

〔7〕 三村春雄, 他: 卫生化学, Vol.22, NO.1, 39~41(1976)

〔8〕 松村年郎: 环境、资源、安全技术, Vol.16, NO.3, 2~15(1985)。

双硫腙单色法测铅两种洗除剂的比较

安徽歙县卫生防疫站 洪日昇

双硫腙单色法测铅, 常用的双硫腙洗除剂有 1% KCN 洗液和氨性氰化钾洗液两种。我们在检测工作中发现 1% KCN 洗液对空白值和标准曲线有一定影响, 现将两种洗除剂实验比较如下:

一、材料和方法

1. 仪器: 721 型分光光度计。所有玻璃仪器均用 10% 硝酸浸泡 24h 以上, 用自来水反复冲洗, 最后用去离子水冲洗干净。

2. 试剂:

(1) 双硫腙洗除剂

① 1% KCN (分析纯)

② 氨性氰化钾液 (5 ml 1% 氰化钾 + 15 ml 氨水加水至 500 ml)

其它试剂和方法参照“中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法理化部分》1985—12—01 实施”中食品中铅测定。

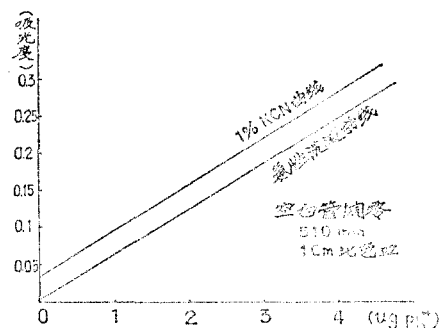
3. 比较实验

(1) 两种洗除剂 (每管加入 25 ml, 第 1 次 15 ml, 第 2 次 10 ml) 对空白管 (10 ml 1% 硝酸) 作 10 次测定的吸光度比较 (510 mμ, 1 cm 比色皿, 以三氯甲烷调零)

经处理: $t = 18.4$

$P < 0.01$ 1% KCN 洗除剂测定的空白值显著高于氨性洗除剂测定的空白值。

(2) 两种洗除剂制作的铅标准曲线比较 (每管加入的洗除剂与前空白值测定相同)



由上标准曲线可见用 1% KCN 制作的曲线其空白值与各含量点相应的吸光度均明显高于用氨性洗液作洗除剂所作的曲线。

(3) 两种洗除剂制作的铅标准曲线各含量吸光度的实测值与回归值比较 (见下表)

氨性洗除剂 $\bar{Y} = 0.008 + 0.06x$				1% KCN 洗除剂 $\bar{Y} = 0.014 + 0.073x$			
x μg Pb	Y	\bar{Y}	Y - \bar{Y}	x μg Pb	Y	\bar{Y}	Y - \bar{Y}
0	0.008	0.008	0	0	0.035	0.014	0.021
1	0.071	0.068	0.003	1	0.096	0.087	0.009
2	0.125	0.128	0.003	2	0.165	0.166	0.005
3	0.187	0.188	0.001	3	0.22	0.233	0.013
4	0.251	0.248	0.003	4	0.285	0.306	0.021

* 表中 Y 栏为四次测定的均值

次	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值
氨性洗除剂	0	0.005	0.007	0.01	0.009	0.012	0.008	0.013	0.01	0	0.007
1% KCN 洗除剂	0.039	0.036	0.034	0.04	0.038	0.032	0.035	0.039	0.037	0.03	0.036

由上表可见 1 % KCN 洗除剂制作的铅标准曲线其各含量相应的吸光度值与其回归值之差的绝对值均 >0.005 , 而氨性洗液剂所作的铅标准曲线则否。

二、讨论

1 双硫脲单色法测铅, 用 1 % KCN 作洗除剂其空白管吸光度明显高于用氨性洗除剂的空白值。它掩盖了数据间的真实关系, 违背了 a 值越小越好的定理。

2 对于一条标准曲线, 其各含量相应的实测吸光度与其回归值的比较, 是判断这一标准曲线的实测结果是否理想的最好方法。根据统

计学对分光光度测定中当吸光度为 $0 \sim 0.3$ 之间时, a 值及各实测值与其回归值之差的绝对值都不得 >0.005 的限额规定, 可以明显看出双硫脲单色法测铅, 用 1 % KCN 作双硫脲洗除剂是很不理想的。

3 建议改用氨性洗除剂作为单色法测铅的双硫脲洗除剂为妥。

参考文献

- (1) 湖南省劳动卫生研究所、湖南岳阳地区卫生学会卫生检验及环境化学工作者《统计学手册》第八章。
- (2) 中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法理化部分》食品中铅测定方法。

无汞盐比色法测定砂糖的二氧化硫

湖南轻工研究所 冷俊峰

砂糖中含有一定量的二氧化硫, 其来源是生产过程中采用二氧化硫澄清蔗汁及硫熏糖浆的残留物质。

测定二氧化硫的方法大致可分为三类, 即碘量法, 氧化中和法和比色法。砂糖中的二氧化硫的测定多采用盐酸付玫瑰苯胺比色法^[1,2]。此法于1956年由 West 和 Gaeke 首次提出^[3], 作为比色测定二氧化硫的主要方法一直沿用至今, 缺点是使用有剧毒的二氯化汞和标准溶液不稳定而要经常配制。

无汞盐比色法不用四氯汞钠而用甲醛作吸收剂, 以羟甲基磺酸的形式固定二氧化硫, 显色时加氢氧化钠使之分解, 再和盐酸付玫瑰苯胺反应, 生成紫红色的化合物, 其吸光值和二氧化硫的含量成正比。无汞盐比色法测定大气中二氧化硫已见报道^[4,5], 但操作繁琐, 显色稳定时期短。本文研究了此反应的性质, 建立了合适的显色条件, 用于测定砂糖的二氧化硫, 取得了令人满意的结果。测定样品的精密密度为 9.08 ± 0.34 ppm ($\pm 3.8\%$) 和 55.3 ± 1.18 ppm ($\pm 2.14\%$), 回收率是 $94.4 \sim 96.8\%$, 和汞盐比

色法对照, 结果一致。该方法的优点是不使用有剧毒的汞盐, 标准溶液稳定可使用时间长, 显色温度适应范围宽, 是比色测定砂糖中二氧化硫的较好方法。

仪器和试剂

1. 721 分光光度计
2. 0.02% 甲醛: 0.55ml 无聚合沉淀的 36% 甲醛, 0.2g 邻苯二甲酸氢钾, 加水稀释至 1 L。
3. 0.02% 盐酸付玫瑰苯胺 (1 M 盐酸)
4. 1 N 氢氧化钠
5. 0.6 % 氨基磺酸
6. 0.1% CDTA: 0.1g 1,2-环己二胺四乙酸, 加 6 ml 0.1N 氢氧化钠, 稀释至 100ml。
7. 二氧化硫标准溶液:
0.3g 亚硫酸氢钠, 溶于水, 稀释至 250ml。
吸取 25ml 上述溶液于碘量瓶中, 加水 50 ml, 准确加入 10ml 0.1N 碘溶液, 5 ml 36% 乙酸, 摇匀放置于暗处 2min 后迅速以 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴至淡黄色, 加 0.5ml 1 % 淀粉指示剂, 再滴定至无色。另取水 50ml, 准确加入