测定结果列入表 2。从表中数据看出方法的测定重现性及回收试验均十分满意。

表 2 回收率实验结果

	苜蓿 (1)	苜蓿 (2)	刺梨 (1)	刺梨 (2)
原溶液含量( $\mu$ g)	0.44	0.42	0.21	0.21
加入标准量( $\mu$ g)	0.20	0.20	0.20	0.20
峰电流( $10^{-6}$ A)	1.48	1.34	0.97	0.97
测出量( $\mu$ g)	0.59	0.54	0.38	0.38
回收率%	92	87	93	93

#### 参考文献

- 1 袁庆华等. 光谱学与光谱分析, 1990, 10 (5): 73~75.
- 2 陈良壁等. 光谱学与光谱分析, 1987, 7 (3): 63~66.
- 3 赵玉珍等. 分析测试通报, 1987, 6 (3): 38~40.
- 4 冯建章等. 北京大学学报(自然科学版), 1987, (4): 20~23.
- 5 Moon Dong Cheul et al. Yakhak Hoechi (Korea), 1985, 29 (3): 144~151; C. A. Vol 103, 156741y 1985.
- 6 曹华德等. 微量元素, 1991, (4): 32~33.

## 活性菌牛乳对机体的保护性作用

何树庄 杨宝峰 包丽华 郝晓敏 哈尔滨医科大学药理教研室 150086  
钟长恩 哈尔滨医科大学保健室

**摘 要** 普通牛乳经活性菌处理后为活性菌牛乳(菌乳),每天按时定量给小鼠灌胃 1 次,连续 28 天,于末次灌胃 30min 后进行高温( $46 \pm 1^\circ\text{C}$ )与低温( $-20 \pm 1^\circ\text{C}$ )实验。同时测定血液中丙二醛(MDA)及谷胱甘肽过氧化物酶(GSH-Px)的含量,结果表明服用菌乳的小鼠抗高温与耐低温的能力明显增强,死亡率显著降低,明显优于服用普通牛乳与人参蜂王浆的小鼠( $P < 0.001$ )。血清中 MDA 含量明显低于普通牛乳组,全血中 GSH-Px 活力又明显高于普通牛乳组( $P < 0.05$ )。