

表3 精密度试验结果

| 编号 | $\bar{x}$ | $s$      | RSD % |
|----|-----------|----------|-------|
| 1  | 0.0358    | 0.000898 | 2.51  |
| 2  | 0.1464    | 0.002821 | 1.93  |
| 3  | 0.2518    | 0.005400 | 2.14  |
| 4  | 0.2019    | 0.006602 | 3.27  |
| 5  | 0.2648    | 0.010620 | 4.01  |
| 6  | 0.1953    | 0.005214 | 2.67  |

表4 自吸收法与国标法对照试验 ng/mL

|      | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |
|------|------|------|------|------|------|------|
| 自吸收法 | 1.01 | 2.10 | 3.45 | 2.87 | 3.12 | 2.09 |
| 国标法  | 1.08 | 2.13 | 3.50 | 2.91 | 3.14 | 2.08 |

注:  $\bar{d}=0.0333$   $s=0.01115$   $t=2.987$   $P>0.05$

从表4可看出两法无显著性差异。

中图分类号: R15; O657.31; O614.43<sup>+</sup>3 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2001)03-0017-03

## 示波极谱法测定食盐中的硫酸盐

王素霞 吕风荣

(赣榆县卫生防疫站, 江苏 赣榆 222100)

食盐中硫酸盐的测定方法,常用的有硫酸钡重量法,硫酸钡比色法等,这些方法由于操作繁琐,耗时较长,而且易引起误差。目前,利用极谱分析的方法尚未见报道,本文在文献<sup>[1]</sup>的基础上,参考有关资料,把反应生成的铬酸离子用示波极谱法测定,获得满意结果。

### 1 材料与与方法

1.1 仪器 MP-1型溶出分析仪(山东电讯七厂),悬汞电极,铂电极,饱和甘汞电极。

1.2 试剂 硫酸盐标准溶液 1.00 mL含0.2 mg硫酸盐。

铬酸钡悬液 取研细的铬酸钡2.5 g,加入8 mL 2.5 mol/L盐酸溶液制成悬液,加入60 mL冰乙酸,纯水补足至200 mL,临用前配制。

钙—铍溶液 称取0.6 g无水氯化钙,加入171 mL氨水( $P_{20}=0.888/\text{mL}$ ),纯水补足至200 mL,密闭保存。

氯化钠溶液 称取5 g氯化钠,加水溶解50 mL。

3 小结 自吸收法校正背景的精密度一般比氘灯法好,因原子吸收和背景吸收可以用同一灯测试,因此不会出现由于光轴不一致而引起的校正误差,对食盐这样的高基体物质中的微量铅的测定最适宜。须特别提醒的是自吸收法要求空心阴极灯能承受大电流的通过,为保证空心阴极灯的使用寿命,务必使用自吸收专用空心阴极灯。

### 参考文献:

- [1] GB/T 5009.12—96. 食品中铅的测定方法[S].
- [2] 杨智灵,贾军国. 络合萃取-盐酸反萃火焰原子吸收法测定食盐中铅[J]. 理化检验(化学分册), 1999, 35(4): 188—189.
- [3] 李述信,主编. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法[M]. 北京:北京大学出版社, 1987, 370—373.

### 1.3 方法

1.3.1 试样制备 称取试样1.0 g,加少量水溶解,定容至100 mL,若样液混浊需过滤后定容至100 mL。

1.3.2 测定 取试样溶液5 mL于25 mL比色管中,加水至10 mL。另取硫酸盐标准0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL于25 mL比色管中,各加氯化钠溶液0.5 mL,纯水补足至10 mL,再加充分混匀的铬酸钡溶液1.0 mL,充分混匀后放置20 min,加入1.0 mL钙—铍溶液,振摇1 min,于起始电压-0.20 V,终止电压-6.60 V,2次微分,记录-0.38 V(VS, SCE)处峰高,并绘制标准曲线,采用标准曲线计算结果,本法 $\text{SO}_4^{2-}$ 浓度与峰高呈良好线性关系,回归方程 $y=32.5499x-2.34999$ ,方法的相关系数 $r=0.9995$ 。

### 2 结果与讨论

2.1 铬酸钡悬液与钙—铍溶液用量 实验表明,铬酸钡悬液与钙—铍溶液用量均为1.0 mL为宜。

2.2 底液pH的影响 在pH 9.5~10.0范围内,峰电流最大且一致,当pH>10时,峰电位负移且峰高

下降。

2.3 稳定性及温度的影响 试样在上述底液中放置数日,峰电流无明显变化,同一浓度试样在不同温度下,测定峰电流基本一致(4 ~ 45 )。

2.4 氯化钠作用 经实验,不加氯化钠时,峰电流

偏低,加入少量氯化钠,可提高峰电流且与试样一致。本文选择加入 0.5 mL 氯化钠溶液。

2.5 精密度 取不同浓度试样 3 份,测定结果见表 1。

2.6 准确度试验 试样加标回收结果见表 2。

表 1 精密度试验结果

| 试样序号 | 测定值 % |       |          |       |       |       | $\bar{x}$ | $s$   | RSD % |       |       |       |
|------|-------|-------|----------|-------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1    | 0.382 | 0.389 | 0.393 ×2 | 0.386 | 0.369 | 0.381 | 0.371     | 0.366 | 0.367 | 0.380 | 0.011 | 0.028 |
| 2    | 0.645 | 0.611 | 0.633 ×2 | 0.627 | 0.618 | 0.620 | 0.614     | 0.599 | 0.602 | 0.620 | 0.263 | 0.424 |
| 3    | 0.916 | 0.931 | 0.900    | 0.943 | 0.938 | 0.923 | 0.892     | 0.914 | 0.941 | 0.941 | 0.02  | 0.021 |

表 2 回收率测定结果 %

| 试样号 | 加标量 mg | 回收率范围        | 平均回收率 |
|-----|--------|--------------|-------|
| 1   | 0.2    | 91.6 ~ 105.8 | 100.4 |
| 2   | 0.5    | 92.0 ~ 100.6 | 95.7  |
| 3   | 0.8    | 93.7 ~ 100.1 | 97.8  |

2.7 共存离子的影响 试验表明,在含硫酸盐为 0.2 mg/10 mL 溶液中,加入 10 mg CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>·Cl、100 μg Fe<sup>3+</sup>、30 mg Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup> 不干扰测定,2 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、100 μg Mn<sup>2+</sup>、Zn<sup>2+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Cd<sup>2+</sup>、F<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup> 不干扰测定。

2.8 对照试验 试样 5 份,同时用本法与铬酸钡

(GB/T 5009.42—1996) 测定法进行对比,结果  $t = 1.77 < t_{0.05} = 2.77$ ,两法测定结果无显著性差异,见表 3。

表 3 两种方法结果比较 %

| 试样编号 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 本法   | 0.203 | 0.157 | 0.583 | 0.713 | 0.868 |
| 铬酸钡法 | 0.192 | 0.169 | 0.600 | 0.751 | 0.871 |

参考文献:

[1] GB/T 5009—1996. 食品卫生检验方法理化部分[S].

中图分类号:R15;O657.14;O613.51 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2001)03 - 0019 - 02

## 尤登双样图在褪黑素检测质量控制中的应用

韩宏伟 王竹天 杨大进 王永芳

(卫生部食品卫生监督检验所,北京 100021)

开展分析质量控制研究,制定分析质量控制措施是保障分析数据准确的重要手段。卫生部食品卫生监督检验所作为全国保健食品检测中心实验室,组织全国保健食品功效成分检测实验室参加了功效成分测定质量控制。因为褪黑素类保健食品在全国各省市都有,绝大多数的保健食品功效成分检验单位都开展了这个项目的检验工作,而且褪黑素的标准检验方法还通过了 1998 年全国食品卫生标准化委员会的评审,具有一定的科学性和可行性,所以本次质量控制选择褪黑素的测定作为质量控制的项目,尤登双样图是美国国家标准局(NBS)的分析、统计学家尤登(W.J. Youden)提出的,实验时同时测定两个试样,将结果绘制成图,所以称为双样图。它具

有简便、直观、实用的特点,是一种很好的实验室间的质量控制评价手段。

1 双样图的绘制方法 由组织者向参加质量控制的各实验室发放一对质量控制试样 A、B,这两个试样的基体、性质、组成相同,待测物的浓度相近。要求各实验室由相同人员在相同时间、地点,使用统一方法测定 A、B 两个试样,按时报告测定结果。组织者将 A、B 两个试样的测定值分别用 X 和 Y 表示,建立 X-Y 坐标图。将各参加实验室报告的 A、B 两个试样的测定值(X<sub>i</sub>, Y<sub>i</sub>)作为一个点标在 X-Y 坐标图上,并注明该实验室的代号;然后在 X 轴上通过平均值  $\bar{x}$  作一条与 X 轴相垂直的直线;在 Y 轴上通过

