

低温压力消解器测定食品中汞

上海市食品卫生监督检验所 顾伟勤

由于汞在常温下就发生气化的独特性质,现国家标准检验方法中的硝酸冷凝回流是针对性的方法。但日常监测样品中 Hg、Cd、Pb 等多要同时测定,基于国内外应用低温压力消解器测 Pb、Cd 等元素,我们试验同时测定汞。用聚四氟乙烯内胆、外套不锈钢拧紧,加硝酸、过氧化氢,在 120~140℃,2~3 小时。过滤、定容、由测汞仪测定。

结果: 1、回收率: 92~96%

2、对鲐鱼、墨鱼、大米样品与国标回流法对比含量基本一致,变异指数 c_{vd}/c_{vr} 符合要求。

3、测定标准参考物: 我国桃叶、美国牡蛎 (NBS1566)、菠菜 (NBS1570) 均符合其定值范围。

4、应用于 1980 年 VNEP/FAO/WHO 第六次食品中 Hg、Cd、Pb 分析质量保证 (AQA) 研究工作。结果对二件奶粉样品 (高低含量) 中的 Hg、Cd、Pb 测定,全部符合其满意的范围。

据此,作者提出该方法可作为测汞等多元素消解食品的一个新方法,从而节省器材、试剂和人力。另外对氯化亚锡的浓度和配制提出了改进。

火焰原子吸收光谱法测定魔芋中铜铁锌锰钙镁镍钴

安康地区卫生防疫站 邹斌 梁兢波 阮永华 杨秀贵

魔芋属于天南星科多年生草本植物,其营养成分及药用价值近年来逐渐为人们所重视。本文采用硝酸+高氯酸(4+1)湿法回流消化体系,火焰原子吸收光谱法测定了魔芋中铜、铁、锌、锰、钙、镁、镍、钴 8 种元素的含量;并进行了仪器工作条件选择实验,确定其

最佳工作条件,同时还做了测钙、镁以及测低含量铁时干扰消除实验,建立了火焰原子吸收光谱法测定魔芋中铜、铁、锌、锰、钙、镁、镍、钴的方法。各元素测定方法回收率在 95.3~103.5%,相对标准偏差在 1.1~3.5%

一种测定食品中微量镍的分析方法的研究

河北唐山市卫生防疫站 张文德

一种测定食品中微量镍的新的快速检验

方法,其原理是在硼砂介质中,镍与间氯偶氮

安替比林生成蓝色配合物。配合物的最大吸收波长位于615nm,而试剂的最大吸收峰位于195nm,颜色的对比度($\Delta\lambda$)为120nm,表观摩尔吸收系数(ϵ)为 4.89×10^4 ,镍标准曲线的回归方程 $Y = 0.0616 \times + 0.0038$,相关

系数(γ)=0.9999,镍含量在0~10 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 内符合比耳定律,配合物的组成比为1:1,颜色稳定52小时无变化。方法具有较高的灵敏度和选择性,操作简便,用于测定人造奶油食品中的镍,结果与丁二酮肟比色法相一致。

紫外分光光度法测定棉籽饼酱油中的游离棉酚

河北省卫生防疫站 王 平 张淑琴 王喜明 周明河

用紫外分光光度法直接测定棉仁饼酱油中游离棉酚残留量。

本法较经典苯胺法安全,无毒操作简单。测定酱油中游离棉酚由于色素干扰大分离是关键,介绍了根据相平衡原理用乙醚提取棉酚的条件,用氯化钠溶液洗去乙醚提取液中的色素,再将乙醚挥干将棉酚转移至较稳定的乙醇体系中。绘制了棉酚—乙醇溶液的紫外光谱图根据最小干扰最大吸收原则选择测定波长为400nm。

本方法最小检出量为2 μg ,最小检出浓度为0.2ppm。方法经北京市卫生防疫站,山西省卫生防疫站,河北省粮研所,河北师范学院四单位验证,回收率和变异系数与所提供的数据一致。并于1990年6月2日由河北省卫生厅组织鉴定,专家们一致认为方法具有准确、快速、重现性好,回收率高,易于普及等优点。

本方法于1990年6月23日定为河北省地方标准并已发布实施。

表面活性剂增溶——蒽酮吸光光度法 直接测定奶粉中蔗糖含量

锦州市卫生防疫站 杨 玉

研制了直接测定奶粉中蔗糖含量的表面活性剂增溶——蒽酮吸光光度法。样品不除蛋白,采用表面活性剂——聚氧乙烯月桂醚增溶,在热碱性条件下将样品中的还原糖破坏,然后用蒽酮——硫酸溶液显色,测定蔗糖含量。

该法检出限1.3 μg ,最佳测定范围13~

127 $\mu\text{g}/\text{ml}$,摩尔吸光数为 $2.7 \times 10^3 \text{L}/\text{mol} \cdot \text{cm}$, $S = 0.15$, $CV(\%) = 0.82$, $P(\%) = 95.8 \sim 103.5$, $\bar{P}(\%) = 99.2$ 。方法灵敏、准确、干扰少、试剂单一,操作简便,省时快速,与国家标准法比较无显著性差异。此法尚未见到国内外有关资料报道。