

后的分测验量表分和 MQ 值进行自身对照和平行对照。所得数据应进行以下分析:

处理前平行对照

比较处理前对照组与实验组各分测验量表分、记忆商的差异,进行显著性检验,检验处理前两组间记忆水平是否均衡。处理组与对照组男、女分别进行比较,可以反映不同性别对受试物的敏感性。合并后再进行总体比较。

两组处理前、后的自身对照

分析记忆水平的变化,各组之间分性别比较和总体比较,进行显著性检验,并计算处理后与处理前各项的差值,比较两组处理前、后变化的程度。对照组处理后的测试成绩一般高于处理前的测试成绩,自身比较可以反映迁移学习的影响及程度。进行实验组实验前、后各分测验的量表分自身对照,可以反映该试样对大脑的语言部分还是非语言部分有效,记忆商提高的幅度可以反映该试样对整体记忆水平的改

善程度。

处理后平行对照

在处理前两组各分测验量表分和记忆商均衡的前提下,处理后两组各项的直接比较可以反映试样对记忆的影响。处理后受试物组与对照组各分测验量表分、记忆商的差值,可以反映消除迁移学习的影响后试样的改善记忆作用强度及对大脑的哪一部分有作用。处理后两组的差值与处理前受试物组数据(处理前两组均衡)的比值即为提高的百分率。

9 参考文献

- 1 “临床记忆量表”手册编写组. 临床记忆量表手册. 中国科学院心理研究所, 1984
- 2 何来英, 严卫星, 楼密密等. 保健食品改善记忆作用人体试食试验方法的研究. 中国食品卫生杂志, 1997, 9 (4): 13

顶空气相色谱法测定膳食氯化钠中氟

肖上甲¹ 盛娟芬² 胡冠九³ 黄 薇¹ 熊剑娟¹

氟是人体必需的微量元素,摄入适量的氟有利于牙齿的健康,但摄入过多的氟对机体有害,轻则造成斑釉牙,重则形成氟骨症。⁽¹⁾食盐是直接供人们食用的一种调味品,是人们生活中的必需品。食盐中氟允许限量为 2.5 mg/kg。⁽¹⁾

本文建立了用顶空气相色谱法直接测定食盐中氟的新方法,该法操作简便、快速、无干扰,结果准确灵敏。

1 材料与方法

1.1 原理 将一定量食盐置于密闭体系中,在酸性条件下,食盐中的氟与硅烷化试剂反应生成挥发性的三甲基氟硅烷,⁽²⁾在气、液两相达到动态平衡时,抽取顶空气进入气相色谱仪测定。以保留时间定性,峰高定量。

本法最低检测限为 0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

1.2 仪器 气相色谱仪, HP 5890, FID; 顶空分析瓶, 50 mL; 微量注射器: 100 μL 。

1.3 试剂 氟化钠标准溶液: 准确称取氟化钠 (NaF, 分析纯, 经 105~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2h) 0.2210 g, 溶于水中并稀释至 100 mL, 贮于聚乙烯瓶中作为贮备液 (1.0 mg/mL), 临用时稀释至 10.0 $\mu\text{g/mL}$; 盐酸 (分析纯); 三甲基氯硅烷 (化学纯)。

1.4 分析步骤

色谱条件 色谱柱: 2 m $\times$ 3 mm 不锈钢柱, 内填 30% 阿匹松 L/6201 (60~80 目); 柱温: 90 $^{\circ}\text{C}$, 检测室温度: 150 $^{\circ}\text{C}$, 汽化室温度: 150 $^{\circ}\text{C}$, 载气 (氮气): 45 mL/min。

校正曲线的制备 取 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的氟标准液 0.0、0.1、0.5、1.0 mL, 分别置于 50 mL 顶空瓶中, 各加蒸馏水至 10.0 mL, 加 1.0 mL 盐酸, 2 μL 三甲基氯硅烷后立即密闭瓶口, 摇匀, 室温下反应 30 min, 抽取 50 μL 顶空气, 注入色谱仪中测定, 测定保留时间和峰高。

试样分析 称取 1.0 g 试样, 置于顶空瓶中, 用 10.0 mL 水溶解, 加 1.0 mL 盐酸, 以下操作同校正曲

1 南京市卫生防疫站 (210003)

2 江苏省卫生防疫站 (210003)

3 江苏省环境监测站 (210029)

线的制备。回收率在 92.6%~95.3% 之间,符合分析要求。

计算

$$x = \frac{c \times 1000}{w \times 1000}$$

式中: x 试样中氟含量,mg/kg;
 c 测定用试样中氟的含量, μg ;
 w 试样的质量,g。

2 结果和讨论

2.1 方法的线性关系和检测限

氟含量在 0~10.0 $\mu\text{g/g}$ 范围内线性关系良好,回归方程 $y = 17.854\ 0\ x - 1.178\ 6$,相关系数 $r = 0.999\ 9$ 。检出限为 0.01 μg ,最低检出浓度为 0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

2.2 精密度试验

配制 1.0、5.0、10.0 $\mu\text{g/g}$ 3 个浓度,各取 6 次测定结果,计算其相对标准偏差,结果见表 1。

表 1 精密度试验

浓度 $\mu\text{g/g}$	测定次数	峰高(mm)		s	RSD %
		范 围	均 值		
1.0	6	14~16	15.00	0.82	5.4
5.0	6	85~94	88.75	3.77	4.2
10.0	6	169~184	177.20	6.43	3.6

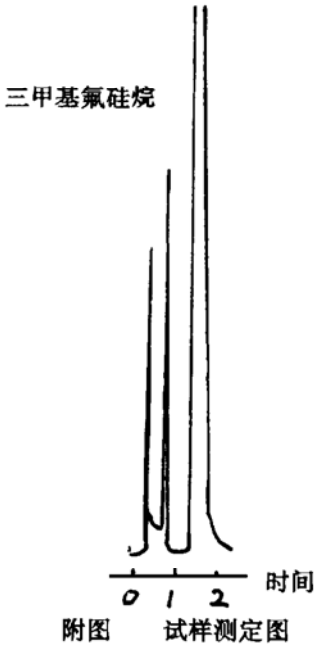
3 种浓度的相对标准偏差均小于 10%,符合分析要求。

2.3 回收率试验

于试样中加入不同浓度的氟标准溶液,用与试样分析相同的分析条件作回收实验,其测得值扣除本底后计算回收率,结果见表 2,色谱图见附图。

表 2 回收率试验

加入量	本底值	测定次数	观测值均值	回收率 %
1.0	0.39	6	1.317	92.7
5.0	0.39	6	5.020	92.6
10.0	0.39	6	9.920	95.3



2.4 方法对比试验

取 6 份试样,分别用氟电极法和本法进行对比测定,测定结果氟电极法为 $0.40 \pm 0.010\ \text{mg/kg}$,顶空气相色谱法为 $0.39 \pm 0.016\ \text{mg/kg}$ 。将两组测得值进行 t 检验, $t = 1.140$, $P > 0.05$,两种方法测得的结果无显著性差异。

3 小结

用本法测定食盐中的氟化物含量,在 0~10.0 $\mu\text{g/g}$ 范围内,呈线性关系,最低检出浓度为 0.01 $\mu\text{g/g}$,回收率为 92.6%~95.3%,相对标准偏差按低、中、高浓度分别为 5.4%、4.2%、3.6%,上述各项指标均符合分析要求。另外,试样处理简单、快捷、所需试剂少,分析无干扰,便于推广应用。

4 参考文献

1 卫生部食品卫生监督检验所. 食品卫生检验方法(理化部分)注解. 北京:中国标准出版社,1987:124,342~343
2 缪益民,赖来胜,周连保,等. 顶空气相色谱法测定饮用水中氟化物初探. 中华预防医学杂志,1994,28:171

通 告

广大读者请注意,本编辑部从现在开始电话号码变更为: 67791291。