

回收率为 82.5% (见表 1)。

表 1 石油醚回收情况 (n=17)

样品	取样量 (g)	原装石油醚 (ml)	回收石油醚 (ml)	回收率 (%)
千层糕	100	350	310	88
启酥	50	150	125	83
桃酥	50	120	98	82
酥糖	100	200	170	85
蛋奶干	150	300	270	90
蛋薄脆	70	160	125	78
锅巴	50	100	80	80
生仁酥	80	200	170	85
小锅巴	50	100	75	75
桃酥	80	150	125	83
盐饼	100	300	260	86
酥糖	60	150	120	80
启酥	50	100	80	80
蛋薄脆	80	250	210	84
锅巴	50	100	75	75
蛋奶干	100	250	220	88
桃酥	65	150	120	80
合计	1285	3130	2543	82.5

2.2 油脂的酸价、原装石油醚提取的为 6.40 ± 13.38 , 回收石油醚提取的为 6.35 ± 13.24 ($t=0.01$, $P>0.5$ 无差异) (见表 2)。

2.3 油脂的过氧化值, 原装石油醚提取的为 0.61 ± 1.198 , 回收石油醚提取的为 0.61 ± 1.199 ($t=0.00$, $P>0.5$ 无差异) (见表 2)。

3 小结

用原装及回收后石油醚对 17 份样品进行油脂提取, 分别对其酸价、过氧化值进行测定, 结果、原装石油醚提出油脂的两个测得值与回收后石油醚提出油脂的两个测得值、两者无差

异。证明: 浸泡过、甚至是反复浸泡过不同程度酸败样品的石油醚、回收后再用, 都不会对该样品的酸价、过氧化值发生显著影响。而且、试剂回收率高 (82.5%), 确实可为单位节省很大一笔试剂成本开支, 可获得一举两得的社会及经济效益。

表 2 两种石油醚提取脂肪其酸价、过氧化值结果 (n=17)

样品	酸价		过氧化值	
	原装石油醚/回收石油醚	原装石油醚/回收石油醚	原装石油醚/回收石油醚	原装石油醚/回收石油醚
千层糕	0.67	0.61	0.030	0.035
启酥	55.0	54.3	0.078	0.086
桃酥	1.06	0.92	0.049	0.043
酥糖	4.75	5.0	0.014	0.011
蛋奶干	1.41	1.21	0.032	0.050
蛋薄脆	1.69	1.56	0.067	0.065
锅巴	7.63	7.64	0.17	0.17
生仁酥	20.0	20.1	5.1	5.1
小锅巴	4.25	4.26	0.11	0.11
桃酥	1.43	1.37	0.26	0.27
盐饼	1.02	0.97	0.62	0.62
酥糖	1.43	1.40	0.75	0.80
启酥	0.84	0.85	0.79	0.76
蛋薄脆	1.30	1.33	0.67	0.66
锅巴	0.48	0.44	0.96	0.99
蛋奶干	4.39	4.58	0.38	0.37
桃酥	1.49	1.44	0.30	0.25

MP-1 型溶出分析仪直接测定 汽水中糖精、色素、铅、砷、铜

刘桂兰 王秀花 韩淑娟 韦汉光 大连市旅顺口区卫生防疫站 116041

目前防疫站测定食品中的重金属部分使用原子吸收分光光度计法, 该仪器结构复杂, 体

积庞大, 占地面积多, 还配有乙炔气, 增加了不安全因素, 且价格较高。为此在测定重金属

时有的改用化学比色法,在测糖精色素时改用薄层层析法,前者液体样品需消化,后者样品需分离提取,又是半定量的,操作程序繁琐,做一个样品需一两天时间。为改进基层防疫部门对重金属、糖精、色素等的检验方法,根据电化学分析理论,大胆采用 MP-I 型溶出分析仪对冷饮中含铅、砷、铜、糖精、色素进行试验。实践证明重金属部分用“阳极溶出法”分析,糖精、色素、部分用“极谱”分析,使糖精、色素及重金属均用同一仪器测出。此法稳定性好,重复性好,准确度高,仪器易于掌握。如果被测物是固体或半固体,经处理后可直接上仪器分析。

使用 MP-I 型溶出分析仪,直接检测汽水之中的糖精、色素、铅、砷、铜的方法,在 20 min 内即可测出上述五顶指标。糖精钠回收率 91%~104%,变异系数为 1.3%~5.3%,色素回收率 90%~109%,变异系数为 0.5%,砷最低检出限 0.01 $\mu\text{g/ml}$ 线性范围 0.01~0.20 $\mu\text{g/ml}$,回收率 98%~102%,标准差为 1.5,相对标准偏差为 1.5%,铅铜回收率 94%~99%,标准偏差在 0.6 以下,相对标准偏差为 2%。

1 实验部分

1.1 铅、铜同时检测。

1.1.1 仪器: MP-I 型溶出分析仪

工作电极: 玻碳汞膜电极

底液: 酸性底液, 样液用 6 mol/L HCl 或 H_2SO_4 调成 pH2~4。

电位选择: $E_{\text{下}} = -0.017\text{V}$ $E_{\text{上}} = -0.9\text{V}$

$E_{\text{电}} = -1.0\text{V}$

$E_{\text{洗}} = -0.1\text{V}$ $E_{\text{pb}} = 0.2\text{V}$

$E_{\text{pcu}} = 0.5\text{V}$

参数: $A=0$ $B=10$ 、 $c=100$ $d=200$

荧屏上同时出现铅和铜峰,用标准加入法即可定量。此法不受汽水中其它物质干扰,峰形清晰光滑。

1.2 砷

1.2.1 仪器: MP-I 型溶出分析仪。

工作电极: 玻碳镀金电极

底液: 1 mol/L HNO_3

电位选择: $E_{\text{下}} = 0.6\text{V}$ $E_{\text{上}} = -0.2\text{V}$

$E_{\text{电}} = -0.3\text{V}$

$E_{\text{p}} = 0.2\text{V}$

参数: $A=2$ $B=20$ $C=100$ $d=20$

1.3 色素:

1.3.1 亮蓝

仪器: MP-I 型溶出分析仪

工作电极: 滴汞电极

底液: 0.25 mol/L NaAc ~1.4 mol/L (pH = 3.6)

电位选择: $E_{\text{起}} = -0.35\text{V}$ $E_{\text{终}} = -0.95\text{V}$

$E_{\text{p}} = -0.67\text{V}$ $S_{\text{en}} = 6\sim10$

参数: $A=70$ $B=12$ $C=0$ $d=0$

1.3.2 日落黄、苋菜红、靛蓝、胭脂红、柠檬黄

仪器: MP-I 型溶出分析仪

工作电极: 滴汞电极

底液: 0.1mol/L NH_4OH ~ 0.1mol/L NH_4Cl

电位选择: $E_{\text{始}} = -0.35\text{V}$ $E_{\text{终}} = -0.95\text{V}$

$S_{\text{en}} = 10$

峰电位: 胭脂红 = -0.73V

柠檬黄 = -0.69V

日落黄 = -0.61V, 苋菜红 = -0.57V

靛蓝 = -0.44V

参数: $A=70$ $B=12$ $c=0$ $d=0$

1.4 糖精

工作电极: 滴汞电极

底液: 0.5mol/L NaOH ~1mol/L NH_4Cl

电位选择: $E_{\text{始}} = -1.45\text{V}$ $E_{\text{终}} = -1.95\text{V}$

$E_{\text{p}} = -1.8\text{V}$ $S_{\text{en}} = 10$

参数: $A=70$ $B=12$ $c=0$ $d=0$

2 结束语

MP-I 型溶出分析仪体积小价格便宜。用此仪器可直接测定 汽水之中的糖精、色素和重金属,且精度高、准确性和稳定性、重复性均好,还节省溶剂、减轻污染和劳动强度。经多次使用,效果良好。