

出版社 293—307 1982

[2] 崔月梨等《卫生防病人员岗位考核指南》第二卷,人民卫生出版社,216,1986

[3] 魏景超,《真菌鉴定手册》上海科学技术出版社 107—108 1979

[4] 常见与常用真菌编写组《常见与常用真菌》,科学出版社 1973

[5] 汤月教等,《酵母菌的特性鉴定和危害》食品科学(4)1987

[6] 卫生部《食品卫生检验方法,微生物学部分》1985

果蔬罐头中锡的快速测定

厦门水产学院 张素驹 杨 勇 杨孙楷

罐头食品中锡的测定,多沿用苯苟酮或二硫酚等比色法〔1〕,但操作费时,灵敏度低,满足不了现代食品快速分析的要求。原子吸收和极谱阳极溶出法测定罐头中溶锡已有报导〔2、3〕,前者除设备昂贵外,操作亦未见快速。后者灵敏度高,方法也较简便,但需有一富集和通氮除氧过程。极谱催化波测定具有快速灵敏,装置简单等特点,是微量金属理想的检测手段,但其应用于罐头食品中锡测定迄今国内尚未见报导。本文提出的醋酸铵——铜铁试剂——吐温体系中锡(IV)的催化极谱测定的新方法并应用于果蔬罐头含锡量测定。实验表明本法具有简易快速,选择性好,灵敏度高的特点。经消解后的单样测定数分钟内即可完成,测定下限达ppb级,方法的回收率相对误差在10%以内,变异系数约为5%。

实验部分

一、仪器与试剂:

JP-1A型示波极谱仪;滴汞电极为工作电极,饱和甘汞为参比电极,铂丝为辅助电极。

锡标准液:高纯金属锡以1:1盐酸溶解并配成1mg/ml锡储备液,临用时以0.5N盐酸稀释至所需浓度。

0.5%铜铁试剂:0.25克铜铁试剂溶于50毫升蒸馏水中,贮于棕色瓶备用。

醋酸铵缓冲液:240毫升浓氨水加冰醋酸200毫升并稀释至1升。

吐温:0.05毫升吐温以无水乙醇稀释至100毫升。

二、罐头试样测定步骤:

称取组织捣碎机捣碎均浆之罐头内容物10.0克于250毫升凯氏烧瓶中,加入浓硫酸10毫升混摇片刻,添加约3毫升30%过氧化氢,待激烈反应平息后,于电炉上加热煮沸,稍冷后仔细滴加过氧化氢直到有机质消化完全,溶液呈透明无色或微黄绿色为止。将消化液转入100毫升容量瓶中定容作为样液。

移取醋酸铵缓冲液4.0毫升,铜铁试剂0.3毫升,吐温0.4毫升于50毫升容量瓶中,准确加入样液0.1~2.0毫升,加水定容后倾入电解杯中,调节示波极谱仪原点电位为-0.5V,选择适当倍率,于-0.68~-0.75V之间记录锡的导数催化电流值。

于同一电解杯中准确加入一定量标准锡液并记录峰电流值,按标准加入法计算罐样中溶锡含量。

三、底液条件及干扰实验:

1. 铜铁试剂对锡催化电流的影响:

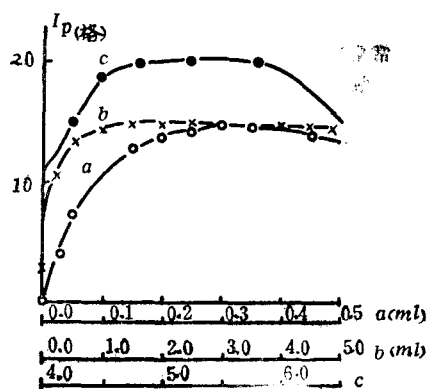
实验中若不加铜铁试剂则观察不到锡的催化电流,随铜铁试剂加入量增大峰电流值上升,当50毫升体系中0.5%铜铁试剂加入量0.2毫升以上时峰电流稳定(图一, a)。

2. 醋酸铵缓冲液用量实验:

(图一, b)表明,缓冲液加入量在1.0~6.0毫升范围内,峰电流最大且几无变化。

3. pH值对锡峰电流的影响:

体系pH值在4.8~6.0之间时,峰形最佳且稳定,但 $4 < \text{pH} > 7$ 时催化波明显被破坏(图一, c)。

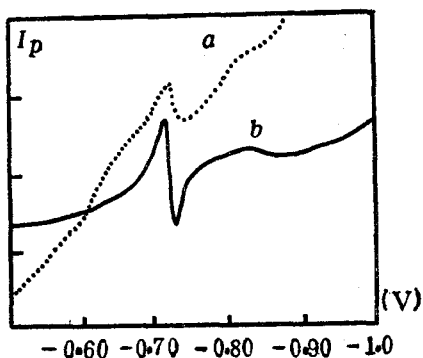


图一 底液条件试验

- 铜铁试剂用量与 I_p 关系;
- NHAC 用量与 I_p 关系;
- pH 值与 I_p 关系。

4. 吐温用量实验:

吐温为阴离子型表面活性剂, 加入后可使具吸附波性质的锡催化波波形显著改善, 且消除了杂波干扰, 灵敏度提高(图二)。但加入过量将导致波形变坏, 实验中以不超 0.5 毫升为宜。



图二 吐温用量实验

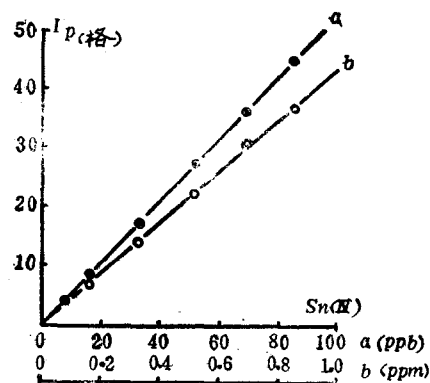
- 未加吐温时波形;
- 加 0.4 ml 吐温后波形。

5. 锡浓度与峰电流对应关系:

以不同浓度锡标准液按试样测定条件做工作曲线, 在 10ppb~1 ppm 范围内锡浓度与峰电流(I_p)呈良好线性关系(图三)。检测下限为 5.0×10^{-3} 微克/毫升。

6. 干扰实验:

对果蔬罐品中可能存在及处理过程可能引入的某些常见离子做了干扰实验, 结果表明: 大量的 Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} 及 50 倍量以下的铁, 16 倍量以下的



图三 锡浓度与峰电流关系

铜对测定不干扰, 铅高于锡量 4 倍时使锡峰电流增大。因果蔬罐头中一般铅, 铜含量均较低, 故实际试样测定不会受二者影响。

分析结果与讨论

一、试样测定结果的精密度和回收率:

对各种果蔬罐头随机取样测定, 同时进行精密度和回收率试验, 结果见表(一)(二)。

表(一) 测定结果及精密度

罐 样	测定结果 (ppm)	变异系数 (%)
荔 枝	51.2 ± 2.6	4.8
菠 萝	32.6 ± 1.8	5.2
桔 子	54.3 ± 3.2	5.6
枇 杷*	1.6 ± 0.1	6.3
素 什 菜	11.9 ± 0.8	6.6
蘑 菇	9.0 ± 0.4	4.5

* 马口铁盖玻璃罐装

六次平行测定均值, 置信水平取 95%

表(二) 回收实验结果

罐 样	测定液含 Sn 量 (ug)	加入 Sn 量 (ug)	测得 Sn 量 (ug)	回收率 (%)
菠 萝*	7.70	8.00	15.3	95
蘑 菇*	3.61	4.00	7.28	92
素什菜*	2.38	4.00	6.00	90.5
荔 枝	5.12	15.0	19.8	98
桔 子	4.34	20.0	26.0	109
枇 杷	0.63	4.00	4.40	94

* 向罐头内容物中添加标准锡共均浆消化后测定

二、讨论

1. 作者在研究锡——铜铁试剂催化波工作基础上提出此罐头食品中锡测定方法,可适用于工厂例行检测工作。其进一步应用于其它遭锡污染食品检测以及罐头中锡与铅、镉等在同一底液条件下连测的可能性正继续研究中。

2. 经反应机理研究认为此为基于吸附性质的极谱催化波,故测定时底液、温度、汞柱高度等条件均应一致,采用标准加入法进行测定较为适宜。

3. 体系中溶氧对测定不影响,故无须通 N_2 或加除氧剂。样品含锡量低时应作空白校正。

参考文献:

- [1] 轻工业出版社《罐头工业手册》1980年第一版
- [2] 食品与发酵工业1978年3月第1页
- [3] 食品科学1984年11期第50页
- [4] A L Underwood et al Quantitative Analysis P49.1994

油脂中固醇类的高速液相色谱法定量

本文使用高速液相色谱法研究了固醇类的分析。作为分析对象的固醇采用的是 C_{27} 的胆固醇, C_{28} 的麦角固醇和菜油固醇, C_{29} 的豆固醇和 β -谷固醇,还有 C_{30} 的角鲨烯(三十碳六烯)。固定相用反相型的Zorbax ODS,流动相用非水系的甲醇—四氢呋喃(99:1),检测波长用UV-205nm。用本方法定量,各固醇峰的高度相对标准偏差在7%以下(十次重复测定),是比较好的;检量线麦角固醇和胆固醇在10~200 $\mu g/ml$ 之间,豆固醇、菜油固醇和 β -谷固醇在15~200 $\mu g/ml$ 之间,角鲨烯在2~20 $\mu g/ml$ 之间,都得到了直线关系。

一、绪言

动植物油主要成分可认为是脂肪酸甘油酯,而微量成分是不皂化物—固醇、高级醇、碳氢化物及脂溶性维生素等。具有这些成分的动植物油脂,其中的固醇类的分析,以前曾用气相色谱、柱色谱、高速液相色谱等各种色谱法进行过研究。气相色谱法是将油脂中的固醇转化成毛地黄皂苷化物,分离以后,再转化成乙酸酯。采用这种分离定量的方法,需要比较长的分析时间。关于高速液相色谱法,Holen研究了八种固醇,也尝试进行了图形分析,而其他则都是关于固醇类碳的个数、双键个数及双

键位置上的差异造成溶出行为不同的报告,没有见到过实际样品中固醇类同时定量的报告。

因此,作者针对在食用油脂中的麦角固醇、胆固醇、豆固醇、菜油固醇、 β -谷固醇以及这些固醇的前身物—角鲨烯等六种物质,使用Zorbax ODX柱的高速液相色谱研究了分离条件,得到了良好的结果。

另外,当这种方法应用在植物性食用油的情况下,按照常规方法,是用0.5M氢氧化钾—乙醇溶液,通过皂化除去脂肪酸一类物质,然后再将固醇、碳氢化物及高级醇类等混合物一起作为不皂化物萃取出来,并将此萃取液中的混合物用硅酸镁载体的柱色谱进行精制,得到固醇萃取液,用高速液相色谱法进行分离定量研究。当用此法进行植物性食用油定量时,麦角固醇因为前处理操作需要较长时间,所以完全分解而消失;角鲨烯因为是碳氢化物,在前处理操作阶段就从硅酸镁载体中洗脱出来,所以与其他固醇同时定量是困难的;而且即使是胆固醇,因为混合物的影响,同时定量也不容易,甚至不可能。

二、实验

1 装置及操作条件

高速液相色谱仪用岛津制LC-4A仪器,接