

黄原酯棉富集原子吸收光谱测定饮料中的铜铅

陈建荣 浙江师范大学化学系 321004
陈秀莲 浙江金华粮食学校

摘 要 探讨了黄原酯棉的制备方法和吸附性能,在 pH3~8,黄原酯棉能定量吸附铜、铅、用 HNO_3 解脱火焰原子吸收光谱测定,方法可用于矿泉水、汽水和酒中铜、铅的测定。

关键词 黄原酯棉,原子吸收光谱 铜、铅 饮料

1 引言

饮料是食品卫生监督检验的常测样品,饮料中铜、铅含量是必测的指标,长期以来样品均采用酸式湿消化或碱式干灰化处理;分别用化学法测定^[1]。分析速度慢,方法的灵敏度也较低。近几年出现的螯合纤维素,由于制备简单,在分离富集金属元素方面有广泛的应用。用巯基棉纤维富集饮料中的铅已有报道^[2,3],缺点是制备较复杂,尤其是巯基乙醇酸具有令人不愉快的恶臭。黄原酯棉具有制备简单、快速、成本低等优点,已用于贵金属的分离富集^[4]。本文研究了黄原酯棉对铜、铅的吸附性能,并用于矿泉水、汽水和酒中铜、铅的测定,结果令人满意。

2 实验部分

2.1 实验仪器和试剂

AA-670 原子吸收分光光度计(日本、岛津公司)、铜、铅空心阴极灯。

铜、铅标准溶液:由相应的高纯金属按常规方法配成 1mg/ml 贮备液、工作液用此液稀释;二硫化碳,分析纯;其它试剂均为分析纯;水为二次蒸馏水。

2.2 黄原酯棉的制备

将脱酯棉撕成小片,常温下浸入 20% NaOH 溶液,约 10 min 取出,放在粗孔砂芯玻璃漏斗中抽滤,以除去多余的碱液,取出移入

烧杯,用玻棒拨成小片,倒入二硫化碳将其浸没,搅拌均匀,盖上表面皿,放置约 10 min,待脱酯棉表面呈淡黄色时,立即取出,迅速用蒸馏水冲洗至中性为止,然后用无水乙醇洗净,室温下阴干,贮于避光的干燥器中备用。

2.3 实验方法

取制得的黄原酯棉约 0.2 g,用玻棒装入漏斗颈部作为吸附柱(见图 1),调节流速为 4~5 ml/min,将含铜、铅的试液调 pH 为 5 左右从漏斗加入,过漏斗颈部,试液流完后加 1 ml 浓 HNO_3 解脱,收集于 10 ml 容量瓶中,用纯水冲洗并定容、用原子吸收光谱法按仪器操作条件进行测定。

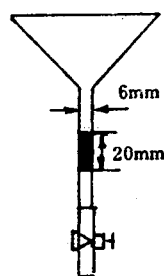


图 1 吸附柱示意图

3 结果与讨论

3.1 pH 对铜铅吸附的影响

分别取 50 μg Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 标准溶液于 50 ml 烧杯中,调节不同 pH,试液体积为 20 ml,以

3 ml/min 的流速过柱,流出液接盛于 25ml 容量瓶中,定容。用原子吸收光谱法测定流出液中 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 的浓度。以差减法计算吸附率,以吸附率对 pH 作用图 2。从图可见,在 pH3~8 黄原酯棉能定量吸附 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 。实验中选用 pH 为 5。

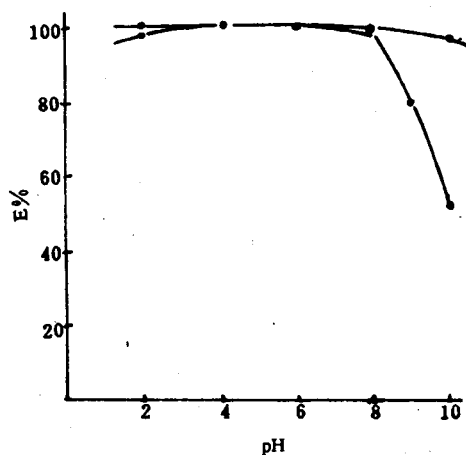


图2 pH 吸附的影响

• — Cu^{2+} • — Pb^{2+}

3.2 过柱流速对吸附的影响

分别取 50 μg Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 标准溶液,调 pH 为 5 体积为 20 ml。以不同流速过程,流出液接盛于 25 ml 容量瓶中,用原子吸收光谱法测定,结果见表 1。

表1 过程流速对吸附的影响

流速(ml/min)	2	3	5	5	6	7
吸附率						
铜	100	100	995	99	98	95
铅	100	100	100	99	98	94

从表可看出,流速小于 6 ml/min,吸附率大于 98%。以后的实验中选用 4~5 ml/min。

3.3 解脱液的选择

实验选用 HNO_3 作解脱液,酸度越高越易解脱,我们用 1 ml 浓 HNO_3 作解脱液,有纯水冲洗至 10 ml 容量瓶中,冲洗流速小于 3 ml/min,能完全解脱 50 μg Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 。

3.4 黄原酯棉饱和吸附容量的测定

称取一定量黄原酯棉于 50 ml 干燥磨口三角瓶中,加入过量 Cu^{2+} 标准溶液,调节 pH 为 5。

控制总体积为 25 ml,振荡 30 min,静置,吸取清液进行测定,测得不同批号黄原酯棉对 Cu^{2+} 的饱和吸附容量如表 2 所示。

表2 黄原酯棉对 Cu^{2+} 的饱和吸附容量

批号	1	2	3
外观	浅黄	淡黄	深黄
含硫量(%)	0.50	1.01	2.40
饱和吸附容量($\text{mgCu}^{2+}/\text{g}$)	2.54	4.95	11.82

表3 常见离子干扰试验 (均非上限)

离子	加入量 (mg)	回收率 (%)	
		Cu^{2+}	Pb^{2+}
K^+	10	99.5	99.0
Na^+	10	100.0	100.0
Ca^{2+}	10	99.0	100.0
Mg^{2+}	10	101	99.0
Co^{2+}	1	98.5	99.4
Ni^{2+}	0.5	99.0	98.5
Mn^{2+}	0.5	100.0	99.0
Zn^{2+}	0.5	99.5	98.0
Cl^-	10	100.0	100.5
SO_4^{2-}	10	99.5	99.0
CO_3^{2-}	10	100.5	99.5
柠檬酸	10	99.0	98.8
酒石酸	10	100.2	100.5
乙醇	50% (体积比)	99.5	99.0

由表 2 可见,不同的黄原酯棉,由于含硫量不同,对 Cu^{2+} 的饱和吸附容量不同。黄原酯棉颜色越深,含硫量越高,吸附容量也越大。

3.5 常见离子的干扰试验

考虑到矿泉水、汽水和酒中含有大量 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子及这些离子对痕量 Cu^{2+} 和 Pb^{2+} 富集和测定的影响。进行了常见离子的干扰试验。分别取 Cu^{2+} 和 Pb^{2+} 标准溶液各 20 μg ,加不同量的干扰离子,调 pH 为 5,控制体积为 100 ml,按实验方法进行,结果见表 3。表中可见,所试验量的上述离子对 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 的回收率无影响。

3.6 样品测定及回收率试验

分别取各类饮料样品 200 ml,调 pH 值为 5

左右,按 2.3 实验方法进行测定。结果见表 4。

表 4 样品铜铅含量 $\mu\text{g/L}$ mg/L

样品名称	矿泉水	汽水	啤酒	散装白酒
铜	0.050	0.022	0.018	0.038
铅	0.019	0.038	0.025	0.065

另取样品进行回收率试验,结果见表 5。

表 5 回收率测定结果

样品	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)
矿泉水	铜	10	20.2
200ml	铅	10	13.6
汽水	铜	10	14.3
200ml	铅	10	17.5

4 小结

黄原酯棉具有制简单,富集因子高、提高了原子吸收法测定铜、铅的灵敏度,可用于饮料中铜、铅的测定。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国卫生部. 食品卫生检验方法(理化部分). 北京:技术标准出版社, 1979.
- 2 谈桂权等. 巯基棉富集原子吸收测定白酒中的铅. 食品科学. 1990, (2): 56~58.
- 3 褚金华等. 巯基棉-FAAS 测定汽水中铅. 中华预防医学杂志. 1990, 24 (2), 126.
- 4 卢繁等. 黄原酯棉在贵金属元素分离富集中之应用. 贵金属. 1988, 9 (1), 23~29.

烹调过程与食品诱变剂

闫万华 山西农家科院农产品综合利用研究所 030031

潘 瑾 中国预防医学科学院劳卫所

通常烹调食品中均含有不同量的诱变剂。烹调方式对其形成有重要影响。了解诱变剂前体及合成条件有助于减少或阻止其形成。半个世纪前, Widmark 发现烤马肉提取物有些致癌作用,接着有许多关于烹调肉中毒素形成的报道。1978 年, Commoner 等报道:家庭烹调条件下,煮牛肉汁里有诱变剂产生。此后,从氨基酸、蛋白质的热分解产物和富含蛋白质的食物烹调中分离、鉴定出一系列诱变剂,其中有些已被动物实验证实有致癌性。

1 烹调温度与时间对诱变剂生成的影响

研究表明:烹调温度、时间和方法是影响诱变剂形成的重要物理因素。食物诱变剂活性随烹调温度升高而迅速增大,200℃油炸碎肉,其诱变剂活性比 150℃时高出 1 倍。200~250℃时,诱变剂的生成处于停滞期,若温度升至 300℃,诱变剂活性又迅速增加。锅里残

留物诱变剂活性也随烹调温度升高而增加,烧焦时,诱变剂活性最大。200℃或 250℃油炸猪肉(10 min),锅中残留物和肉外壳中诱变剂含量几乎相等。烘烤食物也一样。这一结果表明:减少食物诱变剂摄入量的最简单方法是弃除锅里残留物。另外,随烹调时间延长,诱变剂活性也增加;但时间对诱变剂形成的影响不及烹调温度重要。至于烹调方法,经调查表明油炸和烧烤较烘烤、煨炖及微波炉烹调时产生的诱变剂水平要高。模拟系统中,将甘氨酸、肌酸和葡萄糖的混合物加热到 140℃(15min),没有明显的诱变剂产生,但加热到 160~180℃时,便可检测出诱变剂了。

2 诱变剂分类

烹调食物中鉴别出的诱变剂是杂环胺,根据它们的化学结构,可将其划分为五类,列表如下: