

糖铁上, 结合此 2 项反应, 再作一系列生化实验, 可提高挑取菌落的准确性。

4 参考文献

1 Joseph Lovtt, et al. FDA Bacteriological Analytical Manual. 1988, Supplement (9/87) Second Printing (2/89) 29.01 ~ 12

2 中丹培训班学习材料, 李斯特氏菌的分离 1991; 3
3 中华人民共和国卫生部, 食品卫生检验方法微生物学部分, GB 4789—84.1985—04—01
4 Schlech, w. f, t al. Epidemic Listeriosis-evidence for Transmission by Food. N. Engl. J. Med. 1983, 308: 203 ~ 206
5 Foodborne Listeriosis Report of a WHO Informal Working Group. Geneva: 1988

食品中有机锗 (Ge_{132}) 的测定方法研究

刘师诚 杨永红 北京市卫生防疫站 (100013)

有机锗 (Ge_{132}) 能增强人体免疫功能且毒性较低, 近年来被广泛添加于各类食品中。无机锗 (GeO_2) 则毒性较高, 长期食用会中毒, 因此对食品中锗进行形态分析十分重要。目前, 我国食品中锗的测定方法大多采用测定其总量, 尚不能对其形态进行分离测定。我们参照板野一臣^[1]的方法, 采用离子柱层析对无机锗和有机锗进行分离、测定, 并运用于多种食品的检测, 取得较好结果, 现报告如下。

1 材料与方法

1.1 试剂及仪器

无机锗标准液 称取 GeO_2 (含量 99.999%) 0.144g 用 0.1mol/L NaOH 溶液 10mL 加温溶解, 再加入 0.1mol/L HCl 溶液 10mL 进行中和, 加水稀释至 100mL。此溶液每 mL 含 1.00mg Ge。临用时用水配制成 1.00 μg Ge/mL。

有机锗 (Ge_{132}) 标准液 称取有机锗 (Ge_{132} 含量 99.99%) 0.234g, 用 0.1mol/L NaOH 溶液 10mL 加温溶解, 加入 0.1mol/L HCl 溶液 10mL, 并用水稀释

至 100mL, 此溶液浓度为 1.00mg Ge/mL。临用时用水配制成浓度为 1.00 μg Ge/mL。溶液 (若结果乘 2.34 则为有机锗 Ge_{132} 量)。

苯茚酮溶液 称取苯茚酮 60mg 用含 8mL HCl 的乙醇溶解并稀释至 100mL。

阳离子交换树脂制备 取约 20g Amberlite CG-120I 树脂, 经乙醇、水漂洗后, 装交换柱 (1cm $\times$ 25cm) 用 3mol/L HCl 溶液过柱, 并用水淋洗至 pH4 左右, 使其转为 (H^+) 型备用。

阴离子交换树脂柱制备 取约 20g 717[#] 强碱性阴离子树脂, 经乙醇、水漂洗后装交换柱 (1cm $\times$ 30cm), 先用 3mol/L NaOH 溶液淋洗, 后用水淋洗至 pH8 左右, 再用 3mol/L 醋酸溶液淋洗, 并用水淋洗至 pH4 左右, 使其转换为 (CH_3COO^-) 型备用。

724—微机型分光光度计 上海光学仪器厂

1.2 方法

样品处理

液体样品 取样品 10mL (约含 0.5 ~ 10mg Ge) 直接通过阴离子交换树

脂柱、流速控制在 15 滴/min 左右、弃最初流出液约 10mL 后、将流出液收集于 100mL 容量瓶中、用水淋洗柱、并继续收集流出液至 100mL。(此水洗液供测定无机锗用)。排出多余的水溶液后、加入 3mol/L NaOH 溶液 30mL, 流速仍控制在 15 滴/min 左右、并继续用水淋洗至流出液为 50mL。取上述氢氧化钠溶液 10.0mL 于凯氏瓶中加浓 H_2SO_4 5mL, 浓 HNO_3 15mL 进行消化、最后稀释至 100mL, (此消化液供测定有机锗用)。

含色素、糖、蛋白质的液体样品 取样品 10mL(约含 0.5 ~ 10mg Ge) 以 10 滴/min 的速度先通过阳离子交换柱、并以水淋洗、收集流出液 50mL, 然后将流出液按上述方法进行处理。

固体食品 粉碎过筛(80 目)后、称取 1 ~ 5g 样品、加入 0.1mol/L HCl 溶液 20mL 于 60℃ 保温 2h 后、加入 0.1mol/L NaOH 溶液 20mL, 混匀后离心 (3000 r/min) 15min, 分取上清液、再用 10mL 水洗沉淀 1 次、合并上清液、然后按上述方法、先过阳离子交换柱、后过阴离子交换柱、将所得溶液进行测定。

显色测定 吸取以上制备的水洗液或消化液 1 ~ 5mL(视 Ge 含量而定) 于 50mL 分液漏斗中、加水至 5.0mL 再加入 15mL 浓 HCl, 放置 10min 后、加入临用新配的 10% 亚硫酸氢钠溶液 0.1mL, 混匀后加四氯化碳溶液 10.0mL, 振摇 2min, 静置、分取四氯化碳层供显色用。

另吸苯芴酮溶液 1mL 于 10mL 比色管中、加入上述四氯化碳溶液 5.0mL, 并用乙醇补足至 10mL, 混匀、放置 10min 后于 512nm 波长比色测定。

另吸取锗标准溶液 (1.00 $\mu g/mL$) 0.0、0.5、1.0、2.0、

3.0、4.0、5.0mL, 按上述操作显色、制备标准曲线。

2 结果

2.1 将果奶按上述方法通过阳离子树脂、流出液一部分经消化后测定、总锗含量为 0.143mg/g, 剩余部分再经阴离子树脂交换、将流出液直接显色测定、无机锗的含量为 0.014mg/g。吸附在阴离子交换树脂的有机锗用 3mol/L NaOH 溶液从阴离子柱上解析并消化、测定结果为 0.120mg/g。

方法的精密度测定结果 应用上述方法对含有机锗的雪贝尔样品进行了 10 次测定、其结果见表 1。

表 1 方法的精密度测定结果 mg					
样品名称	测定结果				
雪 贝 尔	1.80	1.60	1.91	1.65	1.69
	1.71	1.79	1.66	2.03	1.70
n	10				
$\bar{x}$	1.77				
s	0.128				

表 2 方法的准确度测定结果 mg				
样 品 名 称	样品含量	加入有机锗 (Ge_{132}) 量	测定结果	回收率 %
雪贝尔	1.70	4.68	5.97	91
爱得有机锗浓 缩 液	21.12	4.68	25.67	97
锗精 (含有机物提取液)	29.86	4.68	34.76	105
那切果奶	1.40	4.68	5.50	88
酵母	—	4.68	4.87	104
$\bar{x}$ 97		CV% = 7.81%		

方法的准确度测定结果 分别对矿泉水、奶、固体样品及含有大量有机物的饮料加入一定量有机锗 (Ge_{132}) 标准品进行回收试验、其结果见表 2。

3 讨论

Amberlite CG-120I 阳离子交换树脂、为大网状树脂、可以除去食品中色素、糖、蛋白质等高分子化合物、对无机锗和有机锗化合物无吸附作用。

阴离子交换树脂采用国产 717[#]强碱性阴离子树脂、在矿泉水中加入有机锗标准液 24.0mg 和无机锗标准液 0.50mg，经过阴离子树脂分离后，其测定结果分别为有机锗 25.4mg，无机锗 0.54mg。实验结果表明，经处理后的树脂对无机锗和有机锗化合物达到完全分离的目的、且树脂经再生后、可反复多次使用。

取 20g 阴离子交换树脂装成 1cm × 30cm 的柱、其容量能满足样品分离需要。有机锗分离效果受阴离子树脂容量影响且与解析时所使用氢氧化钠的浓度和量有关系、氢氧化钠浓度过大，易造成树脂结构的破坏、吸附效果差、而浓度过小、则需使用大量淋洗液。我们用 3mol/L NaOH 溶液 30mL 解析不同浓度有机锗吸附柱，其结果见表 2。

70mg，足以满足实际工作的需要。

魔鬼糖中诱惑红的测定

吴国华 李宏文 北京市卫生防疫站 (100013)

魔鬼糖是一种从韩国进口的糖果。其主要成分为糖、玉米糖浆、柠檬酸、人工合成色素等。在北京销售后，不少消费者向报纸及有关部门投诉该产品存在的问

表 3 在一定条件下阴离子交换树脂容量测定结果 mg

加入量	测定结果	回收率 (%)
10.0	9.38	94
20.0	18.30	92
30.0	28.30	94
40.0	30.50	76

固体样品中有机锗的提取，可用 0.1mol/L HCl 溶液并适当加温。固体样品中可能有掺入无机锗的氧化物，此类化合物在常温下于水中的溶解度较低、不易被提出，而在 0.1mol/L HCl 介质中并适度加温，则较易提出，同时亦能促使有机锗化合物的溶解、对其结构不影响。

本试验将分离后的有机锗化合物经硫酸、硝酸溶液消化，使其转变为无机锗的氧化物，与苯芴酮反应生成有色物质，进行比色测定。此法灵敏度虽较荧光法、原子吸收法为低，但其操作简便，不使用较昂贵之仪器，重现性和稳定性较好。锗浓度在 0.5 ~ 5.0 μg 范围呈线性关系。该法最低检出浓度为 0.05 μg/L，可检测口

题。为了保护消费者的利益，我站对市售魔鬼糖进行了抽样检验，其检测结果表明，该糖果所含的人工合成色素严重超过我国的国家标准。并且还含有目前我国只