

表3 精密度试验结果

维生素 B ₂ 含量 μg	测定次数 <i>n</i>	平均荧光 强 度	相对标准 偏差 %
0.8	9	1.209	6.6
4.0	11	15.199	2.8

表4 准确度试验结果

加标量 μg	实测量 μg	回收率 %	平均回收率 %	<i>n</i>
0.5	0.487~ 0.520	97.4~ 104.0	101.9	6
0.8	0.785~ 0.810	98.1~ 101.2	99.8	6
1.6	1.490~ 1.660	93.1~ 97.5	96.5	5
4.0	3.550~ 3.850	93.8~ 99.2	95.7	5

3 小结 本方法简便,快速,灵敏度高,其精密度和准确度均达到分析要求。适合保健食品中维生素 B₂ 的测定。

参考文献:

[1] GB 12391- 90. 食品中核黄素的测定方法[S]

[2] 张宏祥译. 日本药学会编著. 食品添加剂公定书—注释. 解说[M]. 第6版. 1997

[3] 张宏祥编译. 卫生试验法—注解[M]. 华文出版社, 1995

中图分类号: O657. 3; TS218 文献标识码: B 文章编号: 1004—8456(2000) 02—0020—03

反相高效液相色谱法测定猪肝中盐酸特仑克罗

赵 榕 吴国华 涂晓明

(北京市卫生防疫站, 北京 100013)

盐酸特仑克罗(Clenbuteroli Hydrochloridum), 分子式为 C₁₂H₁₈Cl₂N₂O•HCl, 化学名称为 α- [(叔丁氨基)甲基]- 4- 氨基- 3, 5- 二氯苯甲醇盐酸盐, 是一种 β₂ 肾上腺受体激动药。在临床用于治疗哮喘。目前我国还没有批准在动物中使用。但猪肝中残留的盐酸特仑克罗引起的食物中毒屡有发生。目前未见分析方法的报道。我们建立了食物中毒试样—猪肝中盐酸特仑克罗的反相高效液相色谱测定法。现报告如下。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂 高效液相色谱系统: Waters- alliance 高效液相色谱系统, 配有 Waters- 2690 泵控及自动进样系统, Waters- 996 二极管阵列检测器, Millennium32 数据处理系统。离心机。甲醇 色谱纯。色谱条件

Shim- packCLC- ODS 色谱柱(岛津), 4.6 × 200 mm; 检测波长: 243 nm; 流速: 1.0 mL/min; 流动相: 0.01 mol/L 磷酸二氢钠水溶液: 甲醇= 65: 35。

1.2 实验方法

1.2.1 试样制备 取打碎混匀的试样 2.0 g 于 10 mL 比色管中, 加 60% 乙醇 4.0 mL 浸泡过夜, 转移提取物和内容物于离心管中; 4 000 r/min 离心 10 min; 转移上清液至另一比色管中。于离心管中再加入 60% 乙醇 4.0 mL, 搅拌残渣, 再在 4 000 r/min 离心 10 min; 合并上清液。再一次加入 60% 乙醇 2.0 mL, 重复同样操作, 合并上清液。根据试样含量进行适当浓缩。

1.2.2 色谱分析 分别取标准以及试样提取液 10 μL 进样。根据保留时间和扫描光谱定性, 试样峰高与标准峰高比较定量。

1.2.3 结果计算 $X = \frac{A \times V}{W \times N}$ 式中: *X* 为试样中盐酸特仑克罗含量, mg/kg; *A* 为试样测定液中盐酸特仑克罗的浓度, μg/mL; *V* 为提取液的体积, mL; *W* 为试样重量, g; *N* 为测定液浓缩倍数。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择 根据盐酸特仑克罗的分子结构,通过光谱扫描,确定检测波长为 243 nm。根据被测化合物的性质,我们对流动相中甲醇与水的比例,盐的浓度进行了实验。实验结果表明:甲醇+ 0.01 M 磷酸二氢钠水溶液(35+ 65)时,出峰时间为 10 min 左右,不受杂质及试剂等干扰物质的影响,能够达到实验要求。在此条件下得到了标准谱图(图 1)及试样谱图(图 2)。

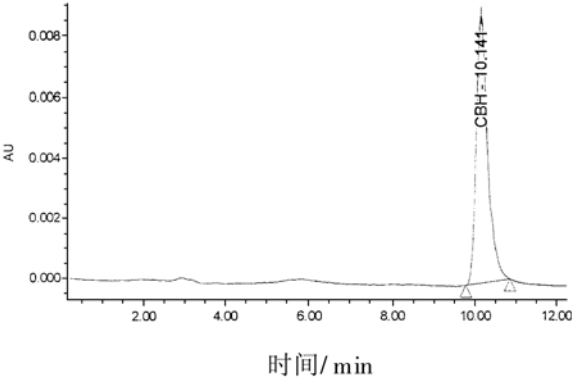


图 1 盐酸特仑克罗标准谱图

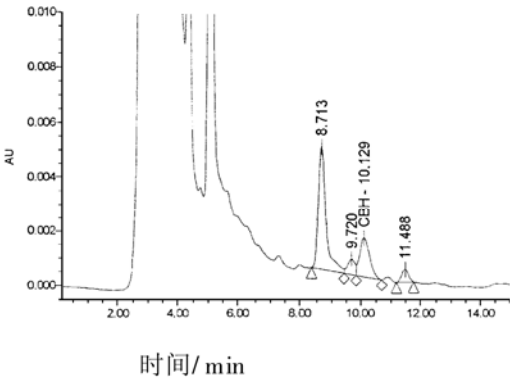


图 2 试样谱图

2.2 盐酸特仑克罗的定性 在实验中,我们通过保留时间进行初步定性。采用二极管阵列检测器测定检出组分与标准品的光谱图,通过比较进一步定性。结果见图 3,图 4。

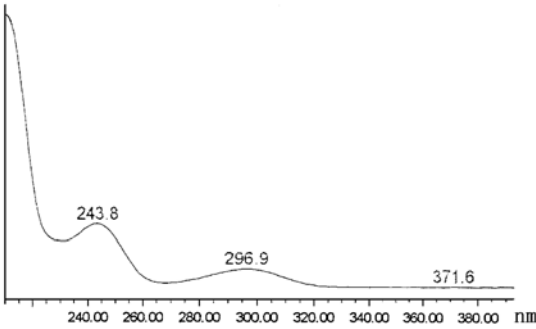


图 3 盐酸特仑克罗标准扫描图谱

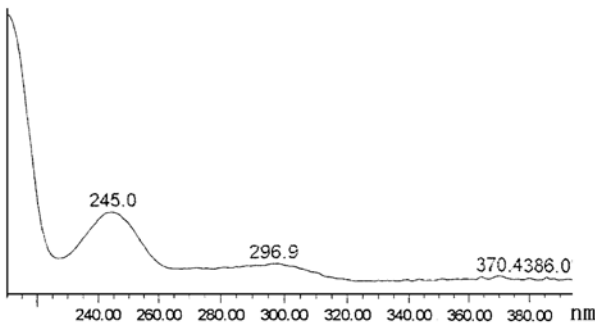


图 4 试样扫描图谱

2.3 提取液的确定 根据盐酸特仑克罗的化学性质,我们在对照试样中加入 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准对提取液的盐酸浓度、乙醇含量进行了实验。结果见表 1 和表 2。实验结果表明,盐酸浓度对提取结果影响较小,乙醇浓度对实验结果影响较大。考虑到盐酸对色谱柱柱效的影响,确定提取液的组成为乙醇浓度为 60% 的水溶液。

表 1 提取液中盐酸体积分数对提取效果的影响

盐酸体积分数	0	2	4	6	8	9	10	12
测定结果 $\mu\text{g}/\text{mL}$	7.24	6.88	6.55	5.85	7.30	7.24	5.74	6.03

表 2 提取液中乙醇体积分数对提取效果的影响

乙醇体积分数	0	20	40	50	60	70	80	100
测定结果 $\mu\text{g}/\text{mL}$	4.57	5.46	5.57	5.82	6.07	6.05	6.00	6.04

2.4 方法的精密度和准确度实验 在不同时间对同一试样进行了测定,结果见表 3。在对照试样中分别加入盐酸特仑克罗 5.0、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 进行了准确度实验。结果见表 4。

2.5 方法线性范围、检出限、最低检出浓度及试样含量 方法的线性范围为 0~ 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 回归方程为 $y = 772x + 1338$, 相关系数 $r = 0.9991$; 方法检出限为 2.5 ng; 当试样取样量为 2.0 g 时, 方法最低检出浓度为 0.25 mg/kg。用上述方法对采集于北京丰台、宣武、海淀食物中毒现场的试样及对照试样进行了测定, 盐酸特仑克罗含量范围为 0~ 0.8 mg/kg。

表 3 方法的精密度实验结果

试样名称	测定结果 mg/kg	测定次数 n	平均值 mg/kg	相对标准差 %
猪肝 ⁽¹⁾	1.30~ 1.75	7	1.45	17.1
猪肝 ⁽²⁾	1.29~ 1.69	8	1.43	15.2

注: (1) 试样来自北京市宣武区, (2) 试样来自北京市海淀区。

表 4 方法的准确度实验

试样本底 $\mu\text{g}/\text{mL}$	加标量 $\mu\text{g}/\text{mL}$	测定次数 n	回收率 %	平均回收率 %	相对标准差 %
0	5.0	10	90.8~ 100.2	94.5	3.7
0	10.0	12	73.5~ 101.2	82.7	11.8

3 小结 本文描述了高效液相色谱法测定猪肝中盐酸特仑克罗的方法。本方法简单、快速, 适用于食物中毒试样—猪肝中盐酸特仑克罗的测定。

中图分类号: O657.7⁺ 2; R15 文献标识码: B 文章编号: 1004—8456(2000)02—0022—03

山梨酸钾中氯化物含量测定方法的改进

石舜华

(锡山市卫生防疫站, 江苏 无锡 214011)

山梨酸钾是一种常用的食品添加剂, 氯化物含量是一项重要指标。在山梨酸钾国家标准 GB 13736—92 中规定氯化物测定方法为目视比色法, 但在实际操作中, 当试样中氯化物含量与标准相接近时, 往往很难判定结果是大于还是小于标准。另外, 当试样中氯化物含量超过标准时, 不能得出确切的数据, 这不符合计量认证的要求。为此, 作者探讨用校正曲线法, 通过测定试样和标准液的吸光度来求得试样中氯化物含量的准确数值, 获得满意的效果, 现将结果报告如下。

1 材料与方

1.1 仪器及试剂 721 型分光光度计, 其余仪器及试剂同国标法。

1.2 操作步骤

1.2.1 试样处理同国标法。

1.2.2 校正曲线绘制 于 7 支 50 mL 具塞比色管中分别加入 0、0.1、0.3、0.5、0.7、0.9、1.0 mL 盐酸(0.01 mol/L) 标准溶液, 然后分别加入 6 mL(1+ 10) 硝酸溶液, 稀释到 50 mL, 摇匀, 再分别加入 0.1 mol/L 硝酸银溶液 1 mL, 摇匀。室温放置 30 min 后于 420 nm 波长, 用 1 cm 比色皿, 蒸馏水调零, 测定吸光度, 绘制校正曲线。

1.2.3 试样测定 试样处理后稀释至 50 mL, 以下同校正曲线操作, 测定吸光度后, 查校正曲线。

1.3 氯化物(以氯离子计) 含量计算公式
$$X = \frac{0.01 \times V \times 36.5}{1 \times 10} \times 100\%$$

V: 试样中氯化物相当于 0.01 mol/L 盐酸标准的毫升数。

2 结果与讨论