

白醋中铅测定方法的改进

湖北省当阳市卫生防疫站 陈天凤

湖北省当阳市卫生学校 卢春玲

对白醋中铅的测定,国标法(甲法)所用仪器多,操作较复杂。武汉市卫生防疫站汇编《食品卫生检验方法专辑》中介绍的测铅方法(乙法),所用掩蔽剂少,操作方法简单,快速,但样品也要消化。在消化过程中,要加入较多的强酸,费时,费电,费试剂。同时,还可能造成污染和损失。再则,白醋中有机质含量少,消化意义不大。所以,我们在参照乙法的基础上,样品不经消化,直接取样分析。用本方法经多次试验,结果表明:本方法的准确度和精密度良好。最低检出量为0.04mg/l。

1 实验方法(双硫脲混色法)

1.1 原理

铅在氨溶液中(pH8.5~11),和有柠檬酸钠,氰化钾存在时,与双硫脲(三氯甲烷溶液)作用,生成红色络合物,溶于三氯甲烷中。

1.2 试剂

双硫脲三氯甲烷溶液(T=70%)

氨及氰化钾溶液:4g 氰化钾,0.75g 亚硫酸钠,4g 柠檬酸三钠,上述试剂均为分析纯,加水100ml,纯化后,加入浓氨水390ml,混匀。

1g/l 麝香草酚兰指示剂:0.1g 麝香草酚兰溶解于95%乙醇中,并稀释成100ml。

3%(V/V)硝酸溶液

铅标准溶液:精密称取0.1598g 硝酸铅,加10.0ml 1%(V/V)硝酸,全部溶解后,移入100ml 容量瓶中,加水稀释至刻度。此液每毫升相当于1mg 铅。

铅标准使用液:吸取1.0ml 铅标准溶液

置于100ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,此液每毫升相当于10ug 铅

1.3 仪器

721型分光光度计。

玻璃抽气泵。

1.4 操作步骤

取白醋5.0—10.0ml 于25ml 纳氏管中。

吸取10ug/ml 铅标准使用液0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50ml 于25ml 纳氏管中,于样品管和标准管中各加3%(V/V)硝酸至10.0ml。

分别于上述管中各加2滴麝香草酚兰指示剂,摇匀,再加入氨及氰化钾溶液1.5ml,用6mol/l 硝酸或1:1氨水调至溶液显兰色(pH8.5~9.0),冷却后加入(T=70%)双硫脲三氯甲烷溶液5.0ml,振摇250次,静止,待分层后,用玻璃抽气泵抽去水层。于波长510nm 处,1cm 比色杯,以零管调节零点测吸光度,用回归分析处理,计算样品中铅含量。

1.5 计算

$$X = A \times 1000 / m \times 1000$$

式中 X:样品中铅含量 mg/l。

A:测定用样品铅含量 ug。

m:样品质量 ml。

2. 结果与讨论

2.1 样品消化与不消化的比较

甲组:取样25.0ml 按硝酸—高氯酸—硫酸法进行消化,消化好后定容至25.0ml,取消化液5.0ml 于纳氏管中,加水至10.0ml。

乙组:直接取样5.0ml,加3%(V/V)硝酸至10.0ml,将两组样品用本法操作,分析结果见表1,经统计处理,两组测定结果无显著性差异($t = 1.36 < t_{0.05} = 2.024_p > 0.05$),甲组变异大于乙组。

2.2 不同掩蔽剂对标准系列吸光度值的影响

甲乙两组标准系列,甲组按国标法操作,乙组按本法操作。为了便于比较,甲组所用双硫脲三氯甲烷液用量同乙法。分别测出吸光度值,两组结果见表2和图1,由图1可见,两种不同掩蔽剂对标准系列吸光度值无影响。本方法在5.0ug 内线性关系良好。

2.3 本方法的最低检出量

按本方法测定了试剂空白值30个,用三氯甲烷调零,测其吸光度值。均值为0.146,标准差 $S = 0.004$ 。

最低检出量 $= 3S = 3 \times 0.004 = 0.012$

0.012光密度所对应的浓度为0.04mg/l

2.4 本方法的精密度和回收实验

取样5.0ml 于25ml 纳氏管中,各加标准液1.00,2.00,2.50,3.00,5.00ug,用3%(V/V)硝酸稀释至10.0ml,再按本方法操作,结果见表3,表4。

由两表可见,本方法测定值变异范围2.9~9.2,平均回收率范围96.6—108.0%。

3 小结

改进后白醋中铅的测定方法,样品不经消化,直接取样分析,使 pH 值容易调节,既经济快速,又减少了污染和损失。另外,本法使用掩蔽剂少,改分液漏斗为比色管,简化了操作步骤,测定结果与国标法比较无显著性差异,精密度和准确度都良好。

参 考 文 献

- 1 张玉文等主编·卫生防疫·食品卫生检验方法专辑
1.内部资料·武汉·武汉市卫生防疫站,1980;41—44。
- 2 中华人民共和国国家标准·食品卫生检验方法(理化部分)·北京:中国标准出版社,1987;42—44。

表1 白醋消化与不消化的测定结果比较

组别	测定次数	范围(mg/l)	均值(mg/l)	标准差(S)	CV(%)
甲	20	0.39~0.53	0.46	0.044	9.5
乙	20	0.45~0.51	0.48	0.019	3.9

表2 甲组和乙组标准系列吸光度值的比较

浓度(ug)	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
甲组	0.052	0.112	0.160	0.215	0.265
乙组	0.042	0.100	0.150	0.205	0.260

表3 精 密 度 试 验

样号	测定次数	测得范围(ug)	均值(ug)	标准差(ug)	变异系数(%)
1	10	1.31~1.68	1.48	0.136	9.2
2	10	3.34~3.62	3.46	0.101	2.9
3	10	1.38~1.49	1.43	0.046	3.2
4	10	2.17~2.51	2.36	0.120	5.0
5	10	4.90~5.46	5.21	0.198	3.8
6	10	2.25~2.54	2.40	0.102	4.2